KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Nd_2O_3 KATKILANMIŞ $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$ SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL, MİKROYAPI VE MEKANİK KARAKTERİZASYONU

MURAT COŞKUNYÜREK

FİZİK ANABİLİM DALI

Temmuz 2013
KASTAMONU

Her Hakkı Saklıdır

TEZ BİLDİRİM SAYFASI

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 bildiririm.

Murat COŞKUNYÜREK

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Nd_2O_3 KATKILANMIŞ $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$ SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL, MİKROYAPI VE MEKANİK KARAKTERİZASYONU

Murat COŞKUNYÜREK
Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Bu tezde, Bi-2212 süperiletkeninin mikroyapısal, mekaniksel ve süperiletkenlik özellikleri üzerine tavlama koşullarının (farklı sıcaklık ve süre) etkisi, dc özdirenç (ρ-T), X-ışınları kırınımı (XRD) analizleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri ve Vickers mikrosertlik ölçümleri kullanılarak incelenmiştir. Bu amaçla süperiletken numuneler katıhal reaksiyon metodu kullanılarak farklı ısıl işlem sıcaklıklarında (830, 835, 840, 845 ve 850 °C) 24 saat süreyle tavlanmış ve elde edilen tüm özellikler birbiri ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlar, Bi-2212 faz oluşumu için 840°C' nin en iyi tavlama sıcaklığı olduğunu göstermiştir. En iyi tavlama süresinin belirlenmesi amacıyla ise Bi-2212 süperiletken numuneleri 3 farklı periyotta hazırlanmıştır (24, 48 ve 72 saat). Sıcaklığın 72 saate kadar artırılması ile tüm özelliklerin giderek iyileştiği gözlenmiştir. Yani, en yüksek T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerleri sırasıyla 84.79 K ve 78.90 K olarak bulunmuştur. Benzer şekilde, XRD verileri de aynı numunede en büyük kırınım şiddetinin, tanecik büyüklüğünün ve c örgü parametresinin olduğunu göstermiştir. Ayrıca, SEM deneyleri, bu numunenin büyük tanecik boyutuna, süperiletken tanecikler arasındaki en iyi iletime, karakteristik yapraksı tabakalarla birlikte en yoğun ve en sıkı yüzey yapısına sahip olduğunu desteklemektedir. Bu bulgular baz alındığında, 840 °C' de 72 saat süreyle tavlama, Bi-2212 süperiletken faz formasyonunun oluşumu için oldukça uygundur. Mekaniksel analizler, üretilen tüm numunelerde tipik çentik boyutu etkisi (ÇBE) davranışı gözlendiğini göstermiştir. Bu sadece uygulanan test yükünün artmasıyla sertliğin azalması olarak değil aynı zamanda da üretilen numunelerde elastik geri dönüşümden dolayı hem elastik hem de plastik deformasyonun gözlendiği anlamına gelmektedir. Gözlenen deneysel sonuçlara göre Bi-2212 süperiletken malzemelerin ÇBE davranışı ne tavlama sıcaklığı ne de tavlama süresi ile değişir. Benzer şekilde, mikrosertlik verilerinden elde edilen Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri için en iyi sonuç 840 ^oC' de 72 saat boyunca tavlanarak hazırlanan numune için gözlenmiştir. Ayrıca, gerçek (yükten bağımsız) sertlik

değerleri, uygulanan çentici yükünün artışı ile numune davranışını belirlemek için, Meyer yasası, elastik/plastik deformasyon (EPD) modeli, orantılı numune direnci (PSR) modeli, geliştirilmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli ve Hays-Kendall (HK) yaklaşımı kullanılarak teorik olarak incelenmiştir. Mevcut yöntemlerden elde edilen teorik sonuçlar değerlendirilmiş, HK yaklaşımını plato bölgesine yakın sertlik değerleri verdiği için numunelerimizin sertlik değerlerini açıklamada en iyi model olarak belirlenmiştir.

Ayrıca bu tezde, katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanan Nd_2O_3 katkılı Bi-2212 seramik süperiletkenlerinin mikroyapısal, mekaniksel ve süperiletkenlik özelliklerindeki değişim XRD, SEM, EDS, Vickers Mikrosertlik ve ρ-T ölçümleri ile analiz edildi. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı (T_c^{offset}) 0-7 T manyetik alan altında özdirenç ölçümleri yapılarak belirlendi. Bunun yanı sıra aktivasyon enerjileri Arrhenius bağıntısı kullanılarak hesaplandı. Bu sonuçlara göre katkısız numunenin manyetik alan altındaki T_c^{offset} değeri manyetik alanın artmasıyla 78 K' den 42 K' e kadar azalmıştır. Aktivasyon Enerji (U_o) değerleri ise manyetik alanın artmasıyla azalmıştır. Benzer durum katkılı numunelerde de gözlenmiştir. Ayrıca XRD verilerinden hesaplanan c örgü parametresi Nd katkısının artmasıyla azalmış ve a parametresi ise artmıştır. SEM sonuçları katkının artmasıyla tanecik boyutunun azaldığını göstermiştir. EDS analizlerinde, diğer elementlerle kıyaslandığında, Nd katkısının artmasıyla Sr yüzdesinde önemli bir azalma gözlenmiştir. Üretilen numunelerin mekaniksel özelliklerinin analizi için yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin yanı sıra yüke bağlı mikrosertlik değerleri de hesaplanmıştır. Yükten bağımsız mikrosertlik analizi için Meyer yasası, elastik/plastik deformasyon (EPD) modeli, orantılı numune direnci (PSR) modeli, geliştirlmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli ve Hays-Kendall yaklaşımı kullanılmıştır. HK modeli numunelerimizin mekaniksel özelliklerini açıklamada en başarılı model olarak belirlenmiştir.

2013, sayfa 116

Bilim Kodu: 202

Anahtar kelimeler: Bi-2212, Aktivasyon enerjisi, XRD, SEM, EDS, Vickers mikrosertlik, HK Yaklaşımı

ABSTRACT

MSc. Thesis

THE CHARACTERIZATION OF ELECTRICAL, STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF Nd_2O_3 DOPED $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$ SUPERCONDUCTOR

Murat COŞKUNYÜREK
Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Adviser: Assoc. Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

In this thesis the role of the annealing conditions (temperature and time) on the micro-structural, mechanical and superconducting properties of the Bi-2212 superconducting material have been investigate by using dc resistivity (ρ-T), X-ray diffraction analysis (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and Vickers microhardness (H_v) measurements. For this aim, the superconducting samples are elaborated by standard solid-state reaction route at different annealing temperature such as 830, 835, 840, 845 and 850 °C for the annealing duration of 24 h, and all the characteristics obtained are compared with each other. The results show that the annealing temperature of 840°C is the best for the formation velocity of Bi-2212 superconducting phase. As for the check of the best annealing time, the Bi-2212 superconductors are prepared at 3 different periods (24, 48 and 72 h). It is found that all the properties improve gradually with the increase of the annealing duration up to 72 h. Namely, the highest onset and offset critical temperatures are found to be about 78.90 K and 84.79 K, respectively. Similarly, the XRD evidences show that the same sample obtains the largest diffraction line intensities, crystallite size and lattice constant parameter c as a consequence of the greatest Bi-2212 superconducting phase in its matrix. Furthermore, the SEM experiments support that this sample has the smoothest and densest surface morphology with the clear and characteristic flaky layers, best grain connectivity between the superconducting grains and largest crystalline size distribution. Based on these findings, the annealing time of 72 h and temperature of 840 °C favor seriously the velocity of Bi-2212 superconducting phase formation. As for the mechanical investigations, all the samples produced exhibit the typical Indentation Size Effect (ISE) behavior, meaning that not only do the microhardness values reduce with the increment in the applied indentation test loads, but also the elastic and plastic deformation are produced together in the materials studied in this work owing to the elastic recovery. According to the experimental evidences observed, neither the annealing time nor the annealing temperature changes the typical ISE nature of the Bi-2212 superconducting material. Similar to the other results, the most Vickers microhardness, elastic modulus, yield strength and fracture toughness extracted from the microhardness data are observed for the sample prepared at 840 °C for 72 h. Furthermore, the true (load independent) microhardness

values are theoretically examined by Meyer's law, elastic/plastic deformation (EPD), proportional sample resistance (PSR) and Hays–Kendall (HK) approach to determine the sample behavior with the increment in the applied indentation test load. The theoretical results evaluated from the available methods demonstrate that the HK approach is the best model to explain the evaluation of the microhardness over the applied load as a consequence of the closer results to the saturation (plateau) region.

Moreover, In this thesis, the change in micro-structural, mechanical and superconducting properties of Nd_2O_3 added Bi-2212 superconductor ceramics, prepared with solid-state reaction methods has been analyzed by performing the measurements of XRD, SEM, EDS, Vickers Microhardness and ρ-T. Superconducting transition temperature (T_c^{offset}) has been determined by the resistivity measurements done under 0-7 T magnetic field. Also, activation energies (U_o) have been calculated using Arrhenius equation. According to the results, T_c^{offset} value under the magnetic field of the undoped sample decrease from 78 K to 42 K with the increase of magnetic field; likewise, U_o values also have decreased with the increase of magnetic field. A similar situation has been observed in other doped samples. Besides, c parameter calculated analyzing XRD data has decreased with Nd doping and a parameter has increased. SEM has showed that particle size decrease with doping. When it is compared with other elements, in EDS analysis when Nd doping is increased, an important decrease in the percentage of Sr has been observed. In this section, we calculated the load dependent Vickers microhardness values as well as the load independent microhardness values to analyze the mechanical properties of produced samples. Meyer's law, proportional sample resistance model, modified proportional sample resistance model, elastic/plastic deformation model and Hays-Kendall approach are also used to analyze the load independent microhardness values. HK approach is determined as the most successful model describing the mechanical properties of our samples.

2013, Pages 116

Science Code: 202

Key Words: Bi-2212, Activation energy, XRD, SEM, EDS, Vickers microhardness, HK approach

TEŞEKKÜR

"Nd Katkılı Bi-2212 Süperiletkenin, Mikroyapı, Süperiletkenlik ve Mekaniksel Özelliklerinin Karakterizasyonu" isimli bu çalışma, Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında yüksek lisans tezi olarak hazırlanmıştır. Çalışmamda, yardımlarını esirgemeyen tecrübelerinden istifade ettiğim, desteğiyle her zaman yanımda olan, danışman hocam Sayın Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK'e nezaketi ve emeğinden dolayı teşekkür ederim.

Yüksek Lisans tezi savunma sınavıma juri üyesi olarak katılarak beni onurlandıran değerli hocalarım Prof. Dr. M. Atıf ÇETİNER ve Doç. Dr. Abdullah AYDIN'a şükranlarımı sunarım.

Yine tez çalışmalarım süresince yardımcı olan hocam, Sayın Arş. Gör. Elif AŞIKUZUN'a ve Abant İzzet Baysal Üniversitesinde yaptığımız bazı ölçümlerde bize destek veren Yrd. Doç. Dr. Gürcan YILDIRIM'a ve Uzman Nevin SOYLU'ya teşekkür ederim.

Eğitimim süresince maddi ve manevi varlığıyla her zaman yanımda olan, başarılarım için ellerinden gelen her türlü desteği hiçbir zaman esirgemeyen babam Hasan COŞKUNYÜREK, annem Hatice COŞKUNYÜREK başta olmak üzere aileme sonsuz teşekkür ederim.

Bu çalışma sürecinde sabırıyla ve azmiyle tüm zorluklar karşısında desteğini ve yardımını esirgemeyen nişanlım Nuray HEKİMOĞLU'na teşekkür ederim.

Murat COŞKUNYÜREK

Kastamonu, Temmuz 2013

İÇİNDEKİLER

ÖZET i
ABSTRACT iii
TEŞEKKÜR v
İÇİNDEKİLER vi
SİMGELER DİZİNİ ix
ŞEKİLLER DİZİNİ x
TABLOLAR DİZİNİ xiii
1. GİRİŞ 1
1.1. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi 1
1.2. Meissner Olayı 3
1.3. Kritik Manyetik Alan (H_c) 4
1.4. Kritik Sıcaklık (T_c) 5
1.5. Ginzburg – Landau Parametresi 6
1.6. Nüfuz Derinliği (λ) 7
1.7. Eş Uyum Uzunluğu (ξ) 8
1.8. I.Tip Süperiletkenler 9
1.9. II. Tip Süperiletkenler 11
1.10. Aktivasyon Enerjisi 13
1.11. BCS Teorisi 14
1.12. Kritik Akım Yoğunluğu(J_c) 15
2. YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ 16
2.1. La-Ba-Cu-O (LBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları 16
2.2. Y-Ba-Cu-O (YBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları 17
2.3. Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları 17
2.3.1.$Bi_2Sr_2CuO_6$ (n= 1) Bileşiğinin Kristal Yapısı 18
2.3.2. $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (n= 2) Bileşiğinin Kristal Yapısı 19
2.3.3. Bi2Sr2Ca2Cu3Oy (n= 3) Bileşiğinin Kristal Yapısı 20
2.4. Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları 21
2.5. Hg-Ba-Ca-Cu-O (HBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları 22
3.LİTERATÜR ÖZETİ 23
4. MATERYAL VE METOD 27
4.1. Giriş 27
4.2. Katıhal tepkime yöntemi 27
4.3. Numunelerin hazırlanması 28

4.3.1. Optimum Sıcaklık ve Süre Tayini İçin Numunelerin Hazırlanması 28
4.3.2. Nd katkılı Bi-2212 numunelerin hazırlanması 28
4.3.3. Hazırlanan Numunelerin Sinterlenme İşlemi 30
4.4. Deneysel Ölçümler 31
4.4.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi 31
4.4.2. Elektriksel Direnç Ölçümleri..... 32
4.4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 32
4.4.4. Sertlik Ölçümleri 33
5. BULGULAR VE TARTIŞMA 36
5.1. a) Katkısız Bi-2212 süperiletken numuneler için optimum sıcaklık ve sürenin tayini..... 36
5.1.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi 36
5.1.2. Tanecik Büyüklüğünün Hesaplanması..... 39
5.1.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi 40
5.1.4. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri..... 45
5.1.5. Enerji Dağılım Spektrum (EDS) Analiz 46
5.1.6. Mekanik Özellikler..... 55
5.1.6.1. Meyer kanunu..... 59
5.1.6.2. Orantılı Numune Direnci (PSR) modeli..... 61
5.1.6.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) modeli..... 63
5.1.6.4. Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modeli..... 64
5.1.6.5 Hays-Kendall yaklaşımı 66
5.2. b) Bi-2212 süperiletkenine belirlenen oranlarda Nd_2O_3 katkılanması..... 69
5.2.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi..... 69
5.2.2. Tanecik Büyüklüğünün Hesaplanması..... 72
5.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi 72
5.2.4. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri..... 76
5.2.5. Manyetik Özdirenç Ölçümleri..... 78
5.2.6. Aktivasyon Enerji Hesaplamaları..... 82
5.2.7. Enerji Dağılım Spektrum (EDS) Analizi 85
5.2.8. Mekanik Özellikler..... 93
5.2.8.1. Meyer kanunu..... 96
5.2.8.2. Orantılı Numune Direnci (PSR) modeli..... 97
5.2.8.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) modeli..... 99
5.2.8.4. Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modeli..... 100
5.2.8.5 Hays-Kendall yaklaşımı 101
6. SONUÇLAR 104

KAYNAKLAR 107
ÖZGEÇMİŞ 115

SİMGELER DİZİNİ

Å: Angström
a,b,c: Kristal örgü parametreleri
B: Manyetik alan
BCS: Bardeen, Cooper, Schrieffer
Bi: Bizmut
Ca: Kalsiyum
Cu: Bakır
D: Tanecik boyutu
E: Elastik modülü
EDS: Enerji dağılım spektrometresi
F: yük
GL: Ginzburg ve Landau
hkl: Miller indisleri
H_a: Uygulanan manyetik alan
H_{c1}:Alt kritik alan
H_{c2}: Üst kritik alan
H_{EPD}: Elastik/Plastik deformasyon sertlik
H_{HK}: Hays-Kendall serliği
H_{MPSR}: Modifiye edilmiş orantılı numune direnci
H_{PSR}: Orantılı numune direnci
H_v: Vickers mikrosertlik
ISE: Çentici boyut etkisi(Indendation Size Effect)
kB: Boltzman sabiti
$K_{ıc}$: Kırılma dayanımı
λ_L: London nüfuz derinliği
n: Meyer üssü
Nd: Neodimyum
p: Yük taşıyıcı konsantrasyonu
O: Oksijen
RISE: Ters çentici boyut etkisi (Reverse Indendation Size Effect)
SEM: Taramalı elektron mikroskobu
T_c: Kritik sıcaklık
T_c^{onset}: Süperiletkenlik geçiş sıcaklığı başlangıç değeri
T_c^{offset}: Süperiletkenlik geçiş sıcaklığı bitiş değeri
$U_{o:}$ Aktivasyon enerjisi
ξ: Eş uyum uzunluğu
ρ: Normal durumdaki özdirenç

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Hg'nın direncinin sıcaklığa bağlı grafiği 1
Şekil 1.2. Normal ve süperiletken durum ait Meisser Etkisi..... 2
Şekil 1.3. İdeal iletken ve süperiletken malzemelerin manyetik alan karşısındaki davranışı. 4
Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi. 5
Şekil 1.5. Normal metal ile süperiletken malzemenin sıcaklığa bağlı olarak direnç değişimi. 6
Şekil 1.6. Uygulanan manyetik alanın süperiletken numune içine sızması. 8
Şekil 1.7. I.Tip süperiletkenlere ait manyetik alan- sıcaklık grafiği 10
Şekil 1.8. I.Tip süperiletkenlere ait mıknatıslanma grafiği. 10
Şekil 1.9. II. Tip süperiletkenlere ait manyetik alan- sıcaklık grafiği..... 12
Şekil 1.10. II. tip süperiletkenlere ait mıknatıslanma eğrisi 12
Şekil 1.11. Elektron-örgü-elektron etkileşmesi..... 14
Şekil 2.1. $Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiğinin kristal yapısı. 19
Şekil 2.2. $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiğinin kristal yapısı.. 20
Şekil 2.3. $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ bileşiğinin kristal yapısı..... 21
Şekil 4.1. Denver model hassas terazi..... 29
Şekil 4.2. Specac model pres cihazı. 29
Şekil 4.3. Tabletlerin hazırlanmasında kullanılan özel kalıplar.. 30
Şekil 4.4. Protherm model programlanabilir tüp fırın..... 31
Şekil 4.5. Bruker D8 Advance model X-ışını Kırınımı cihazı..... 32
Şekil 4.6. JEOL JSM-6390LV model taramalı elektron mikroskop (SEM). 33
Şekil 4.7. Vickers çentici ve oluşan izin görüntüsü. 34
Şekil 4.8. SHMADZU model vickers mikrosertlik cihazı. 35
Şekil 5.1. Tüm numunelerine ait XRD desenleri. 37
Şekil 5.2. Tüm numunelere için (008) düzlemine ait XRD pikleri..... 39
Şekil 5.3. A numunesine ait SEM görüntüsü. 41
Şekil 5.4. B numunesine ait SEM görüntüsü. 41
Şekil 5.5. C numunesine ait SEM görüntüsü 42
Şekil 5.6. D numunesine ait SEM görüntüsü 42
Şekil 5.7. E numunesine ait SEM görüntüsü 43
Şekil 5.8. F numunesine ait SEM görüntüsü..... 43
Şekil 5.9. G numunesine ait SEM görüntüsü 44
Şekil 5.10. Tüm numunelere ait özdirenç- sıcaklık grafiği..... 45
Şekil 5.11. A numunesine ait EDS görüntüsü..... 47

Şekil 5.12. B numunesine ait EDS görüntüsü 48
Şekil 5.13. C numunesine ait EDS görüntüsü 49
Şekil 5.14. D numunesine ait EDS görüntüsü 50
Şekil 5.15. E numunesine ait EDS görüntüsü. 51
Şekil 5.16. F numunesine ait EDS görüntüsü 52
Şekil 5.17. G numunesine ait EDS görüntüsü 53
Şekil 5.18. Numunelerin tavlama sıcaklığı ile element konsantrasyonu arasındaki değişimi. 54
Şekil 5.19. Tüm numunelere ait 2.90N'luk yük altındaki optik iz görüntüleri 56
Şekil 5.20. Faklı sıcaklıklar için hazırlan numunelere ait H_v-F grafiği 58
Şekil 5.21. Faklı süreler için hazırlan numunelere ait H_v-F grafiği 58
Şekil 5.22. Tüm numunelerin Meyer Kanununa göre lnF-lnd grafiği 60
Şekil 5.23. Tüm numunelerin PSR modeline göre F/d-d grafiği. 61
Şekil 5.24. Tüm numunelerin MPSR modeli göre F-d grafiği. 64
Şekil 5.25. Tüm numunelerin EPD modeline göre $F^{1/2}$-d_p grafiği 65
Şekil 5.26. Tüm numunelerin Hays- Kendall yaklaşımına göre F-d^2 grafiği 67
Şekil 5.27. Tüm numunelerin ln(F-W_{HK})-lnd grafiği. 68
Şekil 5.28. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait XRD grafiği 69
Şekil 5.29. Numunelerin (008) düzlemine ait XRD pikleri 71
Şekil 5.30. M0 numunesine ait SEM görüntüsü 73
Şekil 5.31. M1 numunesine ait SEM görüntüsü 73
Şekil 5.32. M2 numunesine ait SEM görüntüsü 74
Şekil 5.33. M3 numunesine ait SEM görüntüsü 74
Şekil 5.34. M4 numunesine ait SEM görüntüsü 75
Şekil 5.35. M5 numunesine ait SEM görüntüsü 75
Şekil 5.36. Numunelere ait normalize edilmiş özdirenç-sıcaklık grafiği 76
Şekil 5.37. M5 numunesine ait özdirenç grafiği 77
Şekil 5.38. M0 numunesine ait ρ-T grafiği 79
Şekil 5.39. M1 numunesine ait ρ-T grafiği. 79
Şekil 5.40. M2 numunesine ait ρ-T grafiği 80
Şekil 5.41. M3 numunesine ait ρ-T grafiği 80
Şekil 5.42. M4 numunesine ait ρ-T grafiği 81
Şekil 5.43. M0 numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi 82
Şekil 5.44. M1 numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi 83
Şekil 5.45. M2 numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi 83
Şekil 5.46. M3 numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi 84
Şekil 5.47. M4 numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi 84

Şekil 5.48. M0 numunesine ait EDS grafiği 86
Şekil 5.49. M1 numunesine ait EDS grafiği 87
Şekil 5.50. M2 numunesine ait EDS grafiği 88
Şekil 5.51. M3 numunesine ait EDS grafiği 89
Şekil 5.52. M4 numunesine ait EDS grafiği 90
Şekil 5.53. M5 numunesine ait EDS grafiği 91
Şekil 5.54. Nd konsantransyonu ile element konsantrasyonu arasındaki değişimi ... 92
Şekil 5.55. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerinin 2.90N'luk yük altındaki optik iz görüntüleri 93
Şekil 5.56. Katkılı ve katkısız Bi-2212 numunelerine ait H_v-F grafiği..... 95
Şekil 5.57. Numunelerin Meyer Kanununa göre lnF-lnd grafiği 96
Şekil 5.58. Numunelerin PSR modeline göre F/d-d grafiği 97
Şekil 5.59. Numunelerin MPSR modeli göre F-d grafiği 99
Şekil 5.60. Numunelerin EPD modeline göre $F^{1/2}$-d_p grafiği 100
Şekil 5.61. Numunelerin Hays- Kendall yaklaşımına göre F-d^2 grafiği 101
Şekil 5.62. Numunelerin ln(F-W_{HK})-lnd grafiği 102

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 1.1. Bazı süperiletkenler için nüfuz etme derinlikleri 8

Tablo 1.2. Bazı I. Tip süperiletkenlere ait kritik sıcaklık ve manyetik alan değerleri.. 11

Tablo 1.3. Bazı II. Tip süperiletkenlere ait kritik sıcaklık ve manyetik alan değerleri.. 13

Tablo 1.4. Bazı malzemelerin kritik akım yoğunlukları 15

Tablo 2.1. BSCCO süperiletkenin CuO_2 sayısına göre faz oluşumu 18

Tablo 2.2. TBCCO süperiletkenin CuO_2 sayısına göre faz oluşumu 22

Tablo 5.1. Farklı sıcaklıklarda tavlanan numunelerin a ve c örgü parametreleri ile hacim oranları 38

Tablo 5.2. Farklı sürelerde tavlanan numunelerin a ve c örgü parametresi ile hacim oranları 38

Tablo 5.3. Tüm numuneler ait tanecik büyüklüğü 40

Tablo 5.4. Tüm numunelere ait T_c^{onset} (K), T_c^{offset} (K) ve ΔT_c (K) değerleri 46

Tablo 5.5. *A* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 47

Tablo 5.6. *B* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 48

Tablo 5.7. *C* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 49

Tablo 5.8. *D* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 50

Tablo 5.9. E numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 51

Tablo 5.10. F numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 52

Tablo 5.11. G numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 53

Tablo 5.12. Tüm numunelere ait element konsantrasyonları. 54

Tablo.5.13. Tüm Katkısız Bi-2212 numunelerine ait H_v, E, Y ve K_{ic} değerleri 57

Tablo 5.14. Meyer kanununa göre n_k ve $\ln A_{1k}$ değerleri 60

Tablo 5.15. PSR modeline göre H_{PSR}, α ve β değerleri 62

Tablo 5.16. Tüm numunelere ait H_0, E_0, Y_0 ve K_{ic} değerleri 62

Tablo 5.17. MPSR modeline göre H_{MPSR}, W_{MPSR}, A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri 64

Tablo 5.18. EPD modeline H_{EPD}, A_2 ve d_e değerleri 66

Tablo 5.19. Hays -Kendall yaklaşımına göre H_{HK}, W_{HK} ve A_{1HK} değerleri 67

Tablo 5.20. PSR, MPSR, EPD ve HK modelleri kullanılarak plato bölgesindeki yüke bağlı ve yükten bağımsız Vickers mikrosertlik değeri 68

Tablo 5.21. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait a ve c örgü parametreleri ile hacim oranları 70

Tablo 5.22. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait tanecik büyüklüğü 72

Tablo 5.23. Numunelere ait T_c^{offset}, ΔT ve oda sıcaklığı özdirenç değerleri 77

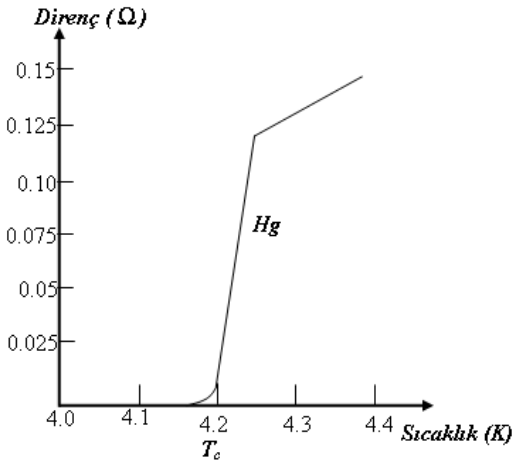
Tablo 5.24. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait taşıyıcı yük konsantrasyon değerleri 78
Tablo 5.25. Farklı manyetik alanlardaki numunelere ait manyetik özdirenç ölçümleri 82
Tablo 5.26. Numunelere ait aktivasyon enerji değerleri 85
Tablo 5.27. M0 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 86
Tablo 5.28. *M1* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 87
Tablo 5.29. M2 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 88
Tablo 5.30. M3 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 89
Tablo 5.31. M4 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 90
Tablo 5.32. M5 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri 91
Tablo 5.33. Tüm numuneler için element konsantrasyon değerleri 92
Tablo 5.34. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait H_v, E, Y ve $K_{ıc}$ değerleri . 94
Tablo 5.35. Meyer kanununa göre n_k ve ln_{A1k} değerleri 97
Tablo 5.36. PSR modeline göre H_{PSR}, α ve β *değerleri* 98
Tablo 5.37. Numunelere ait H_0, E_0, Y_0 *ve* $K_{ıc}$ değerleri 98
Tablo 5.38. MPSR modeline göre H_{MPSR}, W_{MPSR}, A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri 99
Tablo5.39. EPD modeline H_{EPD}, $A_{2,}$ *ve* d_e değerleri 101
Tablo 5.40. Hays-Kendall yaklaşımına göre A_{1HK}, W_{HK}, n_{HK} *ve* H_{HK} değerleri 102
Tablo 5.41. *PSR*, *MPSR*, *EPD* ve HK modelleri kullanılarak plato bölgesindeki yüke bağlı ve yükten bağımsız Vickers mikrosertlik değeri 103

1. GİRİŞ

1.1. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi

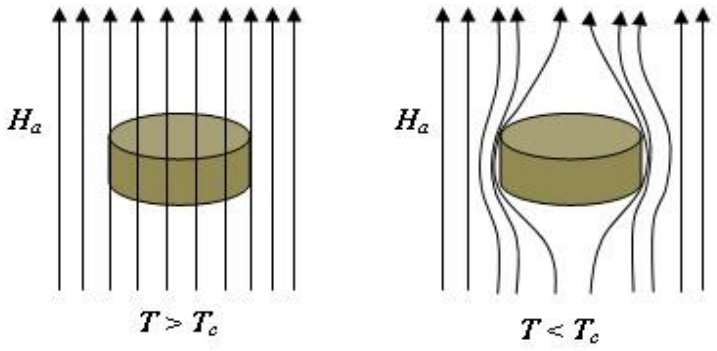
21. yüzyılda gelişen teknoloji ile birlikte elektrik enerjisine duyulan ihtiyaç her geçen gün daha da artmaktadır. İhtiyaç duyulan bu enerji, termik santrallerde fosil yakıtların (kömür, linyit, petrol vb.) yakılması ve hidroelektrik santrallerde suyun potansiyel enerjisinden yararlanılarak üretilmektedir. Ancak üretilen bu enerjiyi depolamak mümkün değildir. Santrallerde üretilen enerji kablolar yardımıyla şehirlere ulaştırılmaktadır. Bu süreçte elektrik enerjisinde kayıplar meydana gelmektedir. Bu kayıpların nedeni, elektrik akımı geçen iletkenin, elektrik akımına karşı gösterdiği dirençle açıklanabilir. Bu da iletkenin ısınmasına neden olmaktadır.

20. yüzyılın başlarında süperiletkenliğin keşfedilmesiyle beraber enerji akımında yeni bir dönem başlamıştır. 1908 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kammerling Onnes Leiden Üniversitesinde helyum gazını sıvılaştırmayı başarmıştır. Onnes 1911 yılında civa (Hg) çubuğunu helyum sıvısında soğutularak elektriksel direnci ölçerken 4.2 K'de direncin aniden sıfıra gittiğini gözledi. Onnes bu yeni keşfettiği duruma *süperiletkenlik* adını verdi. Süperiletkenliğin keşfinden sonraki yıllarda bazı metallerin, alaşımların veya bileşiklerin belli bir sıcaklıkta (düşük sıcaklıklarda) elektrik akımına karşı direnç göstermediği bulundu. Yani periyodik cetveldeki bulunan elementlerin birçoğu süperiletkenlik özelliği göstermektedir (Çınar, 2007; Ayaş, 2010).



Şekil 1.1. Hg'nın direncinin sıcaklığa bağlı grafiği

1933 yılında Walter Meissner ve Robert Oschenfeld tarafından, kritik geçiş sıcaklığının (T_c) altında soğutulan bir süperiletkeninin, manyetik alanı dışladığını gözlemlediler. Bu sıra dışı olay *Meissner etkisi* olarak adlandırılır.



Şekil 1.2. Normal ve süperiletken durum ait Meisser Etkisi

Süperiletken bir malzemeye uygulanan manyetik alan, kritik manyetik alan (H_c) değerine göre farklılık gösterir. Bu farklılıktan dolayı I. tip süperiletken ve II. Tip süperiletken olarak adlandırılır.

1935 yılında Heintz ve Fritz London kardeşler süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklamak için temeli Maxwell denklemlerine dayanan bir teori ileri sürdüler. London modeli adı verilen bu teoride "dışarıdan uygulanan manyetik akı bir süperiletkene nüfuz edebilir" şeklindeki ifadesi, Meissner etkisini ve manyetik akı'nın bir süperiletken içerisine ne kadar nüfuz edebileceğini gösterdiler ve süperiletkenliğin ilk karakteristik uzunluğu olan London nüfuz derinliği (λ_L) için bir ifade geliştirdiler.

1950 yılında V.L Ginzburg ve L.D. Landau (GL) süperiletkenlerin elektriksel davranışını açıklamak için kuantum mekaniğinden yararlanmışlardır. GL teorisi tüm süperiletken elektronların birbirileri ile uyumlu davranışını kanıtlamaktadır. London Modeli ile türetilen nüfuz derinliği GL teorisi ile tekrardan türetilmiş ve ayrıca süperiletkenlik için ikinci bir karakteristik uzunluk parametresi olan eş uyum uzunluğu (ξ) tanımlanmıştır (Zan, 2006; Yazıcı, 2010).

Süperiletkenliğin ilk mikroskobik teorisinin temeli 1957 yılında John. Bardeen, Leon. N. Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından ortaya atıldı. Bu teori, kurucularının soyadlarının baş harflerinin bir araya getirilmesiyle bilinen BCS teorisini olarak anılır. Teorinin esası, süperiletkenlerde yük taşıyıcılarının Cooper çiftleri olarak bilinen zıt momentumlu elektron çiftleri oluşturmasına dayanmaktadır. Yani iki elektron tek bir elektron gibi davranır. Bu elektronlara *Cooper çiftleri* denir. Cooper çiftlerinin süperiletken içinde elektron-örgü-elektron etkileşmesi oluşturur.

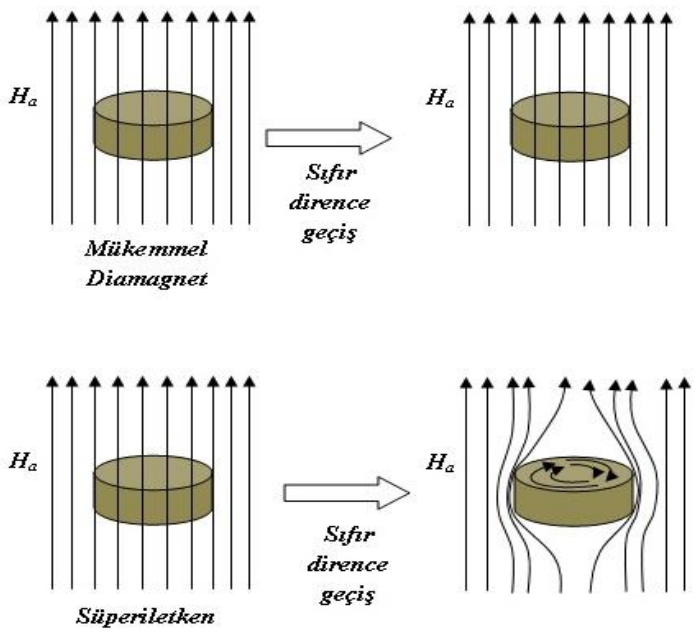
Yüksek sıcaklık süperiletkenleri olarak adlandırılan seramik süperiletkenleri 1975 yılında $Ba(Pb, Bi)O_3$ bileşiğinin 13 K'de süperiletkenlik göstermesi ile ilgi arttı (Akça, 2010).

Bednorz ve Müller tarafından 1986 yılında La-Ba-Cu-O sisteminin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı 35 K civarında olduğunu belirtmişlerdir (Bednorz and Müller, 1986). Bednorz ve Müller'in çalışmaları, yüksek sıcaklık süperiletkenler fiziğinin başlangıcı olmuştur. La-Ba-Cu-O bileşiğindeki *La (Lantan)* elementinin iyonik yarıçapından daha küçük *Y (İtiryum)* elementi ile yer değiştirmeleri sonucunda (YBCO-123), süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının yaklaşık olarak 92 K'de gözlemlemişlerdir (Wu et al., 1987). Soğutma sisteminde kullanılan sıvı helyumunu üretiminin pahalı ve zor olmasından dolayı yerine, sıcaklığı 77 K olan sıvı azot tercih edilmeye başlandı. Sıvı azotun sıcaklığından daha yüksek değerlerdeki sıcaklıklarda süperiletkenliğe geçen Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemi bulundu. Bu sistem Maede tarafından kritik geçiş sıcaklığını 110 K olarak bulundu (Maeda et al., 1988). Daha sonra araştırma grupları tarafından Tl-Ba-Ca-Cu-O bileşiğini kritik geçiş sıcaklığı 125 K civarında bildirdiler.
Günümüzde Hg-bazlı süperiletkenler ise en yüksek kritik sıcaklığa sahip olup 31 GPa basınç altında 164 K civarındadır (Gatt et al., 1988).

1.2. Meissner Olayı

Manyetik alanın süperiletkenler üzerine etkisi olduğu ortaya çıktı. 1933 yılında Meissner ve Oschenfield yaptıkları deneyde, süperiletken bir malzemeye kritik (T_c) sıcaklığının altında manyetik alan uygulanması durumunda süperiletken, uygulanan

manyetik alanı dışarı atar. Bunun sonucunda mükemmel bir diamagnet gibi davrandığını gözlemlemişlerdir.



Şekil 1.3. İdeal iletken ve süperiletken malzemelerin manyetik alan karşısındaki davranışı

Manyetik alan altında ideal iletken ile süperiletken malzeme karşılaştırıldığında manyetik alanı dışarlama prensipleri farklıdır. İdeal iletkende sadece kritik sıcaklık değerinin altına inildikten sonra manyetik alanın uygulanması sonucunda manyetik alanı dışarı atar. Ancak yüksek sıcaklıkta ideal iletken içinden manyetik alan geçiyorsa kritik sıcaklığında soğutulsa bile o manyetik alanı dışlamaz. Fakat süperiletkende kritik sıcaklık (T_c) değerinin altına inilirse manyetik alan içeri girmesine müsaade etmez. Yani uygulanan manyetik alanı dışarı atar ($\dot{B}$=0). Süperiletken bir malzeme içersinde manyetik alan sıfırdır.

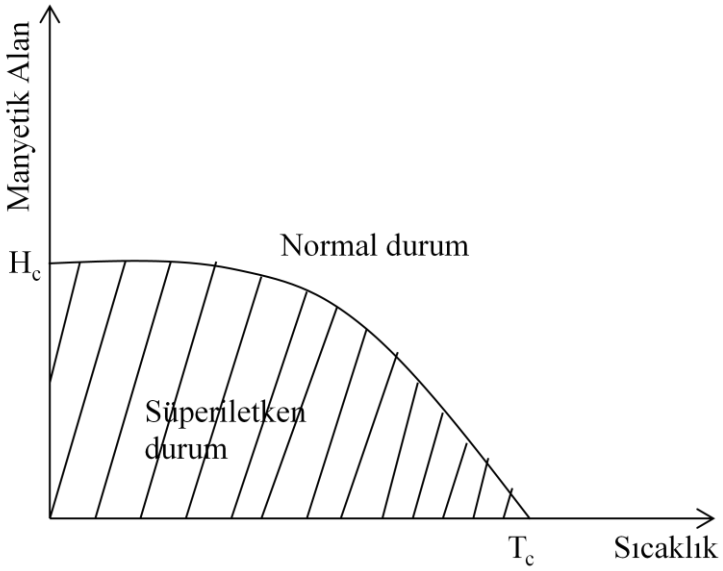
1.3. Kritik Manyetik Alan (H_c)

Süperiletkenliğin temel prensiplerinden biride kritik manyetik alandır. Süperiletken durumda malzemeye dış bir manyetik alan uygulandığında, manyetik alanın belirli bir değerine kadar malzeme süperiletkenliğini korurken yeteri kadar güçlü bir manyetik alan uygulandığında süperiletkenliği yok edebilir ve normal direnç tekrar

ortaya çıkabilir. Süperiletkenliği bozan ve sıcaklığın bir fonksiyonu olan bu alan kritik manyetik alan (H_c) olarak tanımlanır.
Kritik manyetik alan- sıcaklık bağıntısı,

$$H_c(T) = H_0(0)\left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2\right] \quad (1.1)$$

şeklinde verilmiştir.

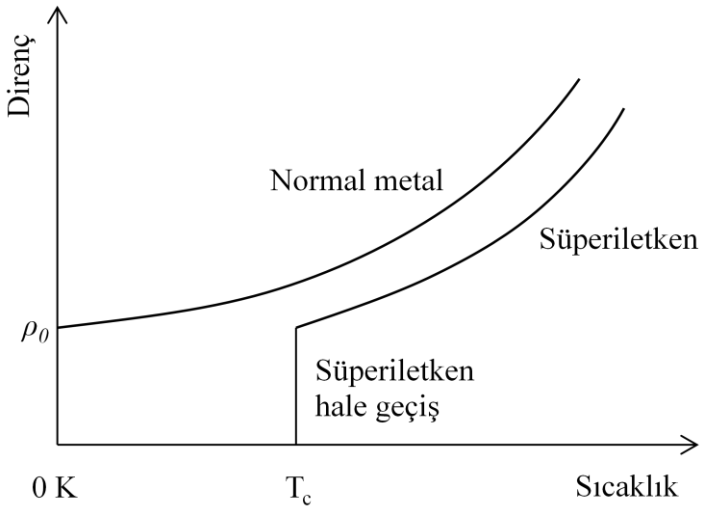


Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi

Dış manyetik alan altında bulunan malzemenin kritik sıcaklığı, manyetik alanın artması ile azalmaktadır. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi Şekil 1.4'de verilmektedir.

1.4. Kritik Sıcaklık (T_c)

Süperiletkenliğin temel prensiplerinden biri olup, kritik sıcaklık veya geçiş sıcaklığı olarak da adlandırılır. Kritik sıcaklık (T_c); element, alaşım ve bileşik içeren malzemelerin belirli bir sıcaklık değerinin altına kadar soğutulduğunda elektrik akımına karşı direncinin sıfır olmasıdır. Süperiletken malzeme kritik sıcaklık (T_c) değerin üzerinde normal metal durumunda, altında ise süperiletken olarak davranır.



Şekil 1.5. Normal metal ile süperiletken malzemenin sıcaklığa bağlı olarak direnç değişimi

1.5. Ginzburg – Landau Parametresi

Süperiletkenliğin ilk kuantum teorisini ortaya atan Ginzburg ve Landau göre bu teori, manyetik alanın yokluğunda normal duruma göre daha düzenli bir durum olan süperiletkenlik fazına geçişin ikinci dereceden bir faz dönüşümü olduğunu söylemişlerdir. Kuantum teorisinde süperiletken malzemenin kritik sıcaklığına çok yakın sıcaklıklarda geçerlidir. Bir süperiletken malzeme için düzen parametresi, kritik sıcaklık değerinin (T_c) yakınlarında çok küçük olduğu söylenir.

Ginzburg –Landau, sıcaklığa bağımlı nüfuz derinliğinin (λ) yanı sıra yine sıcaklığa bağımlı olan eş uyum uzunluğunu (ξ) teorik olarak elde etmişlerdir. Ginzburg-Landau parametresi olarak bilinen κ bu iki uzunluğun oranıdır. (Bu oran: $\kappa = \lambda / \xi$ şeklindedir). κ değerinin bilinmesi, malzemenin süperiletken tipinin belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Bu durum şu şekilde açıklanabilir: normal ve süperiletken bölgeler arasındaki sınırda geçiş aniden olmaz. Akı, süperiletken malzemenin yüzeyden bir miktar "nüfuz derinliği kadar" girebilmektedir. Ayrıca bu sınırda κ değeri 1'den çok küçük olması durumunda pozitif yüzey enerjisine sahip olur ve I. Tip süperiletkenlik olarak adlandırılır. κ değeri 1'den çok büyük olması durumunda negatif yüzey enerjisine sahip olur ve II. Tip süperiletkenlik olarak adlandırılır.

1.6. Nüfuz Derinliği (λ)

Süperiletken bir malzemeye dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında malzeme, içindeki manyetik alanı yok etmek için yüzeyinde perdeleme akımı oluşturur. Oluşturulan bu akımlar malzemenin tam yüzeyinden akmazlar ve yüzey kalınlığı yaklaşık olarak 10^{-5}-10^{-6} cm arasında ince bir yüzey tabakası içinde akarlar. Perdeleme akımları, bu kalınlık içinde azalarak yok olur. Bu durum Şekil 1.6'da gösterilmiştir. Malzeme içindeki perdeleme akımların aktığı derinliğe *nüfuz etme derinliği* denir. Nüfuz etme derinliği λ ile gösterilir.
Nüfuz etme derinliğinin, uygulanan manyetik alan bağlantısı;

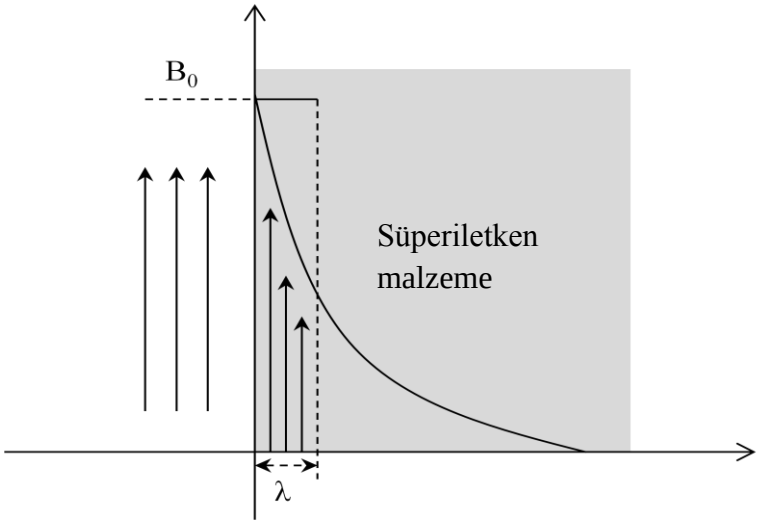
$$B_x = B_0\, e^{-x/\lambda} \tag{1.2}$$

şeklinde verilmiştir. *x*, numune yüzeyinden içe doğru uzaklık ve B_0 metal yüzeyindeki akı yoğunluğudur. Denklem (1.2)'de görüldüğü gibi manyetik akı yoğunluğu malzemenin içine nüfuz ettikçe üstel olarak azalarak sıfıra gitmektedir. Böylece malzeme içinde $\dot{B}=0$ olduğundan dolayı mükemmel diamagnetik özelliği kazanır.

Nüfuz etme derinliği, malzemenin cinsine, saflığa ve sıcaklığa bağlıdır. Ayrıca saflık miktarı artıkça nüfuz etme derinliği artar. Metalden metale değişen λ_0 karakteristik değere sahiptir.
Nüfuz etme derinliği ile sıcaklık arasındaki bağlantı;

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2\right]^{-1/2} \tag{1.3}$$

denklemi ile verilir. Nüfuz etme derinliği, düşük sıcaklıklarda neredeyse sıcaklıktan bağımsız olup sıcaklık T_c'ye doğru yaklaştıkça sonsuza doğru ulaşacağı görülebilmektedir



Şekil 1.6. Uygulanan manyetik alanın süperiletken numune içine sızması

$T = T_c$ durumunda uygulanan manyetik alanın malzemeye kayıpsız olarak girebileceği anlamına gelir. $T \geq T_c$ olduğunda ise süperiletken malzeme normal duruma geçer.

Tablo1.1. *Bazı süperiletkenler için nüfuz etme derinlikleri*

Element ve Bileşik	$\boldsymbol{\lambda(0)}$ *Å*
Hg	380-450
Al	500
YBaCuO	250-1250
MgB_2	250-1400

1.7. Eş Uyum Uzunluğu (ξ)

Süperiletkenliğin önemli özelliğinden biride eş uyum uzunluğudur (ξ). Eş uyum uzunluğunun temeli kuantum mekaniğine dayanmaktadır. Eş uyum uzunluğu süperiletken içinde konuma bağlı bir manyetik alan olduğunda elektron yoğunluğunun yaklaşık olarak sabit kaldığı uzunluktur (Düz, 2008). Eş uyum uzunluğu ile ilgili literatürde birçok tanımla karşılaşmak mümkündür. Bunlardan bazıları:

- Süperiletken, kendi içindeki hareketlilikten ötürü, (süperiletkenliği bozulmamakla birlikte) normal hal ile süperiletken hal arasında hafif

dalgalanmalar yaşayan bir sistemdir. Eş uyum uzunluğu da bu termodinamik dalgalanmaların ölçeği olarak ifade edilebilir (Hacıömeroğlu, 2005).

- Eş uyum uzunluğu, Cooper çiftlerinin korelasyonlarını koruyabildikleri yani bağlı kalabildikleri uzunluğa denir (Karakaya, 2006).
- Eş uyum uzunluğu, konuma bağlı manyetik alanda önemli bir ölçüde değişmeyen enerji band aralığının bir ölçüsüdür. Yani, normal ve süperiletken fazlar arasındaki bir ara seviyenin minimum genişliğinin bir ölçüsüdür.

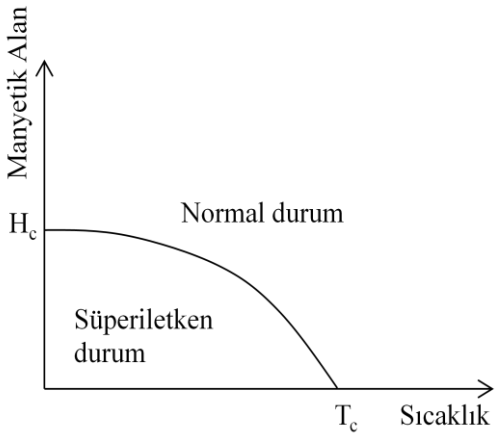
Eş uyum uzunluğu süperiletken de Cooper çiftlerinin normal bir metaldeki bir elektronun ortalama serbest yoluna benzer şekilde rol oynayacağı düşünülür. Eş uyum uzunluğu metalin safsızlık derecesine bağlıdır. Eş uyum uzunluğu **(**ξ) ile ortalama serbest yol (l) arasındaki bağlantısı;

$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{l} \tag{1.4}$$

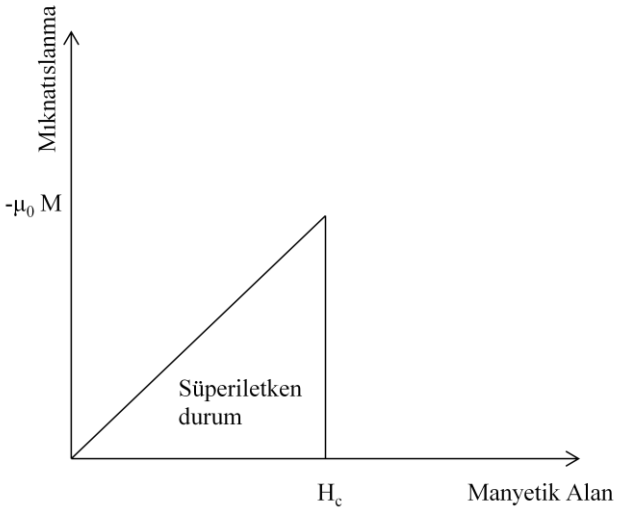
şeklinde olur. ξ_0, saf malzemenin eş uyum uzunluğudur. $\xi_0 > l$ ise malzemenin saflık derecesini yüksek olduğunu gösterir. Ayrıca elektronların daha az saçılarak hareket edeceğinden iyi bir süperiletken olarak tanımlanabilir. $\xi_0 < l$ ise malzemede safsızlıkların ve kusurların fazla olduğundan dolayı örgü içinde elektronların daha fazla saçılacağından süperiletkenliğin olumsuz yönde etkiler.

1.8. I.Tip Süperiletkenler

Bir süperiletken de $\kappa \ll 1$ değerleri pozitif yüzey enerjisine sahip ise I. Tip süperiletken olarak adlandırılır. κ değeri dışında I. Tip süperiletkenliği belirleyen bir diğer özellikte Meissner olaydır. Birçok saf metal I.tip süperiletkenlik özelliği gösterir.



Şekil 1.7. I.Tip süperiletkenlere ait manyetik alan- sıcaklık grafiği



Şekil 1.8 I.Tip süperiletkenlere ait mıknatıslanma grafiği

Bir saf metale dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında malzemenin kritik sıcaklığına kadar soğutulursa, manyetik alan kritik sıcaklık değerine kadar numunenin içine nüfuz eder ancak kritik sıcaklık değerinin altında ise manyetik alanı dışarı atılır. Manyetik alan artıkça kritik sıcaklık değeri azalmaktadır.
Kritik sıcaklığın manyetik alan ilişkisi,

$$H_c(T) = H_0(0)\left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2\right] \tag{1.5}$$

şeklinde tanımlanır. Burada H_0 mutlak sıfırdaki kritik manyetik alan ve T_c kritik sıcaklıktır.

I. Tip süperiletkenlerde uygulanan manyetik alan (H), kritik manyetik alan değeri H_c'den $(H < H_c)$ küçük olduğunda manyetik alan, malzeme içine nüfuz edemez. Yani süperiletken malzeme içinde manyetik alan sıfırdır ($\dot{B}=0$). $H > H_c$ ise manyetik alan süperiletken malzemenin içine nüfuz eder ve süperiletkenlik bozulduğundan dolayı normal metal haline gelir.

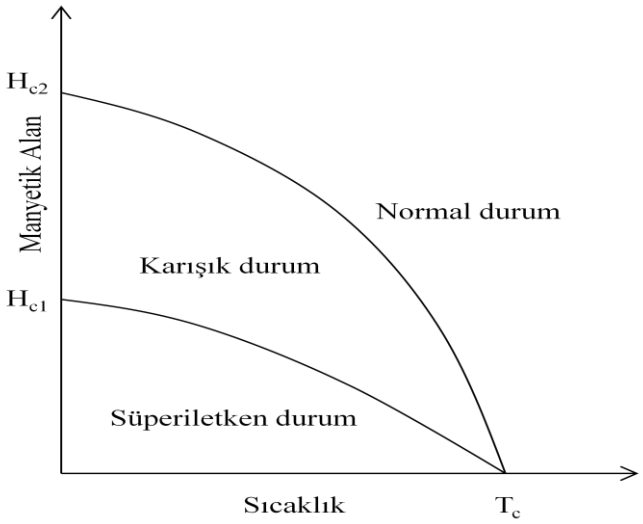
Tablo 1.2. *Bazı I. Tip süperiletkenlere ait kritik sıcaklık ve manyetik alan değerleri*

I.Tip Süperiletken	$\boldsymbol{T_c(K)}$	$\boldsymbol{H_c(0)}$ ***(Tesla)***
Al	1.196	0.0105
Hg	4.153	0.0058
Nb	9.26	0.1991
Ta	4.47	0.0829
Sn	3.722	0.0305
Zn	0.85	0.0054

1.9. II. Tip Süperiletkenler

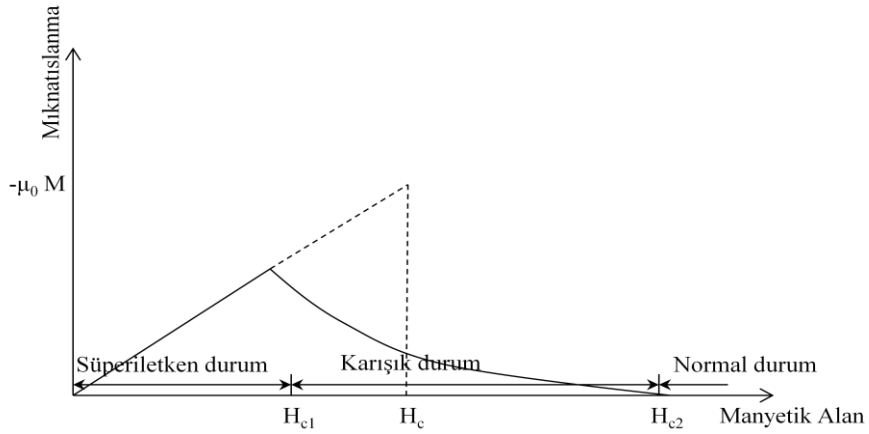
Bir süperiletken de $\kappa \gg 1$ değerleri negatif yüzey enerjisine sahip ise II. Tip süperiletken olarak adlandırılır. II. Tip süperiletkenler ise alaşımlar, geçiş metalleri ve kimyasal bileşiklerden oluşmaktadır. II. Tip süperiletkenlerin I. Tip süperiletkenlerden ayıran en önemli özelliği Meissner etkisidir.

II. tip süperiletkenlerin özelliğinden dolayı dışarıdan uygulanan manyetik alana karşı alt kritik alan (H_{c1}) ve üst kritik alan (H_{c2}) değeri oluşturmaktadırlar. Şekil 1.9'da görüldüğü gibi süperiletken malzemeye uygulanan manyetik alan alt kritik alan (H_{c1}) değerinden küçük ise I. Tip süperiletken davranışı gösterir. Yani malzeme içine manyetik alanın girmesine izin vermez ve $\dot{B}$=0 olur.



Şekil 1.9. II. Tip süperiletkenlere ait manyetik alan- sıcaklık grafiği

Uygulan manyetik alan değeri alt kritik alan değerinin (H_{c1}) üzerinde ve üst kritik alan değerinin (H_{c2}) altında ise malzeme süperiletkenliğini korur. Ancak bu durumda malzeme sıfır direnç özelliği göstermekte ve bir miktar manyetik akı malzeme içine nüfuz eder. Bu iki özelliğin aynı anda bulunmasına *karışık (vorteks) hal* olarak adlandırılır. Manyetik alan üst kritik alan değerinin üzerinde ise malzemenin süperiletkenliği bozulur ve manyetik alan malzemenin içine tamamen nüfuz eder.



Şekil 1.10. II. tip süperiletkenlere ait mıknatıslanma eğrisi

II. tip süperiletkenlerin kritik manyetik alan değerinin yüksek olması nedeniyle teknolojide kullanılabilirlik açısından önemli bir yere sahiptir. Kritik manyetik alan değerindeki değişim (ΔT_c) fazla olmasından dolayı mıknatıs yapımında yaygın olarak kullanılmaktadır.

Tablo 1.3. *Bazı II. Tip süperiletkenlere ait kritik sıcaklık ve manyetik alan değerleri*

II. Tip Süperiletken	$T_c(K)$	$H_{c2}(0)$ ***(Tesla)***
Nb_3Ge	23	38
NbTi	9.3	15
Nb_3Al	18.7	32.4
NbN	15.7	15.3
PbMoS	14.4	60

1.10 Aktivasyon Enerjisi

Doğadaki bütün tepkimeleri başlatabilmek için dışarıdan ısı alan veya ısı veren bir uyarılma enerjisine ihtiyaç duyulmaktadır. Enerji alan yarı kararlı durumdaki bir atom enerjisini yükselterek daha kararlı bir duruma geçer ya da yüksek enerjiye sahip ve yarı kararlı durumdaki atom enerjisini vererek daha kararlı bir duruma geçebilir. Bu aradaki enerji farkına aktivasyon enerjisi denir. Başka bir değişle reaksiyona giren maddelerin, atomları arasındaki çarpışmaları hızlandırarak iç enerjilerinin artması sonucunda mevcut bağların koparılması ve yeni bağların oluşması için gerekli olan enerjidir.

Aktivasyon enerjisini etkileyen etmenlerin başında sıcaklık gelmektedir. Çünkü sıcaklık, tepkimeye giren atomların kinetik enerjisini etkilemektedir. Yüksek sıcaklıklarda tepkimeye giren atomların çarpışma sayılarının artması ile kinetik enerjileri artar, düşük sıcaklılarda ise çarpışma sayıların daha az olduğundan dolayı kinetik enerjileri daha azdır.

Aktivasyon enerjini hesaplamak için Arhenius denklemi kullanıldı. Bu bağıntı

$$\rho = \rho_0 e^{(-\frac{U_0}{k_B T})} \tag{1.6}$$

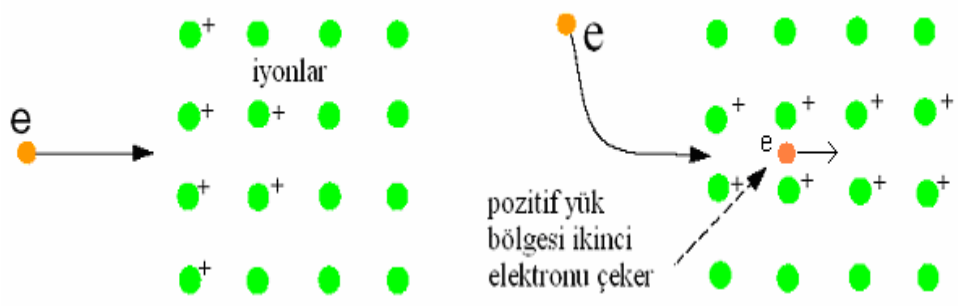
bağıntıda U_0: aktivasyon enerjisi, ρ: T sıcaklığındaki özdirenç, ρ_0: ilk sıcaklıktaki

özdirenç ve k_B: Boltzman sabitidir. Arhenius denklemini kullanabilmek için R-T analizleri sonucu elde edilen $ln\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right) - T$ grafiğinin eğiminden aktivasyon enerjisi hesaplandı.

1.11. BCS Teorisi

Süperiletkenliğin keşfedilmesinden sonra fiziksel mekanizmasını açıklamak için birçok fenomen (anlaşılması güç dinamik olaylar) ortaya sürülmüştür. Ancak 1957 yılında süperiletkenliğin ilk mikroskobik kuantum teorisi; John **B**ardeen, Leon **C**ooper ve John **S**chriffer tarafından ***BCS*** teorisi olarak açıklanmıştır.

BCS teorisinden önce iletkenlerde direnç, elektronların; safsızlıklar ve örgü kusurlarından saçılmaları sonucunda oluşmaktadır. Fakat süperiletkenlerde elektronların örgü içinde nasıl bir yol izlediğini klasik modelle açıklanamamıştır. BCS teorisinin ana fikri elektronların örgü ile etkileşimi sonucunda Cooper çiftlerinin oluşmasıdır. Bu etkileşim sonucunda örgüde, elektronların geçtiği yerlerde deformasyon meydana gelmektedir. Elektron, pozitif örgü iyonları arasından geçerken elektron ile örgü arasında Coulomb etkileşmesi olur. Bu etkileşme ile birlikte örgüde kısa süreliğine deformasyon meydana gelir. Bu deformasyon sonucunda örgü, elektronun bulunduğu bölgenin pozitif yük kazanmasına yol açar. Daha sonra örgü eski haline dönmeden önce ikinci bir elektron pozitif yük yoğunluğu artmış bu bölgeden geçerken Coulomb etkileşmesinden dolayı pozitif yüklü bölgeye doğru çekilir ve iki elektronun arasında etkileşim meydana gelir. Bu etkileşim sonucunda oluşan elektron çiftine Cooper çifti denir. Ayrıca Cooper çifti, elektron-örgü-elektron etkileşmesi olarak da bilinir.



Şekil 1.11. Elektron-örgü-elektron etkileşmesi (Karakaya, 2006)

BCS Teorisi süperiletkenliğin düşük sıcaklıklarda, sıfır direnç ve akı dışarlanması gibi belirli özellikleri açıklamasında başarılı olmuştur. BCS teorisinin önemli özellikleri:

1-) Akı kuantumlaşması deneyleri, süperiletkenlik sürecinde Cooper çiftlerine benzer yük taşıyıcı çiftlerin rol aldığını göstermektedir.

2-) Cooper çiftleri arasındaki Coulomb etkileşmesi; taban durum enerjisini, uyarılmış durum enerjisinden ayıran bir enerji aralığı oluşturur. Termal (ısısal) özellikler, kritik alan ve elektromanyetik özelliklerin büyük bir kısmı enerji aralığının sonuçlarıdır.

3-) Eş uyum uzunluğu ve sızma derinliği BCS teorisinin sonuçları olarak bildirilmiştir. London denklemi uzayda çok yavaş değişen manyetik alanlar için elde edilirken süperiletkenlerde ise Meissner olayı doğal yolla elde edilmiştir (Zan, 2006).

4-) Özgül ısıda T = T_c' de gözlenen süreksizlik BCS Teorisi'nin öngörüsüne benzemektedir.

1.12. Kritik Akım Yoğunluğu (J_c)

Süperiletkenliğin bozulmasına neden olan faktörlerden biri de dc elektrik akımdır. Bir süperiletkende akımın dirençle karşılaştığı andaki büyüklük *kritik akım yoğunluğu* (J_c) olarak adlandırılır. Kritik akım, süperiletken malzemenin taşıyabileceği maksimum akımdır. Süperiletken malzemeye kritik akımın (J_c) değerinin üzerinde akım uygulandığında, süperiletkenlikten sorumlu olan Cooper çiftlerinin bozulmasına neden olacaktır. Ayrıca kritik akımı etkileyen önemli parametrelerden bazıları ise kritik manyetik alan (H_c) ve kritik sıcaklıktır (T_c).

Tablo1.4. *Bazı malzemelerin kritik akım yoğunlukları (J_c (A/mm^2))*

Numuneler	***Kritik akım yoğunluğu (A/mm^2)***
Cu	3-5 (300 K)-30 (77 K)
NbTi	5000 (4.2 K, 1 T)
MgB2	230 (25 K, 3 T)
Bi2223	350 (20 K, 3 T)
ReBCO (Re=Y, Nd, Sm, Yb…) ince film	500 (77 K, 3 T)
Y123	150 (77 K, 3 T)

2. YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ

1986 yılından önce süperiletkenlerin kritik sıcaklığı en fazla 20 K civarında olduğu bulunmuştur. 1986 yılında Georg Bednorz ve Alex Müller tarafından geleneksel süperiletkenlerden farklı olan Cu-O düzlemi içeren oksit ve seramik malzemelere *yüksek sıcaklık süperiletkenliği* olarak adlandırdılar. Deneyler sonucunda George Bednorz ve Alex Müller tarafından kritik sıcaklığı 30K civarında olan süperiletkenler ürettiler. Bu yıllarda birçok deneysel çalışma sonucunda bulunan La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O gibi süperiletkenler üretilmiştir. Süperiletkenleri soğutmak için sıvı helyum kullanılmaktır. Ancak helyumun sıvılaştırılması pahalı ve zor bir süreçtir. Fakat yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfedilmesiyle beraber soğutma sistemlerinde kullanılan sıvı helyum yerine sıvı azotun kullanılmıştır ve böylece maliyet düşmüştür.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri seramik yapılı malzemeler olduğundan dolayı kırılgan ve serttir. Bundan dolayı teknolojide kullanılması açısından sorunlar yaşanmaktadır. Bilim adamları süperiletkenlerin, fiziksel özelliklerini iyileştirme ve oda sıcaklığında süperiletken üretmek için çalışmaktadırlar.

Günümüzde ise yüksek sıcaklık süperiletkenleri, kritik sıcaklık, örgü parametreleri ve kristal yapılarına göre beş grupta incelenmektedir. Bunlar;
LBCO, YBCO, BSCCO, TBCCO ve HBCCO oksit bileşikleri olarak adlandırılmaktadır.

2.1. La-Ba-Cu-O (LBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları

İlk yüksek sıcaklık süperiletkeni La-Ba-Cu-O (LBCO) bileşiğidir. 1986 yılında Bednorz ve Müller tarafından bulunmuştur. Kritik sıcaklığı 35 K civarındadır. Genel formülü $La_{2-n}Ba_nCuO_{4-y}$ şeklinde verilmektedir. Genel formülde bulunan baryum elementi yerine stronsiyum veya kalsiyum yerleştirildiğinde baryum ile eş değer özellikler sergilediği gözlenmiştir. Bileşiğin kristal örgü parametreleri a =b=3.787 Å ve c = 13.288 Å'dur ve tetragonal yapıdadır (Bednorz ve Müller, 1986).

2.2. Y-Ba-Cu-O (YBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları

Genel formülü $YBa_2Cu_3O_{7-n}$ şeklinde verilmektedir. *n*'e bağlı olarak oksijen değeri değişmektedir. YBCO süperiletken malzemeleri 1-2-3 malzemeleri şeklinde de adlandırılır. Bileşiğin yapısındaki oksijen bağlı olarak fiziksel ve yapısal özellikleri açısından farklılık göstermektedir. Bu farklılıklar *n*' nin iki farklı değerinde belirgin olarak görülmektedir. $n = 0$ için $YBa_2Cu_3O_7$ bileşiğinin kritik sıcaklığı 92 K'dir.

Kristal yapısı ortorombik ve düzenli zincir yapıya sahiptir. Fakat $n=1$ için $YBa_2Cu_3O_6$ bileşiğinin kritik sıcaklığı yaklaşık olarak 60 K'dır. Kristal yapısı tetragonal ve zincir yapı göstermemektedir. YBCO bileşiğindeki Yitriyum (Y) elementi, lantanit grubundan olan Europyum (Eu) ve Gadolinyum (Gd) gibi elementlerle yer değiştirebilmektedir.

2.3. Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları

1986 yılında bakır- oksit tabakalı yüksek sıcaklık süperiletkenlerin keşfedilmesinden sonra 1987 yılında Michel ve arkadaşlar tarafından Bi-Sr-Cu-O sisteminin buldular. Bu buluş bizmut tabanlı süperiletkenlerin temelini oluşturmaktadır. Daha sonra Bi-Sr-Cu-O sisteme *Ca* ilave ederek geçiş sıcaklığını yaklaşık olarak 20 K' den 110 K'e yükseltmişlerdi (Tarascon et al., 1988). Genel formülü $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ şeklindedir. Burada *n*, bakır-oksit (*Cu-O*) tabakaların sayısı belirler ve *n* değerine bağlı olarak üç faklı kimyasal bileşik oluşturur. *n* bağlı olarak bakır-oksit tabakalarının sayısı artmasıyla birlikte kritik sıcaklık değeri de artmaktadır.

BSCCO bileşiğinin genel formülü incelendiğinde *Bi* ve *Sr* sayılarının aynı olduğu ancak *Ca* ve CuO_2 düzlemelerinin sayısının farklı olduğu görülmektedir. BSCCO bileşiğinin genel yapısı itibariyle tek faz olarak üretilmesi zor olmasıdır.

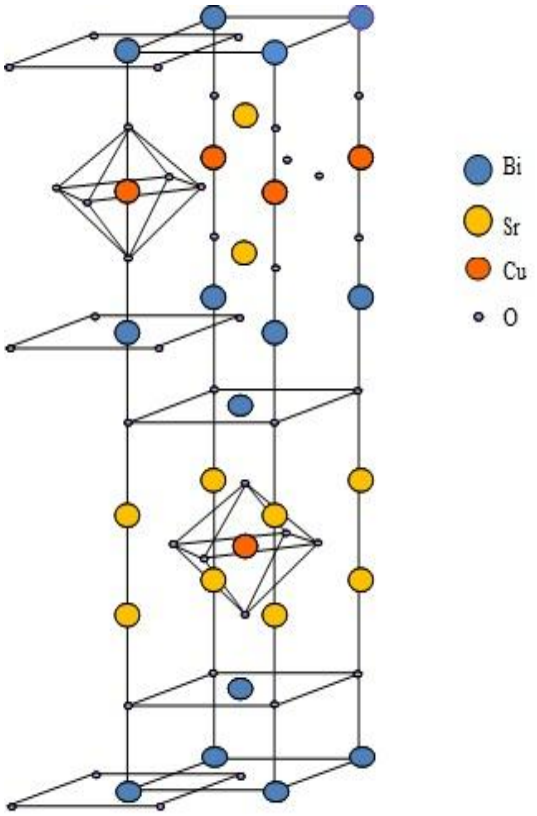
Tablo 2.1. *BSCCO süperiletkenin CuO_2 sayısına göre faz oluşumu*

***n* (Birim hücredeki CuO_2 sayısı)**	***Bileşik adı***	***Faz adı***	***Kritik sıcaklık değeri (T_c)***
1	$Bi_2Sr_2CuO_6$	Bi-2201	~20K
2	$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$	Bi-2212	85K
3	$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	Bi-2223	110K

2.3.1. $Bi_2Sr_2CuO_6$ (n= 1) Bileşiğinin Kristal Yapısı

$Bi_2Sr_2CuO_6$ yapısı kısaca Bi-2201 fazı olarak adlandırılır ve BSCCO ailesinde tek *Ca* atomunu içeremeyen sistemdir. Bu fazın kristal yapısı tetragonaldir (örgü parametrelerin $a = b \neq c$ şeklindedir). 2201 fazının birim hücresinde iki tane *Bi-O* düzlemi vardır. Bu düzlemler arasında *Sr-O* düzlemleri ve ortada *Cu-O* düzlemi yer alır. Şekil 2.1'de görülmektedir. Birim hücrenin orijine göre (1/2 1/2 z) kayma şeklinde istiflenmektedir. Bu istif sırası [$(BiO)_2$ - SrO CuO_2 - SrO - $(BiO)_2$] şeklindedir. *Sr* atomunun, komşu dokuz oksijen atomu vardır. *Cu* atomunun oksijen atomuna göre koordinasyonu oktahedraldir.

Bi-2201 fazının örgü parametreleri a=b=5.4 Å ve c=24.4 Å birmi hücre boyutlarına sahip hacim merkezli tetragonal ya da a=b=3.9 Å ve c=24.4 Å birim hücre boyutlarına sahip bozunmuş ortorombik simetride olduğu ileri sürülmektedir (Zan, 2006). X-ışını kırınımı desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri 2θ = 7.2^o (002) ve 2θ = 21.9^o (006) açılarında görülen piklerdir. Bi-2201 fazının kritik sıcaklığı yaklaşık olarak 20 K bulunmuştur (Demirdiş, 2008; Boğaz, 2006).



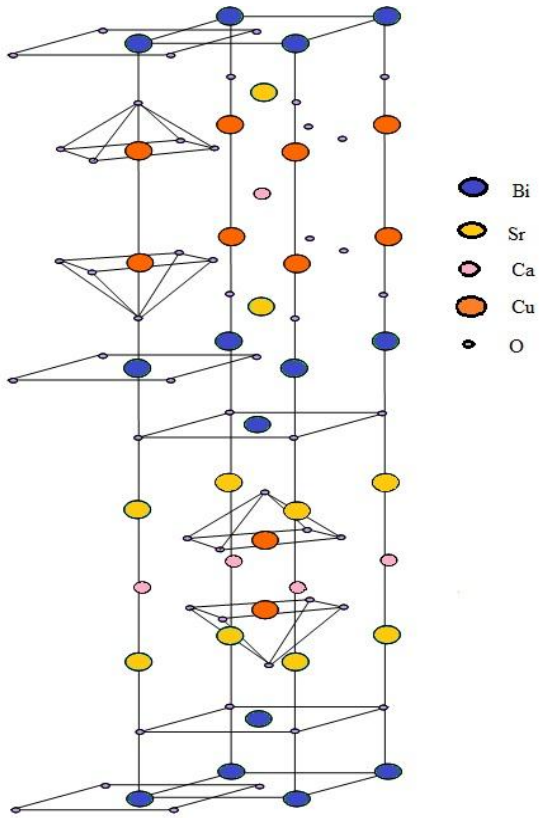
Şekil 2.1. $Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiğinin kristal yapısı

2.3.2. $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (n= 2) Bileşiğinin Kristal Yapısı

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ yapısı kısaca Bi-2212 fazı olarak adlandırılır. Bu 2212 fazı, 2201 fazına *Ca* elementinin katkılanması sonucunda elde edilmiştir. Bu fazın kristal yapısı tetragonaldir. 2212 fazının, 2201 fazından farkı *Ca* elementinin katkılanması sonucundan *CuO* düzlemleri arasına *Ca* düzleminin bulunmasıdır.

Şekil 2.2' de görüldüğü gibi 2212 fazının birim hücresinde iki tane *Cu-O, Sr-O, Bi-O* düzlemleri ve bir tane *Ca* düzlemi yer almaktadır. Bu fazın birim hücresinde *Bi-O* düzlemleri arasında *Sr-O* düzlemleri ve ortada *Cu-O* düzlemi yer alır ve *Cu-O* düzleminin merkezinde *Ca* düzlemi vardır. Bu fazın birim hücrelerinde Bi-2201 fazında olduğu gibi orijine göre (1/2 1/2 z) kaymasıyla istiflenmiştir. Bu istif sırası [$(BiO)_2$ - SrO -CuO_2 – Ca - CuO_2 - SrO -$(BiO)_2$] şeklindedir. *Cu* atomu beş oksijen atomuyla çevrelenmiş kare piramit yapıdadır. Örgü parametreleri *a*= *b*= 5.4 Å ve *c*= 30.7 Å dur. X-ışını kırınımı deseninin karakteristik pikleri 2θ= 5.7^o (002), 2θ=23.2^o

(008), $2\theta=27.5^{o}$ (115) derecelerindedir. Geçiş sıcaklığı yaklaşık 85 K olarak bulunmuştur (Boğaz, 2006; Zan, 2006).

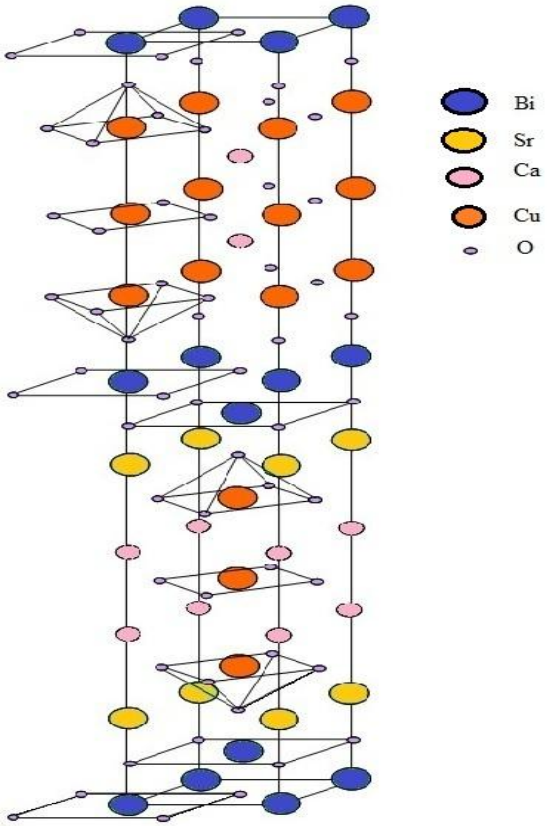


Şekil 2.2. $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiğinin kristal yapısı

2.3.3. $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (n= 3) Bileşiğinin Kristal Yapısı

$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ yapısı kısaca Bi-2223 fazı olarak adlandırılır. BSCCO ailesi içerside Bi-2223 fazı kritik sıcaklığı ($T_c=110\ K$) en yüksek olan fazdır. Şekil 2.3'de görüldüğü gibi *SrO* düzlemleri arasına istiflenmiş üç tane CuO_2 düzlemleri bulunmaktadır. Ayrıca CuO_2 düzlemleri arasında da *Ca* düzlemi olduğu görülmektedir. *Sr-O* düzlemleri ile oksijen içermeyen *Ca* düzlemi arasında yer alan *Cu* atomları oksijen atomlarıyla piramit yapıda bağlanmıştır. *Cu* atomları ise etrafında bulunan dört oksijen atomuyla kare şeklinde bağlanmıştır. Bi-2223 fazının oluşturan düzlemlerin istif sırası [$(BiO)_2$ - SrO - CuO_2 - Ca - CuO_2 - Ca - CuO_2 - SrO -$(BiO)_2$] şeklindedir.

Bi-2223 fazının tetragonal yapıdadır ve kristal örgü parametreleri $a=b$=5.396 Å ve c=37.180Å dur. Karakteristik pikleri 2θ=4.7° (002), 2θ=23.9° (0010), 2θ=28.8° (0012) ve 2θ =33.8° (0016) değerinde gözlenmiştir (Koyama et al.,1988).



Şekil 2.3. $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ bileşiğinin kristal yapısı

2.4. Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları

BSCCO süperiletken ailesinin keşfinden sonra 1988 yılında Sheng ve Herman tarafından geçiş sıcaklığı 107 K de gözlenen Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemini bulmuşlardır. Genel formülü $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ şeklindedir. $n=3$ için $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$ şeklindeki bileşiğin, bakır- oksit ailesi içersinde kritik sıcaklılığı en yüksek olan süperiletkendir. Bu bileşiğin kritik sıcaklığı (T_c) değeri 125 K'dir. Bu sistem n = 1, 2 ve 3 olmak üzere üç farklı sınıfta incelenmiştir.

Tablo 2.2. *TBCCO süperiletkenin CuO_2 sayısına göre faz oluşumu*

***n* (Birim hücredeki CuO_2 sayısı)**	***Bileşik adı***	***Faz adı***	***Kritik sıcaklık değeri(T_c)***
1	$Tl_2Ba_2CuO_6$	2021	80 K
2	$Tl_2Ba_2CaCu_2O_8$	2122	110 K
3	$Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$	2223	125 K

Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemi ile Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemi aynı kristal yapıya sahiptir. Fakat süperiletkenlik özellikleri farklı davranışlar sergilerler.

2.5. Hg-Ba-Ca-Cu-O (HBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları

Civa içeren ilk süperiletken malzeme 1993 yılında S. N. Putilin ve arkadaşları tarafından keşfedilmiştir. Genel formülü $Hg_mBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+\delta}$ şeklindedir. m=0, 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 farklı değerde fazlar içermektedir. Tek bir bakır-oksit düzlemi içerir. Hg-1201 fazının geçiş sıcaklığı 94 K olarak bulunmuştur (Putilin vd., 1993).

Hg bazlı süperiletken ailesinin kristal yapıları BSCCO ve TBCCO süperiletken aileleri ile büyük benzerlik göstermektedir. BSCCO ve TBCCO'da olduğu gibi *Cu-O* düzlem sayısının artmasıyla kritik sıcaklık artmaktadır. Bütün fazlar tetragonal simetriye sahip olup bunlardan bazılarının kristal parametreleri m=1 ve n=*1* için a=b=3.8755 Å ve c=9.4952 Å, n=*2* fazı için a=b=3.8601 Å ve c=12.725 Å ve n=3 fazı için a=b=3.888Å ve c=16.102 Å olarak belirlenmiştir (Yazıcı, 2010).

Günümüzde ise yapılan basınç uygulamaları ile kritik sıcaklık 166 K' e kadar yükseltilebilmiştir.

3. LİTERATÜR ÖZETİ

Aloysius ve diğerleri (Enhanced flux pinning in (Bi,Pb)-2223 supercoductor by Nd addition)

Bulk şeklinde hazırlanan $B_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{2.0}Ca_{2.1}Cu_{3.1}Nd_xO_y$ süperiletkenin x=0.00, 0.010, 0.020 ve 0.030 oranlarda katkılama yapılarak XRD, SEM ve 77 K'de süperiletkenlik ölçümleri yapılmıştır. Manyetik alan altında *Nd* katkılı numunelerin J_c değeri, katkısız numunelere oranla daha iyi olduğunu bildirmişlerdir. *Nd=0.030* numunesinde son tavlama aşamasında küçük bir oranda Bi-2212 fazının bulunduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca Nd iyonları ile Ca iyonlarını yer değiştirdiğini bildirmişlerdir (Aloysius, 2005).

Aloysius ve diğerleri (Enhanced critical current density in (Bi,Pb)-2223 superconductor by Nd addition in low percentages)

Bi-2223 süperiletkenine *Nd* katkılayarak faz oluşumu ve süperiletkenlik özellikleri üzerine çalışmışlardır. Bi:Pb:Sr:Ca:Cu=1.85:0.35:2.0:2.1:3.1'nin genel stokiyometrisi üzerine *Nd* =0.005-0.030 arasında değişen katkılama yapmışlardır. XRD analizleri sonucunda *Nd020* ve *Nd030* numuneleri Bi-2212 fazının ortaya çıktığını bildirmişlerdir. SEM görüntülerinde *Nd* katkısı numunelerin yapısında ve gözenekliliğinde küçük bir gelişme gözlemlemişlerdir. Ayrıca bu küçük gelişme mikroyapı için önemsiz olduğunu vurgulamışlardır. Bi-2223 süperiletkenin kritik akım yoğunluğu (*Jc*) ve *Jc-B* karektarizasyonun iyileştirilmesinde düşük oranlarda Nd katkılaması uygun olduğunu söylemişlerdir. *Nd020* numunesin J_c değeri, saf numunenin J_c değerinin iki katından daha fazla olduğunu hesaplamışlardır (Aloysinus et al., 2005).

Khalil ve Sedky (Annealig temperature effect on the properties of Bi:2212 superconducting system)

$Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ (Bi:2212) sisteminin yapısal, mekaniksel ve süperiletkenlik özellikleri üzerine tavlama sıcaklığının (750-850 ^oC) etkisini incelemişlerdir. Tavlama sıcaklığı (750-850 ^oC), süperiletken tanecikler arasındaki bağlantıları, süperiletken faz homojenliğinin oluşumunu iyileştirdiğini ve bunlara bağlı olaraktan T_c değerinin yükseleceğini söylemişlerdir. 850^oC'de tavlanan numunenin T_c (100 K)

değerini, maksimum T_c değeri olarak bulmuşlardır. Tavlama sıcaklığının artışı ile mikrosertlik değerinin arttığını bildirmişlerdir. Vickers mikrosertlik değeri 0.25 N yük altında en büyük değer 850^{o}C de tavlanan numune için 58x10^{7} Pa olarak belirtmişlerdir (Khalil and Sedly, 2005).

Sarun ve diğerleri (Enhanced flux pinning of an Nd- added (Bi,Pb)-2212 superconductor)

$Bi_{1.7}Pb_{0.4}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Nd_xO_y$ (x=0 ile 0.5) süperiletkenine *Nd* katkısının, manyetik alan uygulandığında ve kaldırıldığındaki J_c üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu sisteme *Nd* katkısı sonucunda kristal örgü yapısının değişmesi sonucunda süperiletkenlik ve flux pinning özelliği üzerine etkisi olduğu bulunmuştur. Kritik akım yoğunluğunun (J_c) değeri x=0.2 numunesi için 64 K'de 719 A/cm^2 ve x=0 numunesi için 64 K'de 100 A/cm^2 olarak bulmuşlardır. Nd^{+3} iyonları ile Sr^{+2}/Ca^{+2} iyonlarının yer değiştirmesi ile sistemdeki hol konsantrasyonunda azalma gözlemlemişlerdir. Hol konsantrasyonundaki bu azalma J_c değerinin artışına neden olduğunu bildirmişlerdir. Flux pinning iyileşmesi, *Nd* katkılı üretilen numunelerin, J_c değerin artması, nokta kusurları ve yapısal değişiklikler kaynaklandığını söylemektedirler (Sarun et al., 2007).

Biju ve diğerleri (Structural and sperconducting properties of neodymium added $(Bi,Pb)_2Sr_2CaCu_2O_y$)

Katıhal yöntemi ile bulk polikristal olarak hazırlanan $(Bi,Pb)_2Sr_2CaCu_2O_y$ bileşiğinin faz oluşumu, yapısal ve süperiletkenlik özellikleri üzerine *Nd* katkısını araştırmışlardır. *Nd* katkısı ile bileşiğin kristal örgü yapısında değişim olduğunu söylemişlerdir. *Nd* katkılı numunelerin kritik akım yoğunluğu (J_c) ve Kritik sıcaklık (T_c) değerlerinde iyileşme gözlemlemişlerdir. 64 K'de x=0.2 numunesi maksimum kritik akım yoğunluk (J_c) değeri 719A/cm^2'dir. x=0.3 numunesi ise maksimum kritik sıcaklık (T_c^{onset}) değeri 95.56 K'dir. Ayrıca saf numune için J_c değeri 100A/cm^2 ve T_c^{onset} değeri 76.7 K olarak bildirmişlerdir. J_c ve T_c değerlerindeki iyileşme aşırı katkı durumundan optimum katkı durumuna doğru sistemdeki hol konsantrasyonunun azalması ile bağlantılı olduğunu belirtmişlerdir (Biju et al., 2007).

Biju ve diğerleri (Structural and transport properties of Nd doped (Bi,Pb)-2212

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden $Bi_{1.7}Pb_{0.4}Sr_{2-x}Nd_xCa_{1.1}Cu_{2.1}O_y$'nin kristalografik, normal ve süperiletkenlik durum özellikleri üzerine (*Sr* yerine) *Nd* yer değiştirmesinin üzerine etkisi bildirmişlerdir. XRD, SEM ve EDX sonuçları kristalde *Sr* iyonları yerine *Nd* iyonları örgü içine girdiği ve örgü parametreleri ile tanecik yapısında bozunmalar gözlemişlerdir. TEP'nin sıcaklık ile değişimi sonucunda *Nd* konsantrasyonu ile elektron-fonon etkileşiminin arttığı ve sistemin hol konsantrasyonundaki değişimi gösterdiğini bildirmişlerdir. *Sr* ile *Nd* yer değiştirmesi elektriksel özelliklerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu söylemişlerdir (Biju et al., 2007).

Vinu ve diğerleri (The influence of sintering temperature on the microstructure and superconducting properties of $Bi_{1.7}Pb_{0.4}Sr_{1.8}Nd_{0.2}Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+\delta}$)

$Bi_{1.7}Pb_{0.4}Sr_{1.8}Nd_{0.2}Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+\delta}$'nın mikroyapı ve süperiletkenlik özellikleri üzerine sinterlenme sıcaklığın etkisini incelemişlerdir. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde *Nd* yer değiştirmesinin kritik akım yoğunluğu (J_c) ve J_c-*B* karakteristliğinin sinterlenme sıcaklığına bağlı olduğunu belirtmişlerdir. *Nd* katkılı numuneler arasında 2Nd846'nın J_c-*B* karakterisitliği en iyi olduğunu ve J_c değerinin ise en az olduğunu ayrıca 2Nd852'nin ise J_c-*B* karakteristliğinin kötü iken J_c değerinin en iyi olduğunu söylemişlerdir (Vinu et al., 2008).

Erdem ve diğerleri (Effect of Gd addition on the activation energies of Bi-2223 superconductor)

$B_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3Gd_xO_y$ süperiletkenine x=0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 ve 0.5 oranlarda *Gd* katkısının etkisini incelemişlerdir. Hem *Gd* katkısı hemde uygulanan manyetik alanının artmasıyla birlikte kritik sıcaklığı (T_c) ve aktivasyon enerjilerinin (U_o) azaldığını bildirmişlerdir. Ayrıca H_{irr} ve H_{c2} değerleri *Gd* katkısının artması ile azaldığını söylemişlerdir (Erdem vd., 2011).

Aşıkuzun ve diğerleri (Vicker hardness measurements and some physical properties of Pr_2O_3 doped Bi-2212 superconductors)

Bi-2212 süperiletkeninin yapısal, süperiletkenlik ve mekaniksel özellikleri üzerine Pr_2O_3 katkısının etkisi incelemek için XRD, SEM, EDX, Vickers mikrosertlik ve özdirenç ölçümleri kullanmışlardır. Katkı miktarı ile c örgü parametresi azalırken a örgü parametresi arttığını bildirmişlerdir. SEM görüntülerinde Pr_2O_3 katkısının artması yüzey yapısını ve taneler arasındaki bağlantıları bozduğunu söylemişlerdir. EDX görüntülerinde numunelerin element konsantrasyonlarında homojenliğin bozulması ve kristal yapıdaki *Sr* atomları yerine *Pr* atomlarının girdiğini bildirmişleridir. Pr_2O_3 katkılı Bi-2212 süperiletkenin mekanik, mikroyapı ve süperiletkenlik özelliklerini olumsuz yönde etkilediğini bulmuşlardır (Aşıkuzun vd., 2011).

Zalaoğlu ve diğerleri (Magnetoresistivity study on Cr added Bi-2212 superconductor ceramiswith experimental and theoretical approaches)

Geleneksel katı hal yöntemi ile hazırlanan *Cr* katkılı Bi-2212 seramik süperiletkenin 0-7T aralığındaki manyetik özdirenç ölçümleri ile süperiletkenlik değişimi ve fiziksel özellikleri incelemişlerdir. Hem manyetik alanın hem de katkının artmasi ile T_c değerleri azalmıştır. $\mu_0 H_{irr}(0)$ ve $\mu_0 H_{c2}$ değerleri *Cr* katkısının artması ile azaldığını söylemişlerdir. *Cr* katkısı pair- breaking mekanizmasının bir sonucu olarak numunelerin fiziksel ve süperiletkenlik özelliklerini bastırdığını söylemişlerdir (Zalaoglu vd., 2012).

Dogruer ve diğerleri (A study on Magnetoresistivity, Activation Energy, Irreversibility and Upper Critical Field of Slightıy Mn Added Bi-2223 Superconductor Ceramis)

$B_{1.8}Pb_{0.4}Sr_2Mn_xCa_{2.2}Cu_{3.0}O_y$ bulk süperiletkenine x=0, 0.03, 0.06, 0.015, 0.3 ve 0.6 oranlarda *Mn* katkısının süperiletkenlik ve fiziksel özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Numunelerin süperiletkenlik ve fiziksel özellikleri ile T_c, $\mu_0 H_{irr}$ ve $\mu_0 H_{c2}$ değerleri manyetik özdirenç eğrileri hesaplamışlardır. Ölçümler sonucunda numunelerin süperiletkenlik ve fiziksel özelliklerini bozulmasının yanı sıra T_c, U_o, $\mu_0 H_{irr}$ *ve* $\mu_0 H_{c2}$ değerleri *Mn* katkısının artmasıyla azaldığını söylemişlerdir (Dogurer vd., 2012).

4. MATERYAL VE METOD

4.1. Giriş

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerini hazırlamak için farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bunlar;

- Katıhal tepkime yöntemi
- Çözelti-jel yöntemi,
- Eritme-döküm yöntemi,
- İnce film ve kalın film üretme yöntemi
- İki toz yöntemi
- Ani soğutma
- Sıvı amonyum nitrat yöntemlerinden bazılarıdır.

Bu yöntemlerin amacı yüksek kritik sıcaklık değerlerine sahip süperiletken malzemeler üretmektir. Bu çalışmada katıhal tepkime yöntemi tercih edilmiştir ve yüksek sıcaklık süperiletken ailesinden olan Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sisteminden biri olan $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (Bi-2212) bileşiği kullanıldı.

4.2. Katıhal tepkime yöntemi

Katıhal tepkime yönteminin tercih edilme nedeni kolaylığı ve ucuzluğu bakımından geniş kullanım alanına sahip olmasıdır.

Katıhal tepkime yönteminde numunelerin hazırlanması için;

- Başlangıç maddelerinin hazırlanması
- Kalsinasyon işlemi
- Presleme işlemi
- Sinterleme işlemi gereklidir.

Başlangıç maddeleri: Bileşikler, karbonat, oksit, nitrat gibi malzemeler ile hazırlanır. Başlangıç maddeleri, uygun oranlarda karıştırılır ve homojen bir karışım elde etmek için belirli bir süre havanda karıştırılır.

Kalsinasyon işlemi: Başlangıç maddelerinin hazırlanması esnasında karışım içersinde giren yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır.

Presleme işlemi: Kalsinasyon yardımıyla toz karışımdan yabancı maddelerin uzaklaştırılmasından sonra karışıma şekil ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için presleme yapılır. Presleme için genellikle 5 ile 7 ton arasında basınç uygulanır ve toz karışım özel olarak hazırlanmış kalıplar ile tablet haline getirilir.

Sinterlenme işlemi: Numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve belirli süre bekledikten sonra yavaşça oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir. Bu işlemin amacı süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası bağlantıları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek ve bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirli sürelerde tabletlere ısıl işlem uygulanmaktadır.

4.3. Numunelerin Hazırlanması

4.3.1. Optimum Sıcaklık ve Süre Tayini İçin Numunelerin Hazırlanması

Yüksek sıcaklık süperiletken malzemeler hazırlamak için en çok kullanılan yöntem olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı. Hazır olarak alınan %99.9 (Alfa Aesar) saflıkta olan Bi-2212 kimyasal tozu kullanıldı. Hassas terazi ile süperiletken Bi-2212 tozundan 1 gramlık olacak şekilde tartıldı. Tartılan numunelere pres yardımıyla 7 ton basınç altında 13 mm çapında ve 1-1.2 mm kalınlıkta tabletler hazırlandı.

4.3.2. Nd katkılı Bi-2212 Numunelerin Hazırlanması

Hazır olarak alınan %99.9 saflıkta olan Bi-2212 kimyasal tozuna farklı stokiyometrik oranlarda (x=%0, %0.001, %0.005, %0.01, % 0.05 ve %1.0) ve %99.99 saflıkta olan Nd_2O_3 (Neodmiyum Oksit) tozu eklenerek 10 gramlık *Nd* katkılı Bi-2212 toz karışımları hazırlandı. *N*d katkılı Bi-2212 toz karışımları, homojen bir karışım elde etmek için 4 saat agat-havan yardımıyla karıştırıldı. Farklı stokiyometrik oranlarda

hazırlanan *Nd* katkılı Bi-2212 toz karışımları hassas terazi ile 1 gramlık olacak şekilde tartıldı. Tartılan numuneler 7 ton basınç altında 13 mm çapında ve 1-1.2 mm kalınlıkta tabletler hazırlandı.



Şekil 4.1. Denver model hassas terazi



Şekil 4.2. Specac model pres cihazı



Şekil 4.3. Tabletlerin hazırlanmasında kullanılan özel kalıplar

4.3.3. Hazırlanan Numunelerin Sinterlenme İşlemi

7 adet katkısız Bi-2212 numunesi tablet şeklinde hazırlandı. Tabletler ince dikdörtgen çubuk şeklinde kesilerek oda sıcaklığında ayarlanabilir tüp fırına konuldu ve tüp fırın 5 ^{o}C/dk hızla ısınacak şekilde ayarlandı. Bu şekilde hazırlanan her bir numune farklı sıcaklıklarda (830 ^{o}C, 835 ^{o}C, 840 ^{o}C, 845 ^{o}C, 850 ^{o}C) ve 24 saat tavlandıktan sonra 3 ^{o}C/dk hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Fırından çıkarılan numuneler deneysel ölçümler için hazır hale getirildi. Hazırlanan numunelerin XRD, SEM ve EDS analizi sonucunda optimum sıcaklık değerinin 840 ^{o}C olduğu belirlendi. Daha sonra optimum süreyi bulabilmek için numuneler 840 ^{o}C de 48 ve 72 saat ısıl işlem sürelerinde bekletildikten sonra oda sıcaklığında kadar soğutuldu. Fırından çıkarılan numuneler deneysel ölçümler için hazır hale getirildi. XRD, SEM ve EDS analizleri sonuçlarına göre optimum sıcaklık 840 ^{o}C ve optimum süre ise 72 saat olarak bulundu. Bu analiz sonuçları ayrıntılı bir şekilde bulgular ve tartışma bölümünde verilmiştir.



Şekil 4.4. Protherm model programlanabilir tüp fırın

4.4. Deneysel Ölçümler

4.4.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

X-ışınları difraksiyon analizi kristal ve bileşik yapıların incelenmesinde oldukça önemli bir tekniktir. Bu teknikle kristal malzemelerin atomlarının geometrik düzeni (örgü yapısı) ve aralarındaki mesafe hakkındaki bilgilerin çoğu doğrudan kırınım çalışmalarıyla tayin edilmiştir. Ayrıca süperiletken numunede bulunan mevcut değişik fazların miktarları hakkında yaklaşık bir fikir vermesinin yanında piklerin genişliğinden de kristal boyutunun ölçülmesi imkânını sağlar. Üretilen katkılı ve katkısız Bi-2212 numunelerinin kristal yapısını incelenmek ve örgü parametrelerini tespit etmek için Bruker D8 ADVANCE model difraktometre (Şekil 4.5) kullanılarak *XRD* ölçümleri yapılmıştır. Ölçümler esnasında bilgisayar kontrollü difraktometredeki bakır hedefe 40 *kV*'luk gerilim ve 40*mA*'lik akım uygulanarak elde edilen CuKα (λ=1.5405A^0) X-ışınları kullanıldı. Difraktometrede $3^o < 2\theta < 60^o$ aralığı için tarama hızı 0.5 derece/dakika olarak ayarlandı ve ölçümler yapıldı.



Şekil 4.5. Bruker D8 Advance model X-ışını Kırınımı cihazı

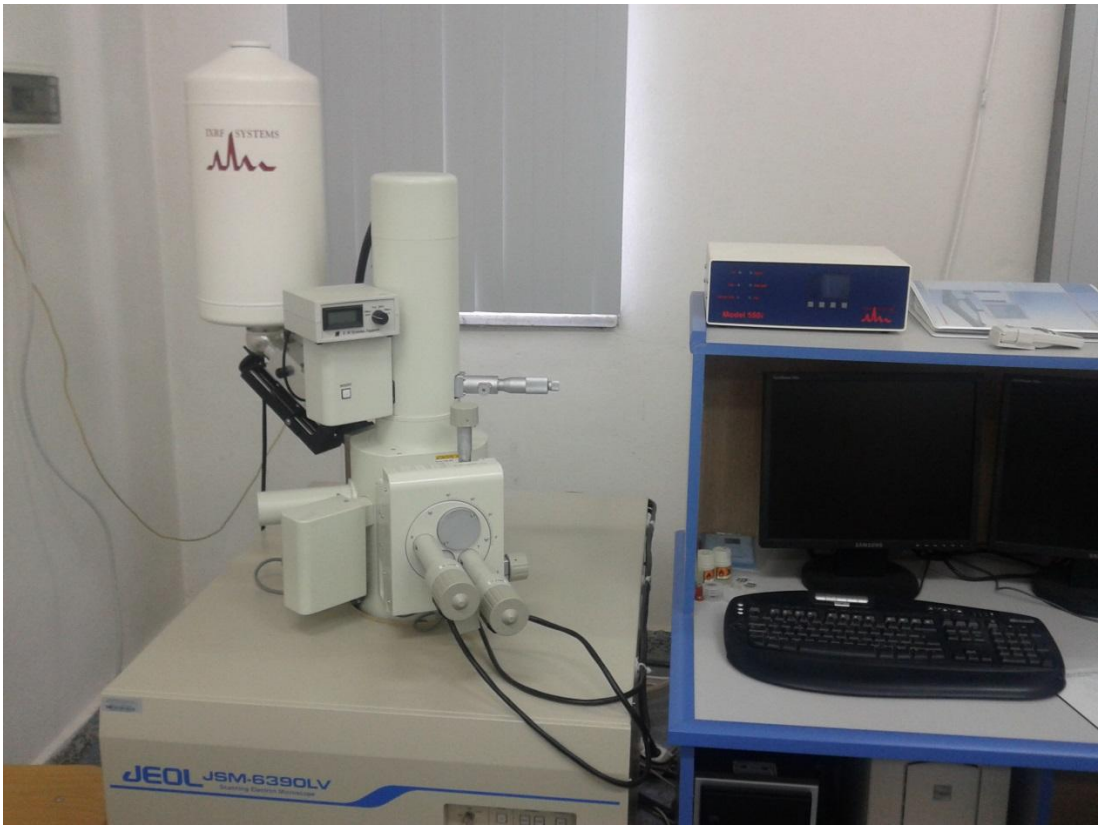
4.4.2. Elektriksel Direnç Ölçümleri

Hazırlanan numunelere ısıl işlemden sonra elektriksel ölçümler için gümüş pasta ile standart dört nokta yöntemi kullanılarak kontak yapıldı. Kryostata konulan numunelere 5 mA doğru akım uygulanarak 300 K-10 K sıcaklık aralığında 5 K/dk ile soğutulup ardından da 10 K-120 K sıcaklık aralığında 5 K/dk ile ısıtılarak 0 T, 0,5 T, 1 T, 2 T, 3 T, 5 T ve 7 T' lık manyetik alanlar altında özdirençleri ölçülüp sıcaklığa karşı grafikleri çizildi.

4.4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, tanecikli yapıya sahiptir ve birbirlerine zayıf bağlarla bağlanmışlardır. Bu tanecikli yapının formasyonu malzemenin bazı yapısal ve fiziksel özelliklerini etkilemektedir. SEM analizi, malzemelerin yüzey yapıları,

tanecik sınırlarındaki olası birikmeleri, kristal büyümesi, çatlaklar, kırıklar ve kristal yapısı gibi özellikler belirlemekte kullanlır.



Şekil 4.6. JEOL JSM-6390LV model taramalı elektron mikroskop (SEM)

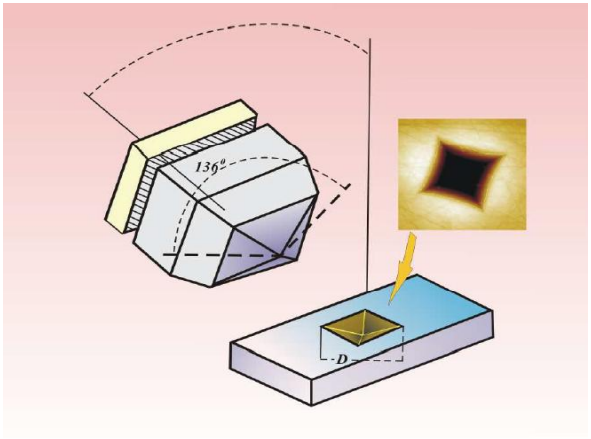
4.4.4. Sertlik Ölçümleri

Üretilen süperiletken malzemelerin teknolojide kullanılabilirliğini sağlamak için elektriksel özelliklerinin yanı sıra mekaniksel özelliklerinin belirlenmeside önemlidir. Malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemede sertlik ölçümleri yaygın olarak kullanılır. Sertlik, bir malzemenin yüzeyine batırılan bir uca, ya da çizilmeye, kesilmeye veya delinmeye karşı gösterdiği dirence denir.

Günümüzde malzemelerin sertliğini ölçmek için birçok yöntem geliştirilmiştir. Bunlar Brinell, Vickers, Rockwell, Berkovich, Knoop v.b gibi test yöntemleridir. Genellikle bu sertlik testlerinin çalışma prensipleri benzerdir. Ancak malzeme yüzeyine uygulanacak çentici uç ve tepe açıları farklıdır.

Çalışma prensibi ise çentici ucu malzeme yüzeyine dik doğrultuda bir yük uygulanır ve uygulanan yük kaldırıldığında malzeme yüzeyinde oluşan yüzey alanı ya da batıcı ucun batma derinliğine göre sertlik testi yapılır. Bu çalışmada Vickers mikrosertlik test yöntemi kullanılmıştır.

Vickers mikrosertlik test ölçümünde çentici uç, kare tabanlı piramit şeklinde olup elmastan yapılmıştır. Kare tabanlı piramidin tepe açısı 136° dir.



Şekil 4.7. Vickers çentici ve oluşan izin görüntüsü (Boyundelik, 2008)

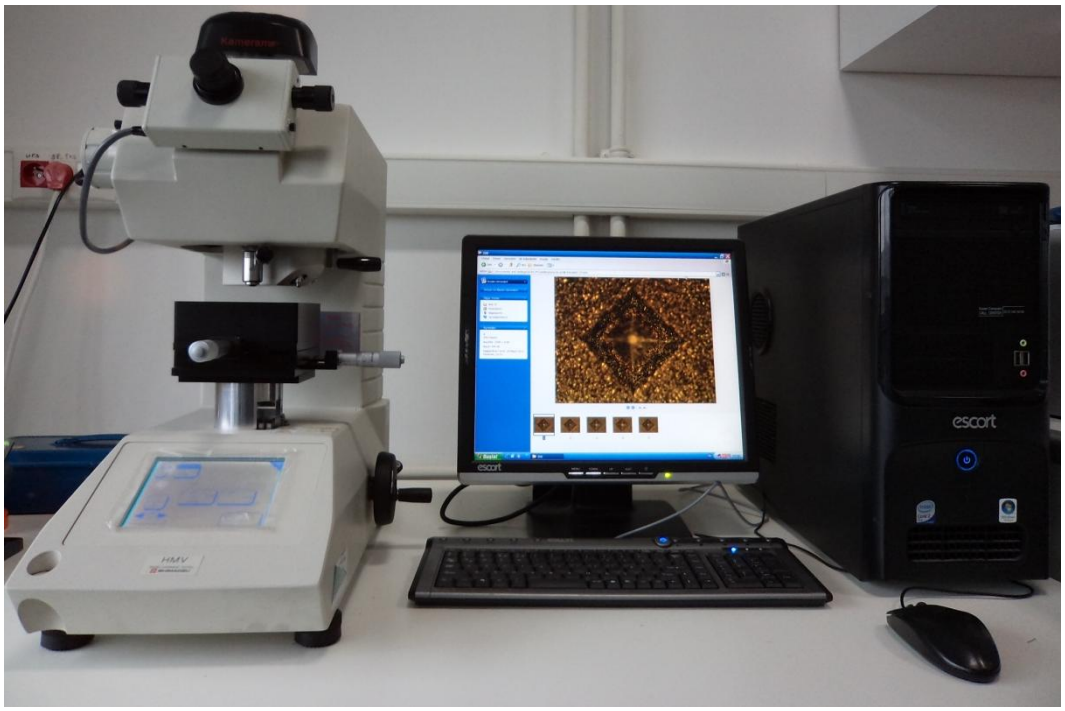
Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında (10, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500 g ve 1 kg gibi) belirli bir süre (10, 15 s gibi) batırılması ile oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir (Emeksiz, 2007). Vickers mikrosertlik değeri (H_v)

$$H_v = 1854.4\left(\frac{F}{d^2}\right) \tag{4.1}$$

denklemi ile hesaplanır. Burada F, uygulanan yük d ise malzeme yüzeyinde oluşan izin köşegen uzunluklarının aritmetik ortalamasıdır. Yani $d = \frac{(d_1+d_2)}{2}$ dir.

Vickers sertliği deneyi metallerin yanında seramik malzemelerin sertliğinin ölçümünde de güvenilir bir sertlik ölçüm metodudur. Diğer sertlik ölçüm yöntemlerine nazaran en duyarlı sertlik ölçüm yöntemidir.

Vickers testinin avantajları, oldukça doğru okumaların alınabilmesi ve tüm metal ve yüzeyler için tek bir uç kullanılmasıdır. Vickers testinin dezavantajı ise izin büyüklüğünün optik olarak ölçülmeye ihtiyaç duymasıdır (Bektes, 2004).



Şekil 4.8. SHMADZU HVM-2 model vickers mikrosertlik cihazı

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

Hazırlanan $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$ süperiletkeninin elektriksel, mikroyapı ve mekanik karakterizasyonu iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Bu iki aşama,

a) **Katkısız Bi-2212 süperiletken numuneler için optimum sıcaklık ve optimum sürenin tayini**
b) **Bi-2212 süperiletkenine belirlenen oranlarda Nd_2O_3 katkılanması**

şeklindedir. Hazırlanan numuneler hakkında bilgi sahibi olmak için, XRD, EDS, SEM, Özdirenç ölçümleri, Aktivasyon enerjisi hesaplamaları ve Vickers mikro sertlik ölçümleri yapılmıştır.

5.1. a) Katkısız Bi-2212 süperiletken numuneler için optimum sıcaklık ve optimum sürenin tayini

5.1.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

Optimum sıcaklık aralığını tayini için katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 süperiletken numuneleri 830 ^oC, 835 ^oC, 840 ^oC, 845 ^oC ve 850 ^oC' de 24 saat ısıl işlem uygulandı. Optimum süreyi belirlemek için ise optimum sıcaklık değerinde 48 ve 72 saat süresince ısıl işlem uygulandı. Bu bölümden itibaren farklı sıcaklık değerleri için hazırlanan numuneler sırayla *A, B, C, D* ve *E* olacak şekilde adlandırıldı. Ayrıca farklı süreler için ise *F* (48 saat) ve *G* (72 saat) olarak adlandırıldı. Şekil 5.1' de tüm numunelere ait XRD pikleri verilmiştir. XRD piklerinde yararlanılarak Miller indisleri (*hkl*) belirlendi. Denklem (5.1) kullanılarak tüm numuneler için a ve c örgü parametreleri hesaplandı. Ayrıca numunelerin hacim oranlarının hesaplanmasında denklem (5.2) kullanıldı.

Bir kristaldeki *a, b, c* örgü parametreleri

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \tag{5.1}$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada *d*, düzlemler arasındaki mesafedir. *h, k, l* ise miller indisidir.

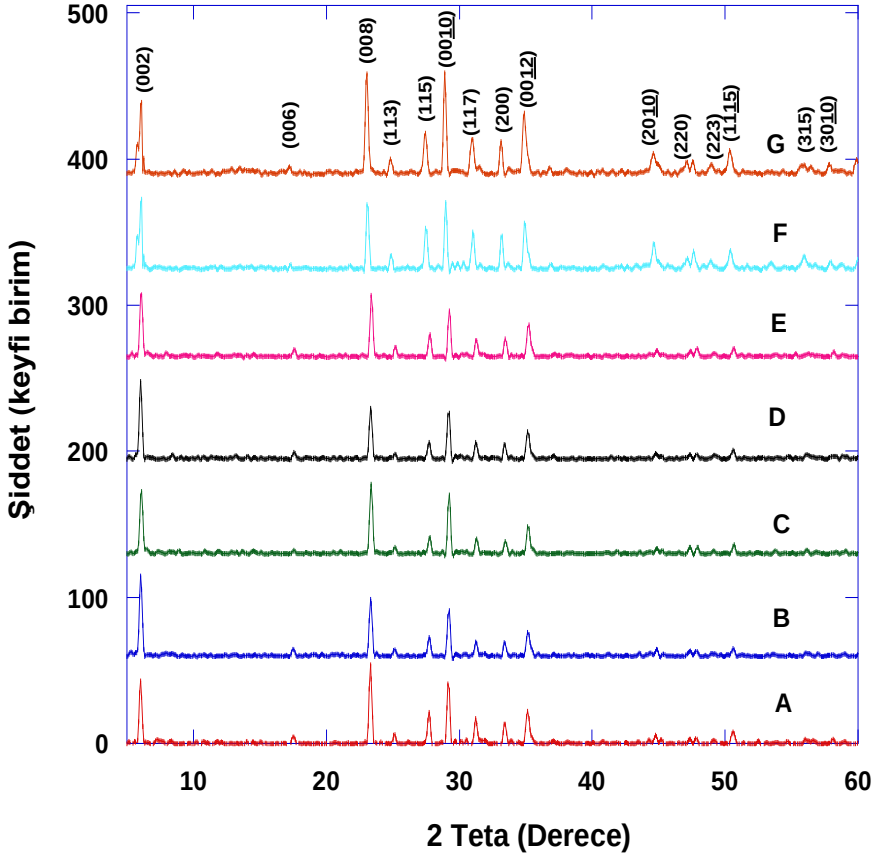
Numunelerin faz oluşum oranlarının belirlenmesinde aşağıdaki bağıntılar kullanıldı:

$$Bi-2223(\%)=\frac{\sum I(Bi-2223)}{\sum I(Bi-2223)+\sum I(Bi-2212)+\sum I(Bi-2201)}X100$$

$$Bi-2212(\%)=\frac{\sum I(Bi-2212)}{\sum I(Bi-2223)+\sum I(Bi-2212)+\sum I(Bi-2201)}X100 \quad (5.2)$$

$$Bi-2201(\%)=\frac{\sum I(Bi-2201)}{\sum I(Bi-2223)+\sum I(Bi-2212)+\sum I(Bi-2201)}X100$$

Burada *I* faz şiddetleridir.



Şekil 5.1. Tüm numunelerine ait XRD desenleri

Farklı sıcaklılar için hazırlanan numunelerin *a* ve *c* örgü parametreleri ile hacim oranları Tablo 5.1'de verilmiştir. Bu tablodan da görüldüğü gibi *A*, *B*, *C*, *D* ve *E*

numuneler arasında 840 ^{o}C' de tavlanan *C* numunesinin *c* örgü parametresi en büyük değere sahiptir. Ayrıca 840 ^{o}C de tavlanan *C* numunesinin dışındaki diğer numunelerde düşük sıcaklık fazından (Bi-2212) çok düşük sıcaklık fazına (Bi-2201) geçiş oranı artmaktadır. Sıcaklılara göre hacim oranları karşılaştırıldığında 840 ^{o}C'de tavlanan *C* numunenin en iyi değere sahip olduğu bulunmuştur. Bu sonuçlar ışığında 830 ^{o}C, 835 ^{o}C, 840 ^{o}C, 845 ^{o}C ve 850 ^{o}C'de 24 saat ısıl işlem uygulanan numuneler arasında optimum sıcaklığın 840 ^{o}C olduğu belirlenmiştir.

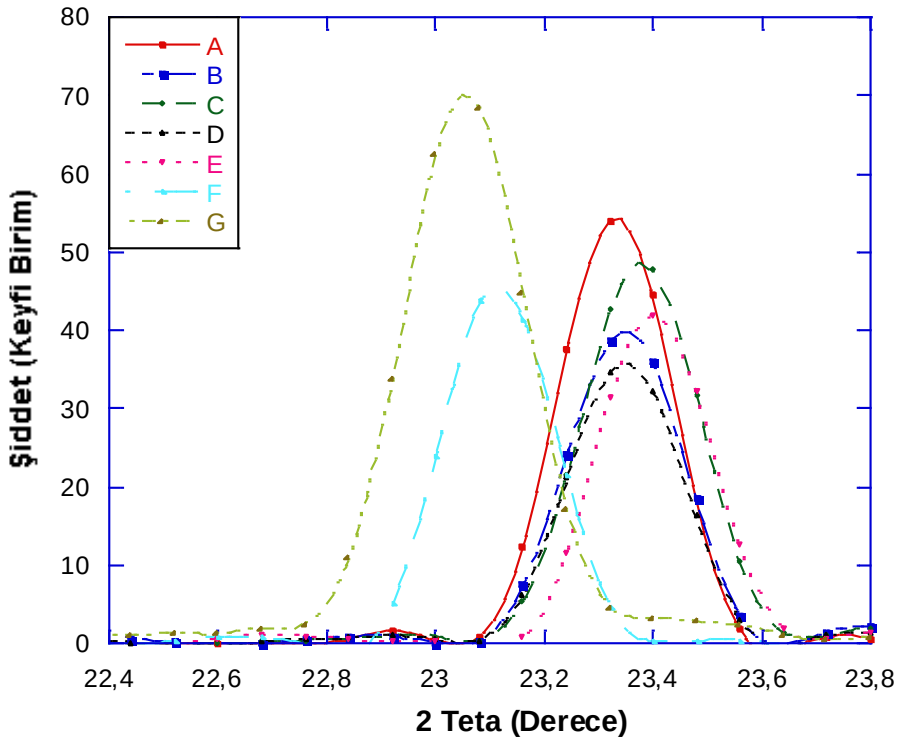
Tablo 5.1. *Farklı sıcaklıklarda tavlanan numunelerin a ve c örgü parametreleri ile hacim oranları*

Numuneler	***c (Å)***	***a (Å)***	***Hacim Oranları %Bi-2212 - %Bi-2201***	
A	30.08	5.41	76	24
B	30.41	5.39	84	16
C	30.54	5.37	89	11
D	30.23	5.38	83	17
E	30.02	5.43	72	28

Optimum sıcaklığın 840 ^{o}C olarak tespit ettikten sonra optimum sürenin bulunması için numuneler 840 ^{o}C'de 48 (*F*) ve 72 (*G*) saatte tavlandı. Tablo 5.2'de farklı sürelerde tavlanan numuneler için *a* ve *c* örgü parametreleri ile hacim oranları hesaplandı. Tablo 5.2'ye göre *C*, *F* ve *G* numunelerinin *c* örgü parametreleri kıyaslandığında *G* numunesinin *c* örgü parametresi en büyük değer olarak bulundu. Ayrıca sabit sıcaklık altında numunelerin Bi-2212 hacim oranlarının süre ile doğru orantılı olarak arttığı görülmektedir. Bu ölçümler sonucunda 72 saatte tavlanan katkısız Bi-2212 numunesinin *c* örgü parametresinin ve hacim oranlarının en iyi olduğu belirlenmiştir.

Tablo 5.2. *Farklı sürelerde tavlanan numunelerin a ve c örgü parametresi ile hacim oranları*

Numuneler	***c (Å)***	***a (Å)***	***Hacim Oranları %Bi-2212 - %Bi-2201***	
C	30.54	5.37	89	11
F	30.69	5.37	91	9
G	31.33	5.35	95	5



Şekil 5.2. Tüm numunelere için (008) düzlemine ait XRD pikleri

Şekil 5.2 ' de (008) düzleme ait XRD piki gösterilmiştir. Pikler hem sıcaklığın hem de sürenin artması ile daha küçük açılara kaymıştır. Bu kayma, sıcaklık artışı ile *c* ekseninin arttığını gösterir. Şekil 5.2' den de açıkça görüldüğü gibi *F* ve *G* numunelerinde pikler daha küçük açılara kaymıştır.

XRD verilerinin değerlendirilmesiyle katkısız Bi-2212 süperiletkeni için 840 ^{o}C'nin optimum sıcaklık, 72 saat tavlama süresinin de optimum süre olduğu belirlenmiştir.

5.1.2. Tanecik Büyüklüğünün Hesaplanması

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin önemli özelliklerinden biride tanecikli yapıda olmasıdır. Numunelerin tanecik büyüklüğü, X-ışınları kırınım analizi kullanılarak belirlenmektedir. Tanecik büyüklüğü, piklerin genişliği kullanılarak Scherrer-Warren denklemi ile hesaplanır.

$$D = 0.94\lambda/\beta \cos\theta \qquad (5.3)$$

burada, D; tanecik boyutu, λ; X-ışınının dalga boyu, β; en yüksek şiddet pikinin genişliğinin yarısı, θ ise bu pike ait açıdır. Denklem (5.3) kullanılarak tüm numuneler için hesaplanan tanecik büyüklükleri Tablo 5.3'de verilmiştir. Tablodaki

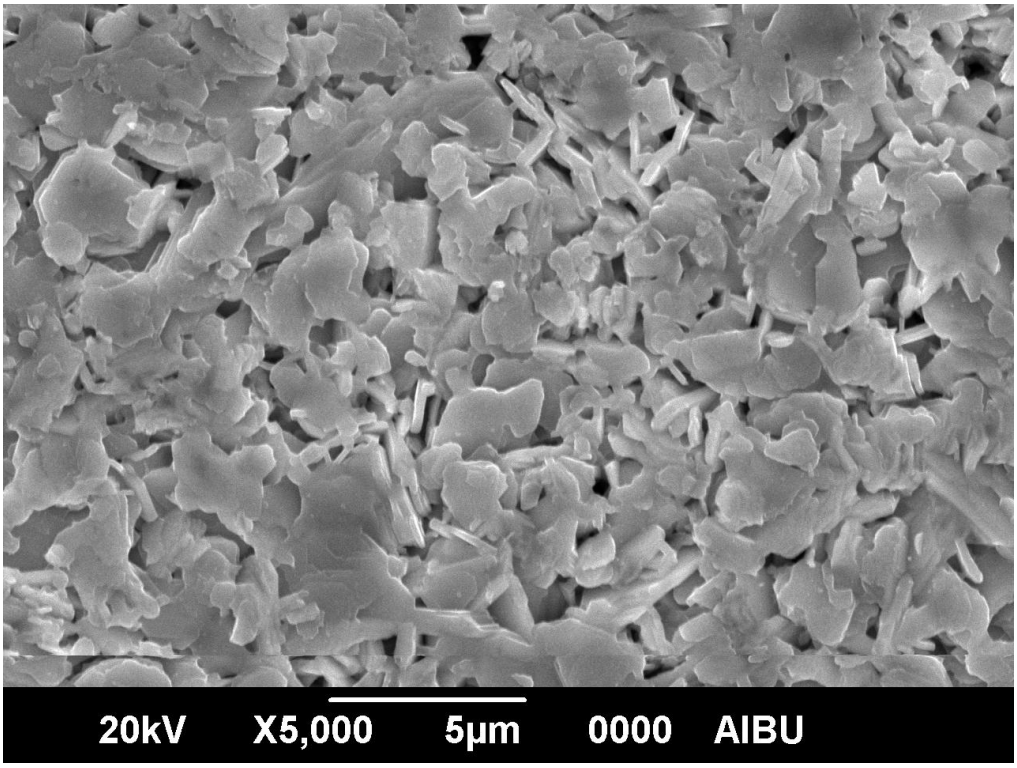
veriler karşılaştırıldığında tanecik büyüklüğünün en büyük 840 ^{o}C'de 72 saat tavlanan *G* numunesi olduğu belirlenmiştir. Bu sonucu SEM görüntüleri de desteklemektedir.

Tablo 5.3. *Tüm numuneler ait tanecik büyüklüğü*

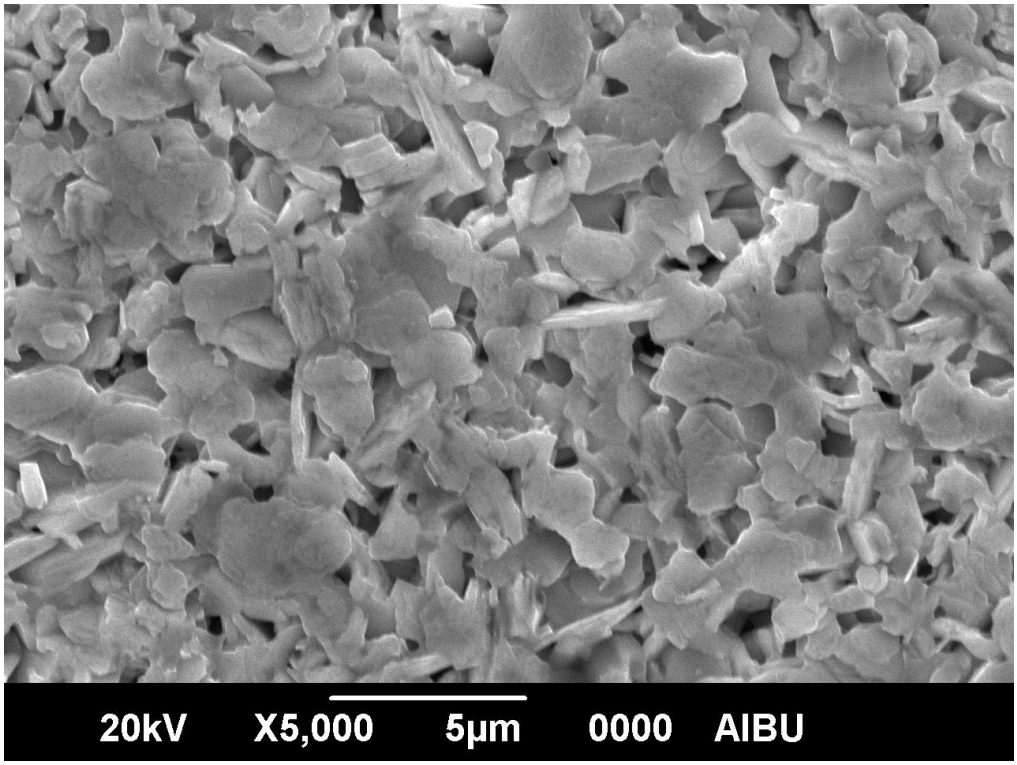
Numuneler	***Tanecik büyüklüğü (Å)***
A	79.271
B	82.556
C	95.201
D	80.616
E	71.713
F	101.547
G	107.868

5.1.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

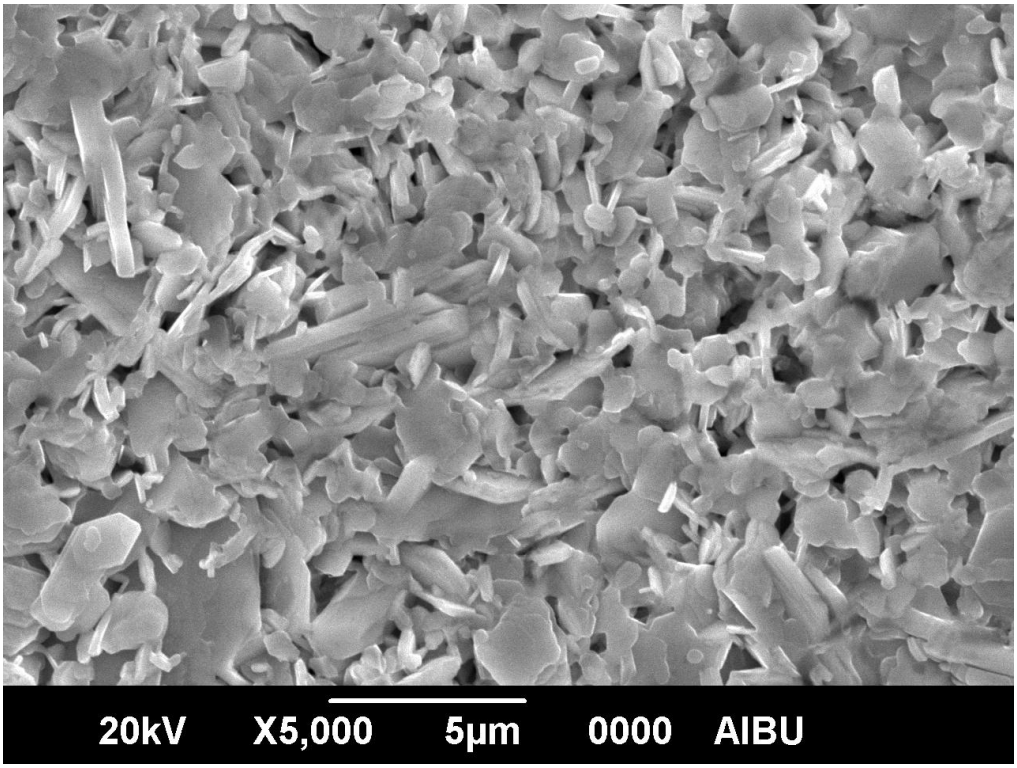
Katkısız Bi-2212 süperiletkenin ısıl işlem süresince malzeme yüzeyinde meydana gelen değişikliklerin (kristal büyümesi, yönelmeler, gözeneklilik, çatlaklar, kırıklar ve tanecik büyüklükleri) belirlemesi için SEM analizleri yapıldı. Şekil 5.3-5.9 da farklı sıcaklık ve farklı sürelerde tavlanan katkısız Bi-2212 numunelerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



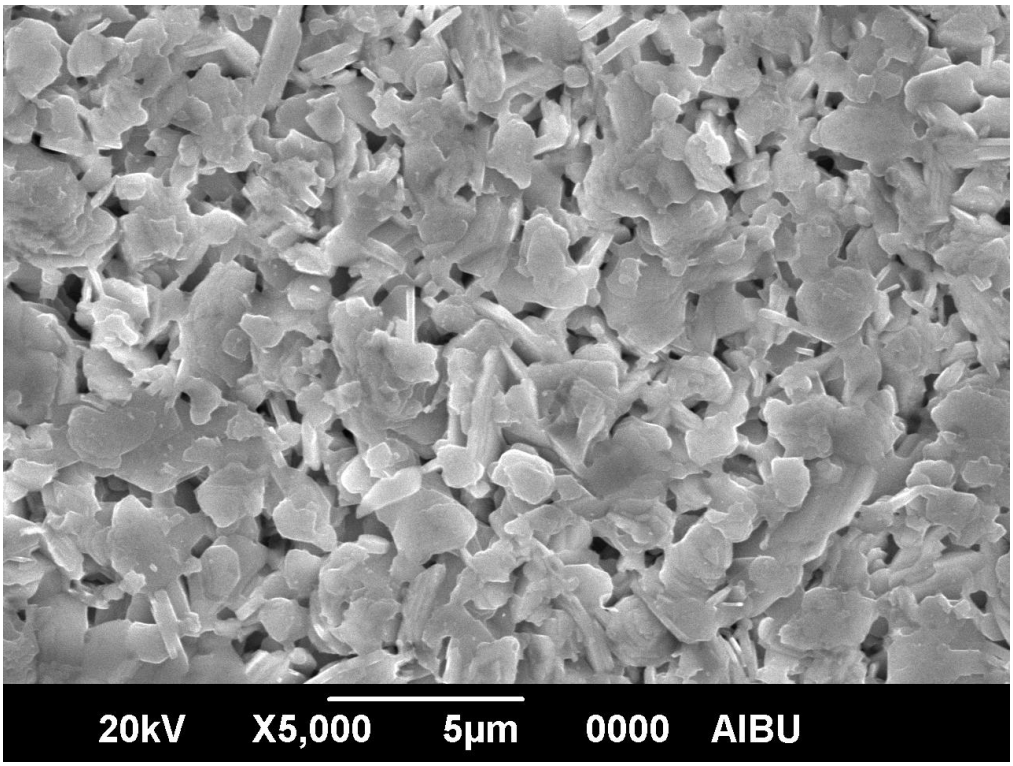
Şekil 5.3. *A* numunesine ait SEM görüntüsü



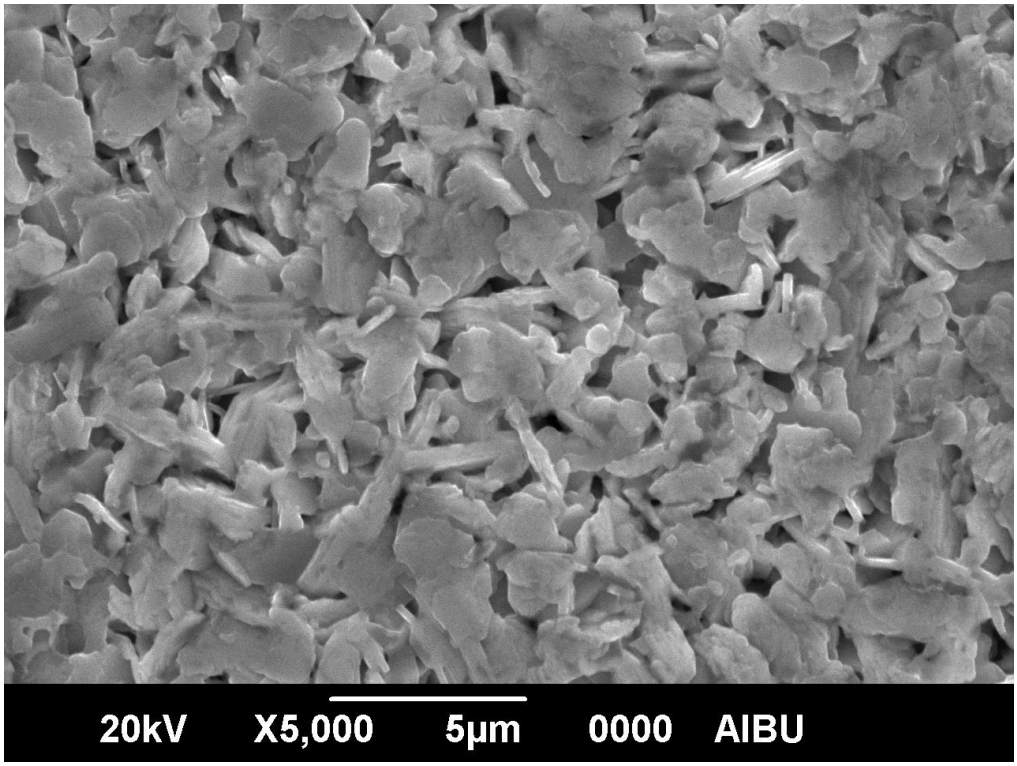
Şekil 5.4. *B* numunesine ait SEM görüntüsü



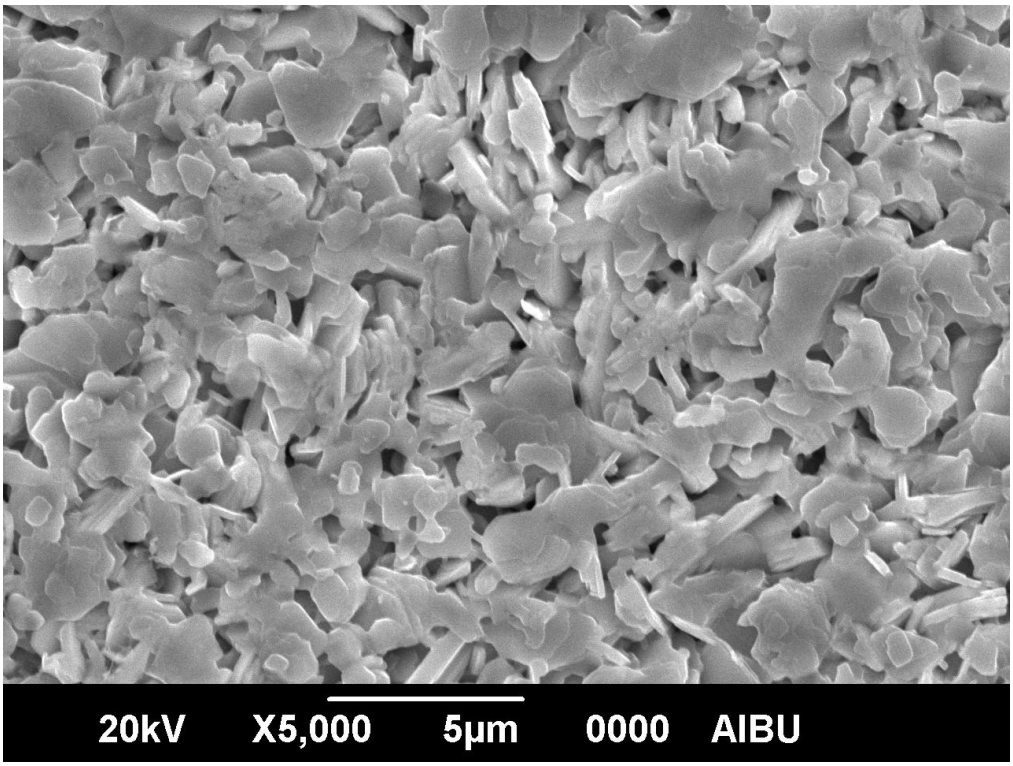
Şekil 5.5. *C* numunesine ait SEM görüntüsü



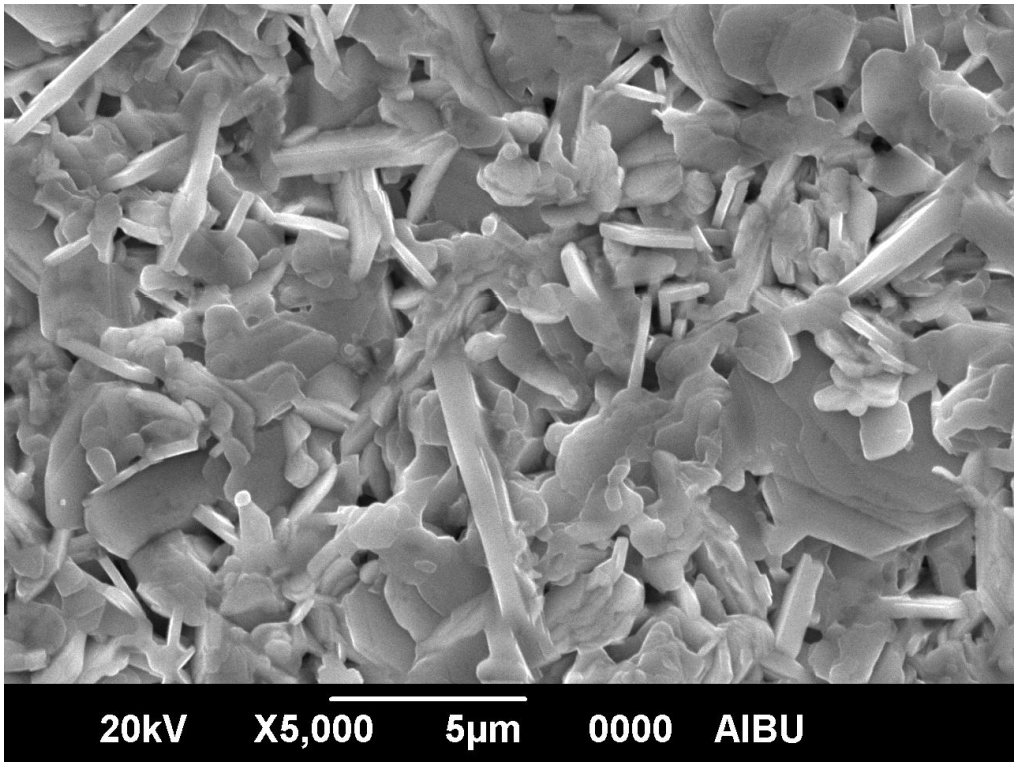
Şekil 5.6. *D* numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 5.7. *E* numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 5.8. *F* numunesine ait SEM görüntüsü



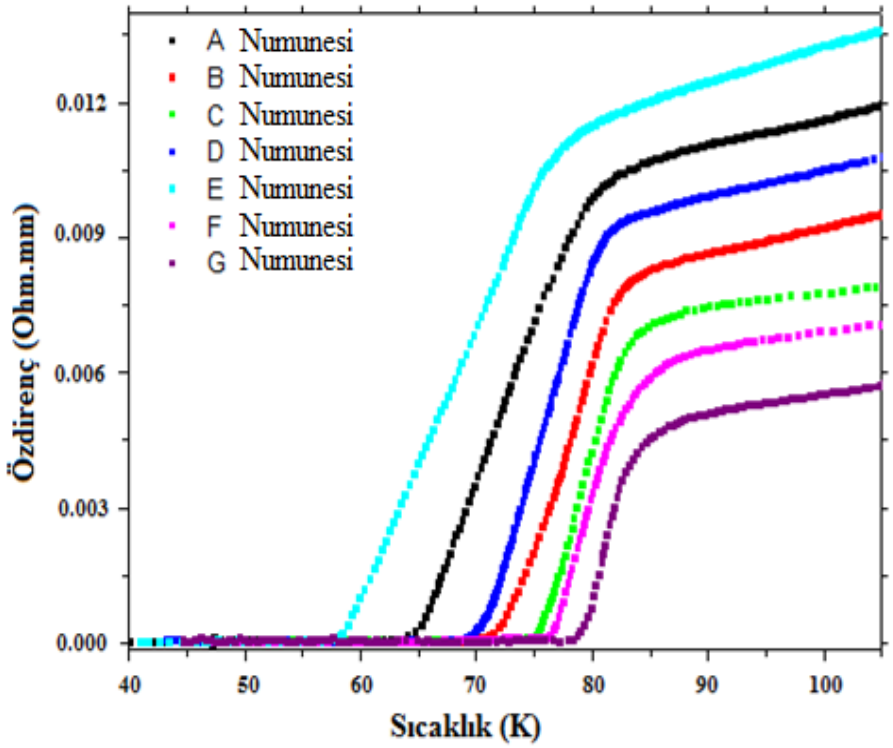
Şekil 5.9. *G* numunesine ait SEM görüntüsü

SEM görüntüleri incelendiğinde *A*, *B* ve *C* numunelerinin tanecik büyüklüğü artmıştır. Ayrıca *D* ve *E* numunelerinde ise azalmıştır. Farklı sürelerde tavlanan *C*, *F* ve *G* numunelerinin SEM görüntüleri incelendiğinde 840 ^{o}C'de 72 saat tavlanan *G* numunesinin taneciklerinin daha büyük, tanecikler arasındaki boşlukların (gözeneklilik) ise daha az olduğu görülmüştür.

Bu sonuçlar çerçevesinde farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde tavlanan numunelerin içersinde tanecik boyutunun daha büyük ve gözenekliği az olan numune 840 ^{o}C' de 72 saat tavlanan *G* numunesidir. Yani optimum sıcaklık ve sürede tavlanan numunedir. Ayrıca Scherrer–Warren bağıntısıyla hesaplanan tanecik büyüklüğü sonuçları, SEM görüntüleri ile uyum içindedir.

5.1.4. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 süperiletken numunelerinin, süperiletkenlik özellikleri üzerine ısıl işlem sıcaklığının ve süresinin etkisini görebilmek için 10-110 K aralığında elektriksel özdirenç ölçümleri yapılmıştır.



Şekil 5.10. Tüm numunelere ait özdirenç- sıcaklık grafiği

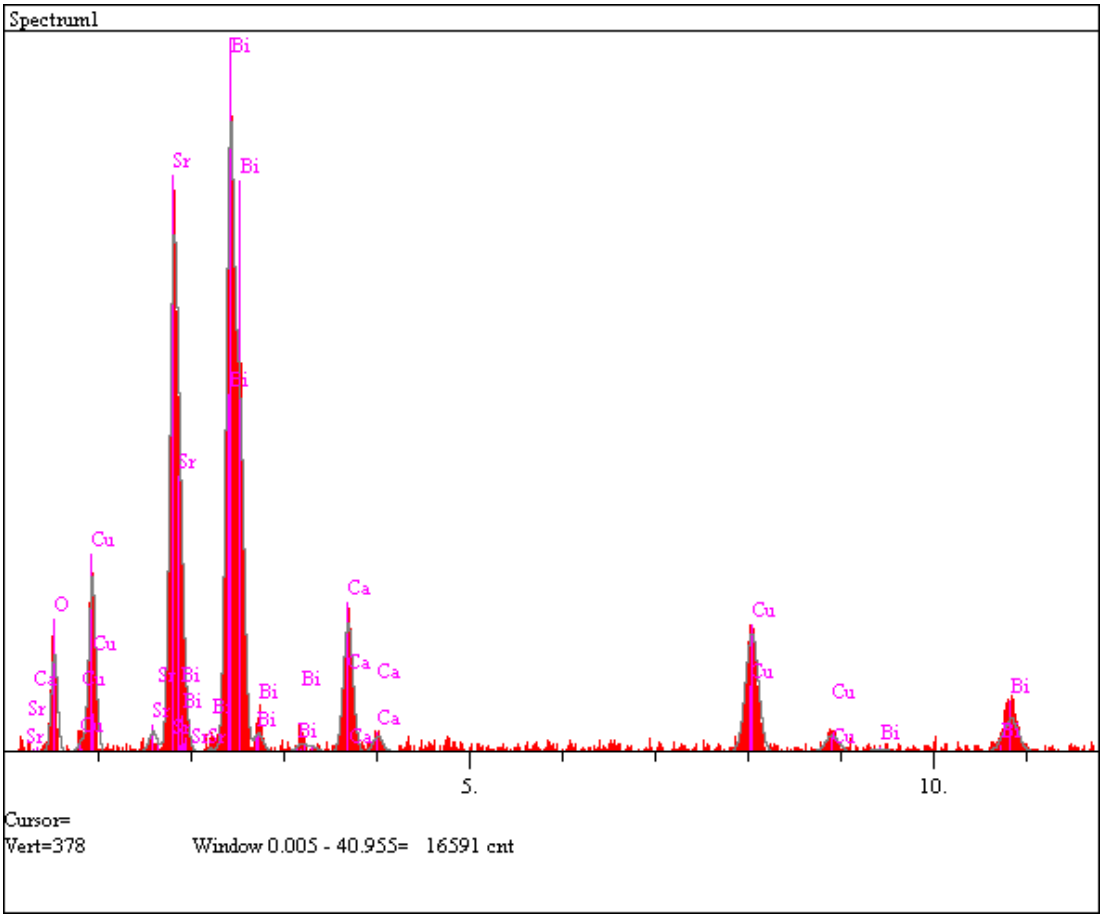
Tüm numunelerde T_c değerinin üzerinde metalik davranış gözlenmiştir. Bununla birlikte özdirencin sıfır olduğu sıcaklığın (T_c^{offset}) tavlama sıcaklığı ve süresi ile değişimi Şekil 5.10'de gösterilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi *G* numunesinin T_c^{offset} değeri en büyük değere sahiptir. Sıcaklığın artmasıyla birlikte *A*, *B* ve *C* numunelerinde T_c^{offset} değerinde artış görülmektedir (Tablo 5.4). Fakat *D* ve *E* numunelerinde T_c^{offset} değerleri ise azalmıştır. T_c^{offset} değerlerindeki azalma, yük taşıyıcılarının azalmasından dolayı olabilir. T_c^{onset} değeri ise *A*, *B*, *C*, *D*, *E*, *F* ve *G* numuneler için sırasıyla 80.85 K, 82.34 K, 83.51 K, 81.86 K, 77.87 K, 84.11 K ve 84.79K olarak belirlenmiştir.

Tablo 5.4. *Tüm numunelere ait T_c^{onset} (K), T_c^{offset} (K) ve ΔT_c (K) değerleri*

Numuneler	T_c^{onset} **(K)**	T_c^{offset} **(K)**	ΔT_c**(K)**
A	80.85	64.41	16.44
B	82.34	71.41	10.93
C	83.51	75.26	8.25
D	81.86	69.59	12.27
E	77.87	58.16	19.71
F	84.11	76.41	7.70
G	84.79	78.90	5.89

5.1.5. Enerji Dağılım Spektrum (EDS) Analizi

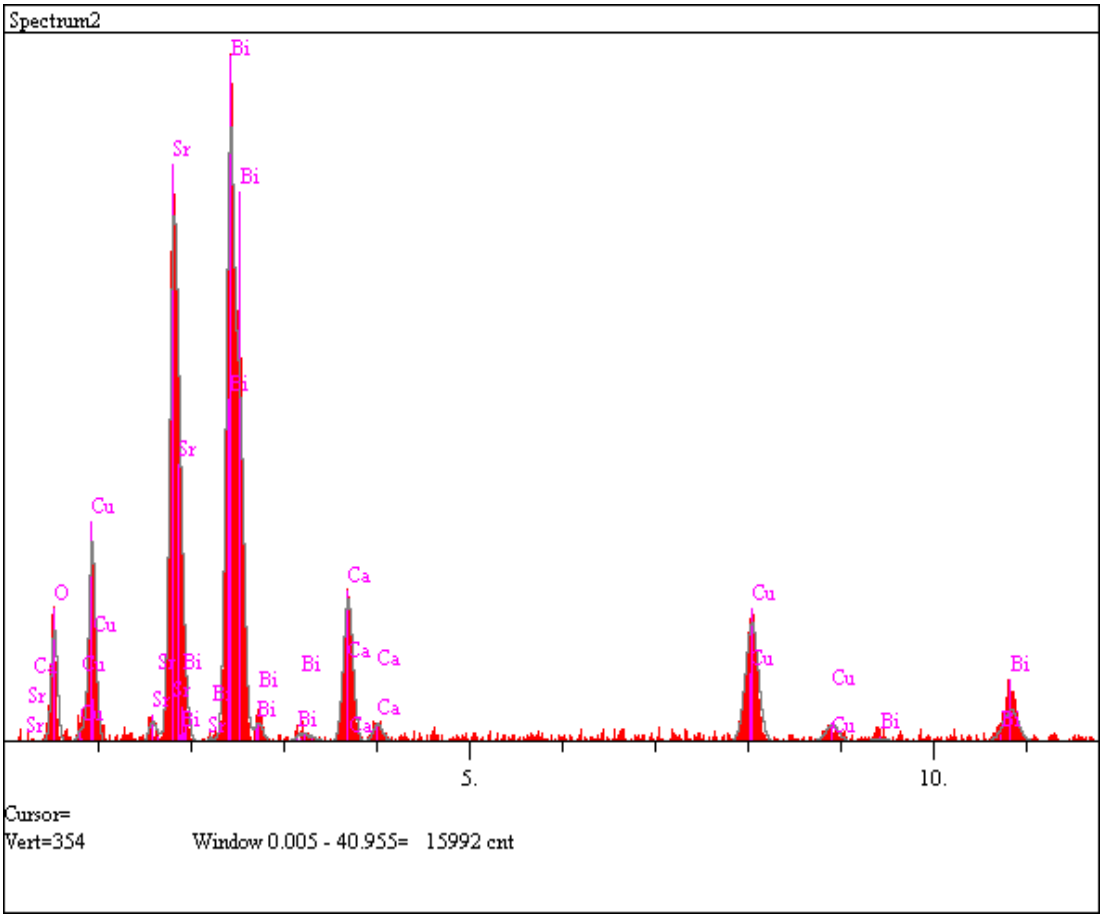
Enerji dağılım spektrometresi, malzemeyi oluşturan elementlerin hacim içersindeki oranlarının belirlenmesi için kullanılır. Bu çalışmada, farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde tavlanan katkısız Bi-2212 süperiletkeninin kristal yapısındaki element konsantrasyonları enerji dağılım spektrokopisi (EDS) ile incelendi.



Şekil 5.11. *A* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.5. *A numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

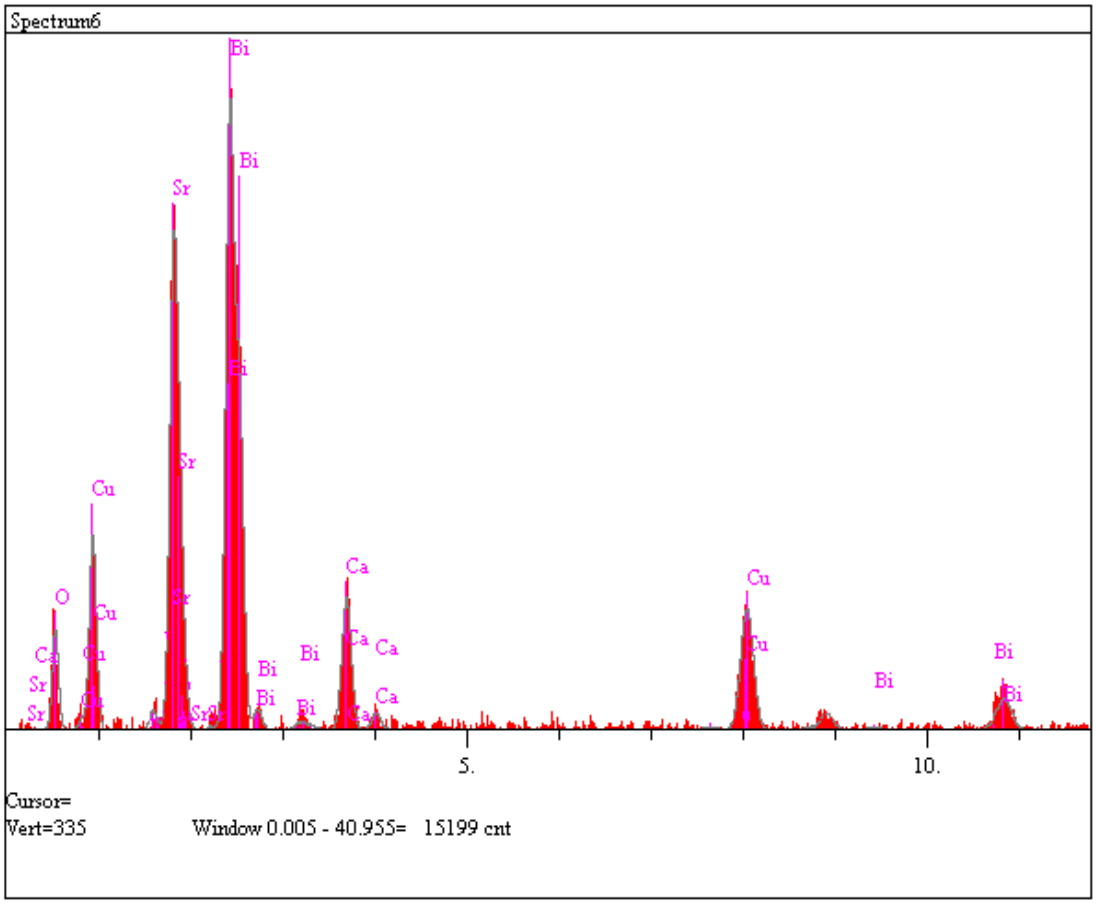
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.61	13.553
Ca	29.03	4.029
Cu	36.00	11.672
Sr	82.22	27.813
Bi	12.08	42.933



Şekil 5.12. *B* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.6. *B numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

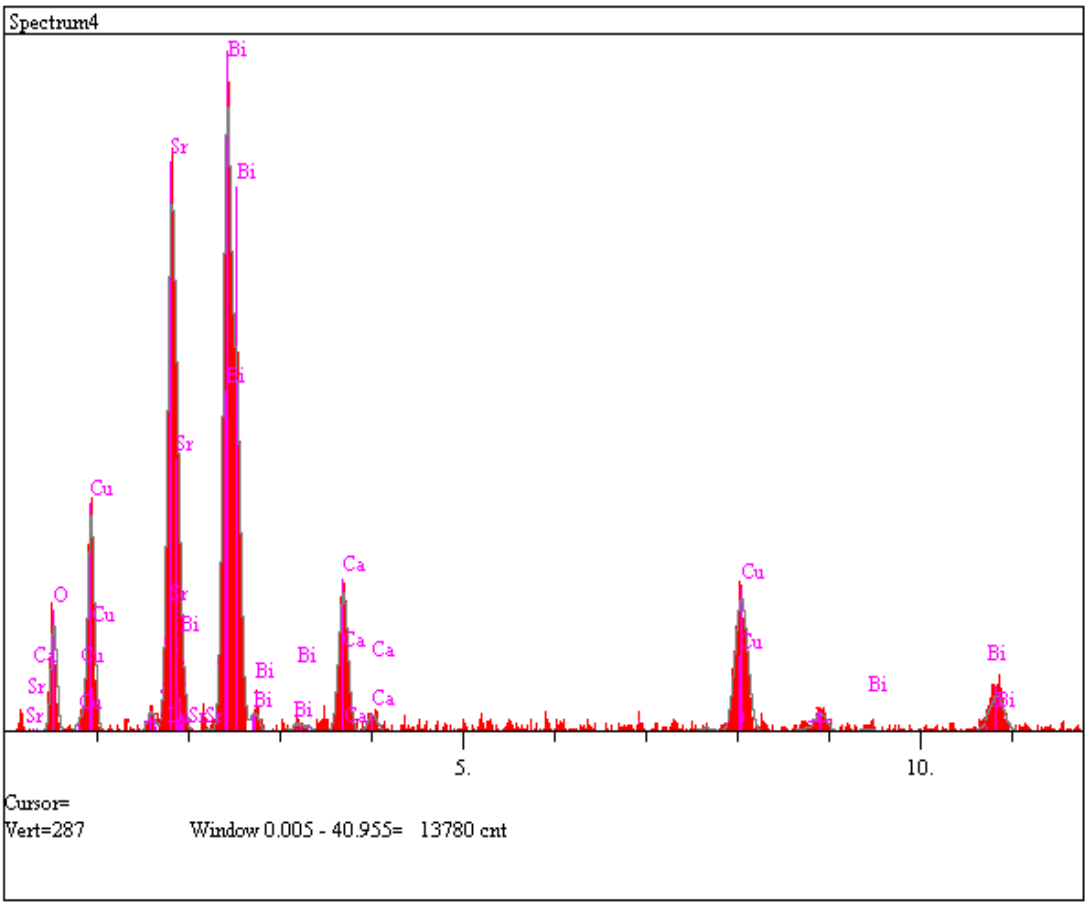
Element	**Şiddet(c/s)**	***Konsantrasyon (%)***
O	16.05	15.335
Ca	30.73	4.393
Cu	34.03	11.458
Sr	79.68	27.792
Bi	11.09	41.023



Şekil 5.13 *C* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.7 *C* numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri

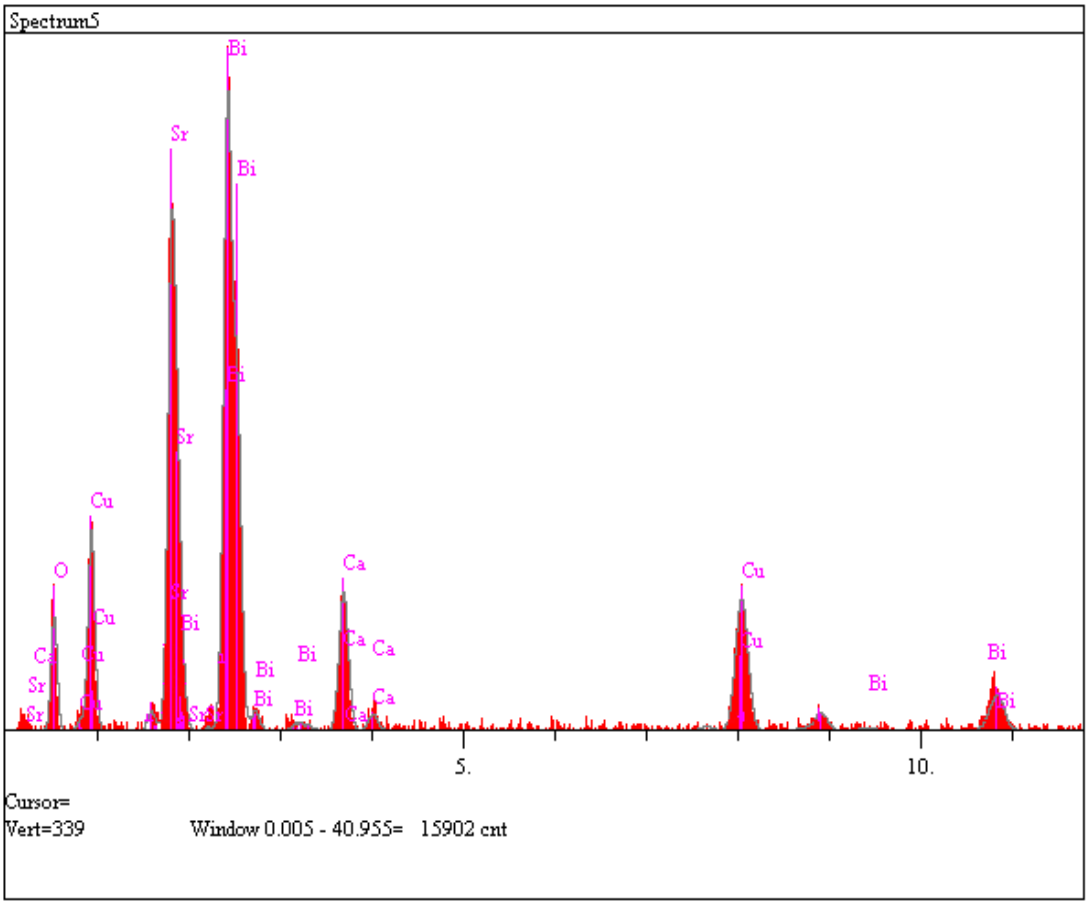
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	13.92	14.232
Ca	27.20	4.177
Cu	33.70	12.143
Sr	72.70	27.519
Bi	11.15	41.929



Şekil 5.14. *D* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.8. *D numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

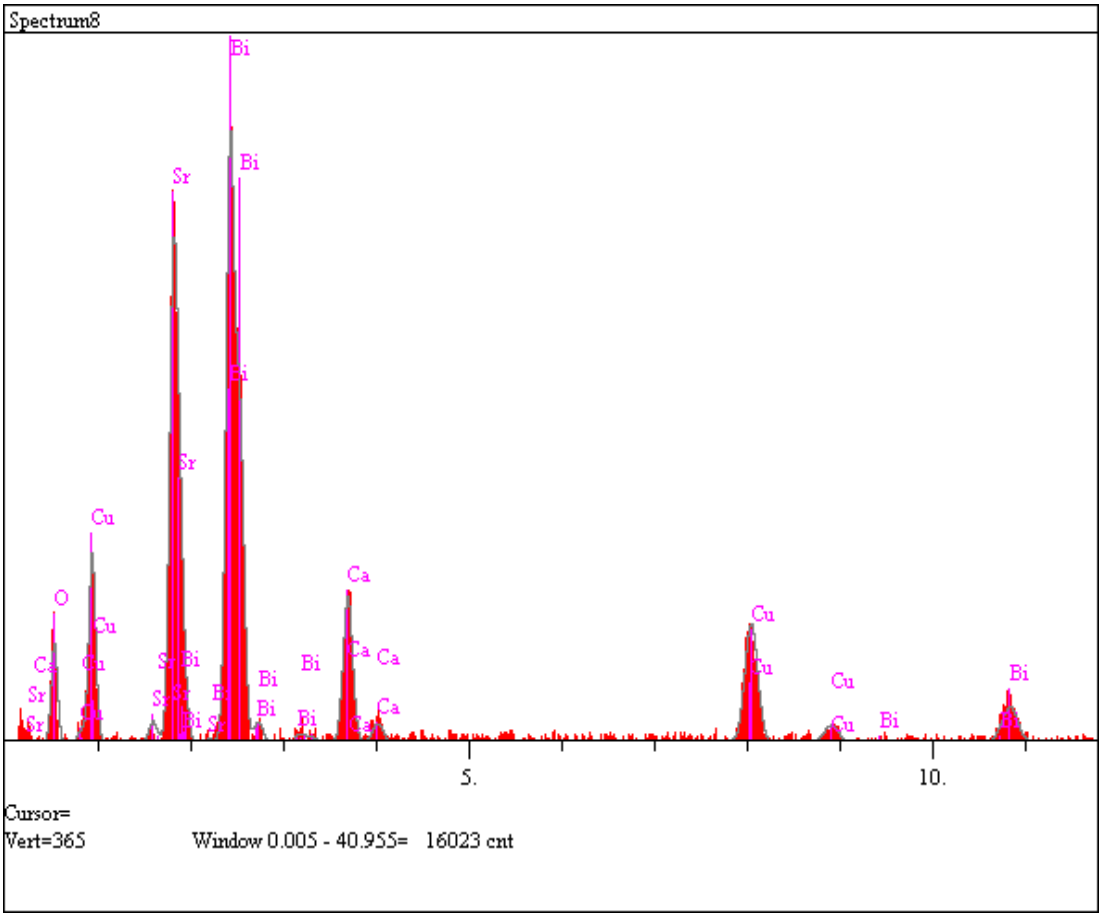
Element	**Şiddet (c/s)**	***Konsantrasyon (%)***
O	12.61	13.622
Ca	24.41	3.980
Cu	31.69	12.080
Sr	65.97	26.563
Bi	11.10	43.755



Şekil 5.15. *E* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.9. *E numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

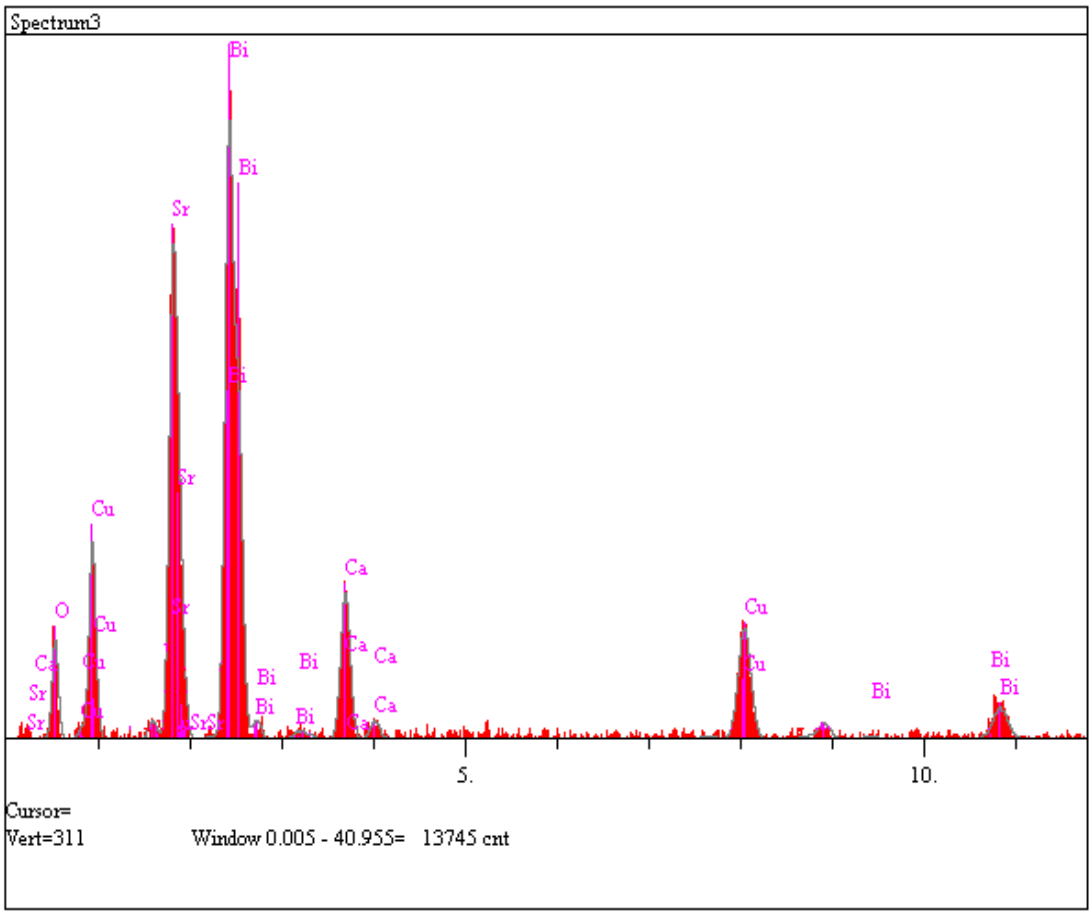
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.33	14.473
Ca	31.64	3.962
Cu	34.85	11.903
Sr	768.48	26.086
Bi	12.03	43.576



Şekil 5.16. *F* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.10. *F numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

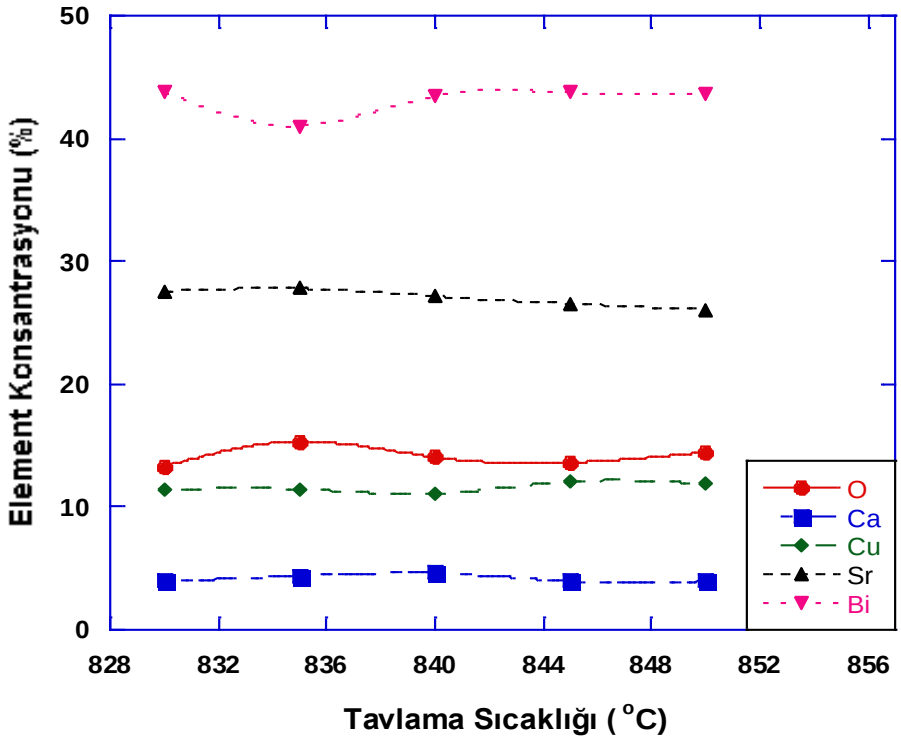
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.33	13.569
Ca	31.64	4.463
Cu	34.85	11.494
Sr	768.48	26.987
Bi	12.03	43.487



Şekil 5.17. *G* numunesine ait EDS görüntüsü

Tablo 5.11. *G numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	12.48	14.064
Ca	27.57	4.627
Cu	28.20	11.086
Sr	66.10	27.172
Bi	10.57	43.051



Şekil 5.18. Numunelerin tavlama sıcaklığı ile element konsantrasyonu arasındaki değişimi

Tablo 5.12. *Tüm numunelere ait element konsantrasyonları*

Element	***Konsantrasyon (%)***						
	A	***B***	***C***	***D***	***E***	***F***	***G***
O	13.553	15.335	14.232	13.622	14.473	13.569	14.064
Ca	4.029	4.393	4.177	3.980	3.962	4.463	4.627
Cu	11.672	11.458	12.143	12.080	11.903	11.494	11.086
Sr	27.813	27.792	27.519	26.563	26.086	26.987	27.172
Bi	42.933	41.023	41.929	43.755	43.576	43.487	43.051

EDS ölçümleri yardımı ile numuneler içersindeki elementler tayin edilmiştir. Tüm numunelerde *Bi, Sr, Ca, Cu* ve *O* elementleri dışında herhangi bir pik gözlemlenmemiştir. Tüm numunelerde tavlama sıcaklığın artması ile element konsantrasyonlarında büyük ölçüde artış gözlenmemiştir. Ancak dalgalanmalar görülmektedir. Bu sonuçlara göre tavlama sıcaklığının ve tavlama süresinin element konsantrasyonu üzerinde önemli bir etkinsinin olmadığını söyleyebiliriz.

5.1.6. Mekanik Özellikler

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerin elektriksel özellikleri yanı sıra teknolojide uygulanabilirliğini arttırmak için mekaniksel özelliklerinin karakterize edilmesi oldukça önem arz etmektedir. Hazırlanan süperiletken numunelerin mekanik özelliklerinin belirlenmek için Vickers mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Malzemelerin mikrosertlik hesaplarının yanı sıra sertliğe bağlı olarak değişen elastik modülü (E) , gerilme (Y) ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) değerleri de malzemeden malzemeye değişen önemli parametrelerdir. Bu değerler, Tablo 5.13 ' te verildiği gibi farklı yükler için hesaplanmıştır.

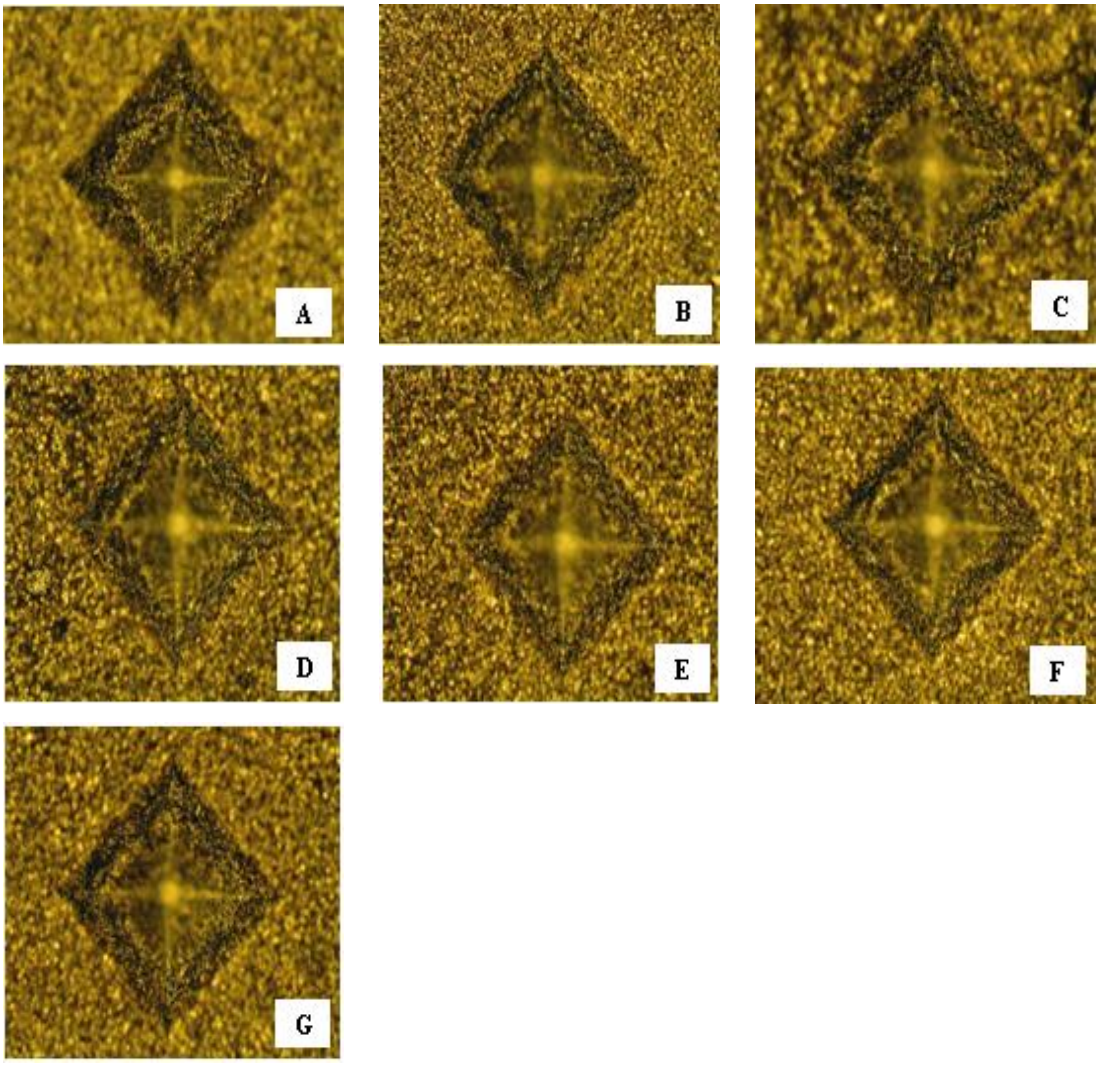
$$H_v = 1854.4\left(\frac{F}{d^2}\right) \tag{5.4}$$

$$E = 81.9635\ H_V \tag{5.5}$$

$$Y \approx\ H_V/3 \tag{5.6}$$

$$K_{ıc} = \sqrt{2E\gamma} \quad (\gamma, \text{yüzey enerjisi}) \tag{5.7}$$

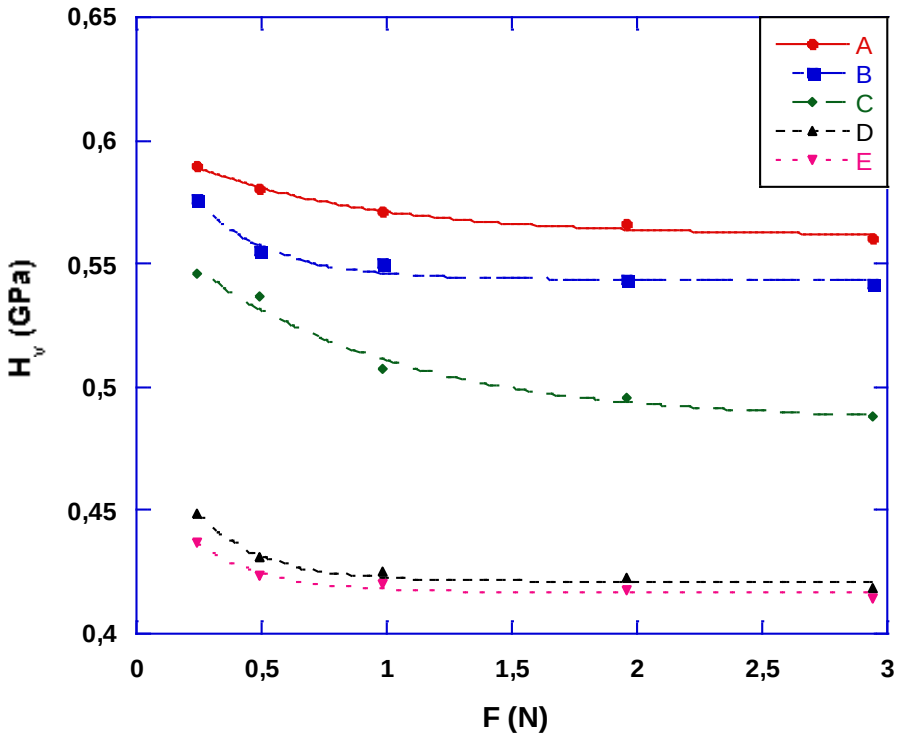
Farklı sıcaklık ve sürelerde hazırlanan katkısız Bi-2212 numunelerinin mikrosertlik ölçümleri SHMADZU HVM-2 model mikrosertlik cihazında yapıldı. Sertliğin uygulanan yükle nasıl değiştiğinin kıyaslayabilmek için numune yüzeyine 0.245 N, 0.490 N, 0.980 N, 1.960 N ve 2.940 N'luk yükler uygulandı. Bu yükler numunelerin yüzeyinde birbirine minimum üç optik iz uzunluğu mesafede olacak şekilde 10 saniye kadar elmas uç ile bastırıldı. Tüm numuneler için farklı yük altında 7 kez ölçüm yapıldı ve optik iz görüntüleri ile beraber diyagonal uzunlukları kaydedildi. Şekil 5.19'da farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde hazırlanan tüm katkısız Bi-2212 numuneleri için uygulanan maksimum yük altındaki optik iz görüntüleri sırasıyla verilmiştir.



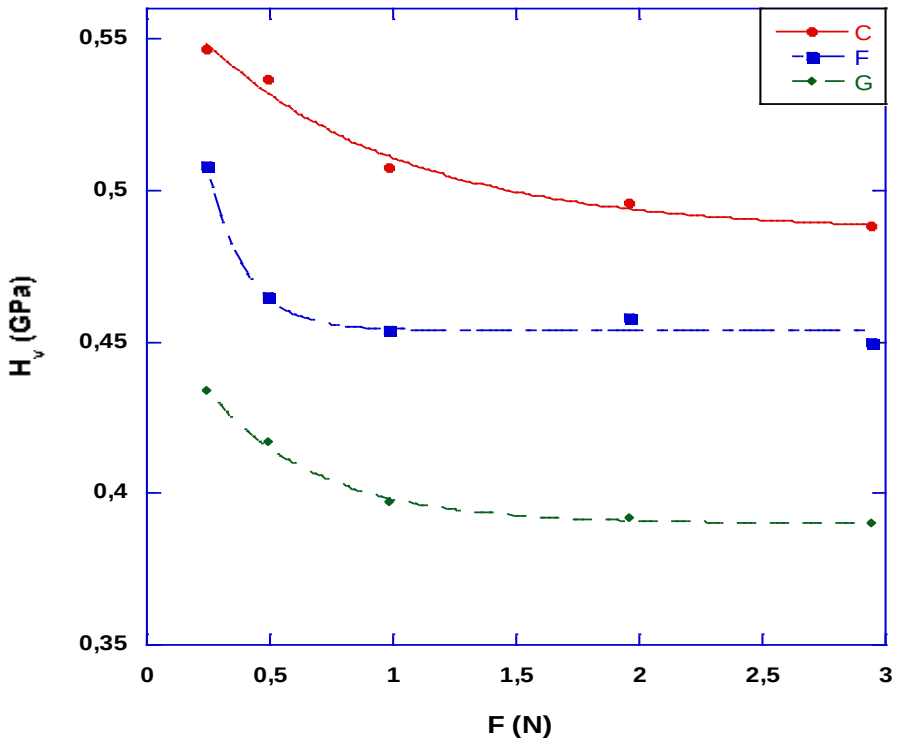
Şekil 5.19. Tüm numunelere ait 2.90 N'luk yük altındaki optik iz görüntüleri

Tablo 5.13. Tüm Katkısız Bi-2212 numunelerine ait H_v, E, Y ve $K_{ıc}$ değerleri

Numuneler	***F (N)***	***d (μm)***	***H_v (GPa)***	***E (GPa)***	***Y (GPa)***	***K_{IC} ($Pa/m^{1/2}$)***
A	0.245	30.460	0.589	48.27	0.196	250.28
	0.490	43.490	0.580	47.53	0.193	248.36
	0.980	62.100	0.571	46.80	0.190	246.44
	1.960	88.290	0.566	46.39	0.188	245.36
	2.940	108.90	0.560	45.90	0.186	244.06
B	0.245	30.570	0.576	47.21	0.192	263.59
	0.490	43.720	0.555	45.49	0.185	258.75
	0.980	62.840	0.550	45.08	0.183	257.58
	1.960	89.560	0.543	44.50	0.181	255.92
	2.940	109.83	0.541	44.34	0.180	255.45
C	0.245	28.830	0.546	44.78	0.182	358.22
	0.490	41.150	0.536	43.98	0.178	355.00
	0.980	59.830	0.507	41.60	0.169	345.27
	1.960	85.620	0.495	40.62	0.165	341.20
	2.940	105.67	0.488	40.01	0.162	338.61
D	0.245	31.810	0.448	36.79	0.149	213.77
	0.490	45.920	0.430	35.31	0.143	209.48
	0.980	65.370	0.425	34.85	0.141	208.05
	1.960	92.760	0.422	34.62	0.140	207.36
	2.940	114.12	0.418	34.31	0.139	206.43
E	0.245	32.230	0.437	35.83	0.145	184.71
	0.490	46.300	0.423	34.73	0.141	181.85
	0.980	65.740	0.420	34.45	0.140	181.12
	1.960	93.300	0.417	34.22	0.139	180.50
	2.940	114.65	0.414	33.99	0.138	179.89
F	0.245	29.880	0.508	41.70	0.169	268.07
	0.490	44.180	0.465	38.15	0.155	256.41
	0.980	63.240	0.454	37.24	0.151	253.33
	1.960	88.090	0.452	37.56	0.152	254.42
	2.940	109.98	0.450	36.94	0.150	252.30
G	0.245	32.350	0.434	35.57	0.144	272.13
	0.490	46.770	0.417	34.17	0.139	266.72
	0.980	67.670	0.397	32.53	0.132	260.24
	1.960	96.370	0.392	32.12	0.131	258.59
	2.940	118.32	0.390	31.96	0.130	257.95



Şekil 5.20. Faklı sıcaklıklar için hazırlan numunelere ait H_v-F grafiği



Şekil 5.21. Faklı süreler için hazırlan numunelere ait H_v-F grafiği

Şekil 5.20 -5.21'de görüldüğü gibi hem tavlama sıcaklığının hem de tavlama süresinin artması ile numunelerin mikrosertlik değerleri azaldı. Burada, tavlama sıcaklığına ve süresine bakılmaksızın, bütün numunelerin mikrosertlik değerlerinin, uygulanan çentici yüke bağlı olduğu kolayca görülebilir *(ISE***,** Indentation Size Effect). Buna ek olarak Şekil 5.20-5.21 incelendiğinde küçük yüklerde sertlik değerinin büyük olduğu görülmektedir. Sıcaklık değerleri kendi aralarında kıyaslandığında sıcaklığın artması ile sertlik değerinin kısmen azaldığı görülür. Ayrıca süreler arasındaki sertlik kıyaslandığında ise sürenin artmasıyla sertlik değerleri azalmıştır.

Tüm numuneler için yüke bağlı olarak E ve Y ve $K_{ıc}$ değerleri hesaplandı (Tablo 5.13). Bütün bu sonuçlar Vickers mikrosertlik (H_v), elastik modül (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) hem sıcaklığın ve sürenin hem de uygulanan yükün artmasıyla azaldı. Bu parametreler önceki çalışmalarında desteklediği gibi uygulanan yüke önemli ölçüde bağlıdır (Arda vd., 2013; Çelik vd., 2013).

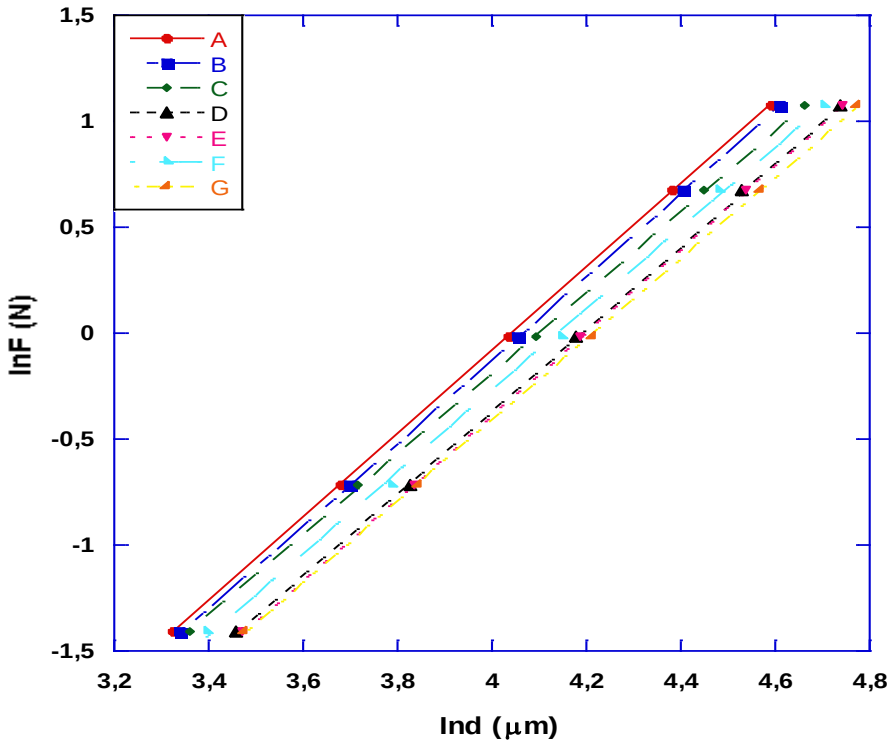
Literatürde malzemenin gösterdiği davranışa göre (*ISE* ya da *RISE*) değişen ve mikrosertliği açıklayan farklı modeller sunulmuştur (Awad, 2011; Zalaoğlu, 2013). Bu çalışmada, Meyer Kanunu, Hays-Kendall Yaklaşımı *(HK),* Orantılı numune direnci (*PSR)* modeli, Modifiye edilmiş orantılı numune direnci modeli (*MPSR*) ve Elastik/Plastik Deformasyon (*EPD*) modeli kullanılarak sertliğe ilişkin karşılaştırmalar yapılmıştır. Aşağıda bu modellerle ilgili incelemeler verilmiştir.

5.1.6.1. Meyer kanunu

Meyer kanunu çentme yükü *F* ve oluşan izin diagonal uzunluklarının ortalaması olan *d* arasındaki ilişkiyi açıklayan basit bir deneysel ifadedir. Buna göre *F* ile *d* arasındaki ilişki

$$F = Ad^{n_k} \tag{5.8}$$

şeklindedir (Tabor et al., 1996). Burada *n, ISE* davranışının bir ölçüsü olan Meyer üssüdür. A bir sabittir. n_k değerinin 2'den büyük olması durumunda *RISE* davranışı, 2'den küçük olması durumunda *ISE* davranışı gözlenirken, n_k *=2* olduğunda ise sertlik yükten bağımsızdır ki bu da bize Kick's yasasını verir (Kolemen vd., 2006; Aydın vd., 2009).



Şekil 5.22. Tüm numunelerin Meyer Kanununa göre *lnF-lnd* grafiği

InF-Ind grafiğinin eğiminden bulunan n_k değerleri tüm numunelerde 2'den küçük çıkmıştır. İncelenen numuneler için Meyer üssü değerinin 2'den küçük çıkması, yüke bağlı yer değiştirme karakterinin *ISE* davranışı şeklinde olduğunu yani sertliğin uygulanan yükle azaldığı sonucunu doğrulamaktadır. Bu veriler Tablo 5.14' te özetlenmiştir.

Tablo 5.14. *Meyer kanununa göre* n_k *ve* lnA_{1k} *değerleri*

Numuneler	n_k	ln_{A1k} ***(GPa)***
A	1.97	-7.92
B	1.95	-7.92
C	1.90	-7.81
D	1.95	-8.07
E	1.96	-8.22
F	1.92	-7.97
G	1.92	-8.07

5.1.6.2. Orantılı Numune Direnci (PSR) modeli

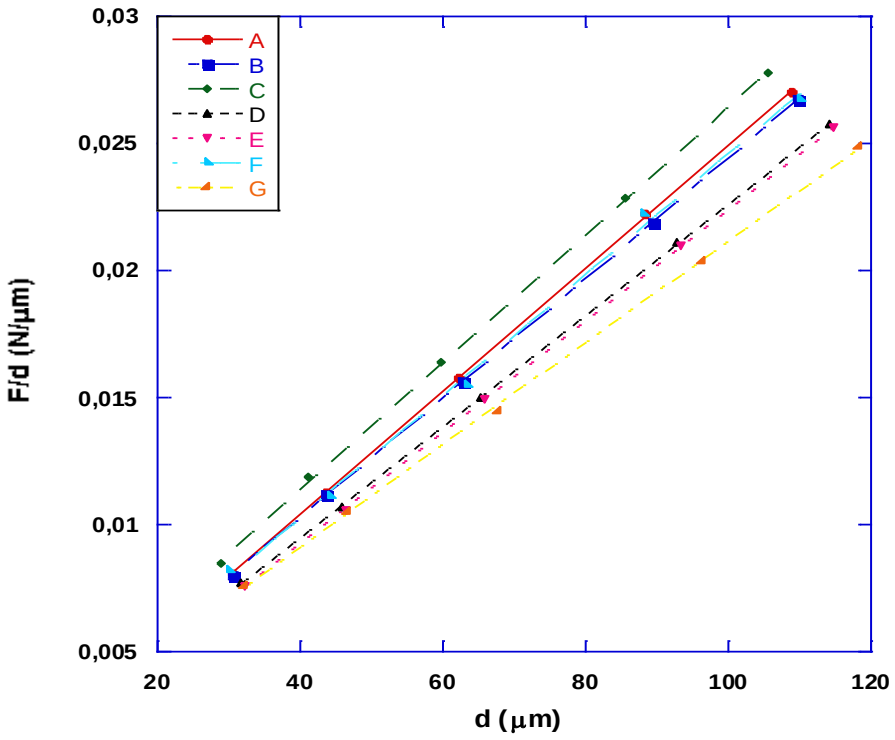
Orantılı numune direnci (PSR) modeli Li ve Bradt tarafından öne sürülmüştür (Li ve Bradt, 1993). Bu model Hays- Kendall yaklaşımının bir modifiyesi olarak düşünülebilir. Bu modelde test numune direncinin sabit olmayıp çentik boyutuyla doğrusal olarak arttığı kabul edilir.

$$F = \alpha d + \beta d^2 \tag{5.9}$$

α ve β değerleri *(F/d)-d* grafiğinden hesaplanır (Şekil 5.23). Li ve Bradt' in analizlerine göre α ve β parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilgilidir. Özellikle β' nın gerçek sertliğin bir ölçüsü olduğu ileri sürülür. Gerçek sertlikten kasıt yükten bağımsız sertlik (H_{PSR})' dir. *PSR* modelinde yükten bağımsız sertlik değeri ise,

$$H_{PSR} = 1854.4\,\beta \tag{5.10}$$

bağıntısı ile hesaplanır.



Şekil 5.23 Tüm numunelerin PSR modeline göre F/d-d grafiği

Tablo 5.15'dan de görüldüğü gibi, α değeri tüm numunelerde pozitif çıkmıştır. Bu durum *ISE* davranışı gösteren tüm numunelerde plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonun da olduğunu doğrular. β ise sertlik değerini bulmak için kullanılan bir parametredir. Tablo 5.15'de *PSR* modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri verilmiştir. Şekil 5.20-5.21'de numunelerin platoya geçiş değerleri, J.B, Quinn ve V.D, Quinn (1997) yaklaşımına göre, *PSR* modeli ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinden oldukça uzaktır (Quinn et al., 1997; Aşıkuzun vd., 2012). Bu sebeple, *PSR* modelinin malzemelerin gerçek sertlik değerlerinin belirlenmesinde yetersiz olduğu açıkça görülmektedir.

Yükten bağımsız H_{PSR} değerini kullanarak, yükten bağımsız elastik modülü (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) değerleri de Denklem (5.5), (5.6) ve (5.7) ile hesaplanıp Tablo 5.16' de verilmiştir. Yüke bağlı değerlerle kıyaslandığında, yükten bağımsız E_0 ve Y_0 değerleri azalmıştır. Tüm bu sonuçlar ışığında malzemelerimiz için elde ettiğimiz sonuçlar literatürle uyum içerisindedir diyebiliriz (Çelik vd., 2013; Asıkuzun vd., 2012).

Tablo 5.15. *PSR modeline göre H_{PSR}, α ve β değerleri*

Numuneler	***α x10^{-5} (N/ µm)***	***β x10^{-5} (N/µm^2)***	***H_{PSR} (GPa)***	***H_v (GPa)***
A	64.89	29.54	0.547	0.560-0.566
B	73.59	25.86	0.479	0.541-0.543
C	143.27	25.01	0.463	0.488-0.495
D	62.10	22.04	0.408	0.418-0.422
E	47.60	21.96	0.407	0.414-0.417
F	86.16	23.69	0.439	0.450-0.458
G	104.10	20.06	0.371	0.390-0.392

Tablo 5.16. *Tüm numunelere ait H_0, E_0, Y_0 ve $K_{ıc}$ değerleri*

Numuneler	***H_0 (GPa)***	***E_0 (GPa)***	***Y_0 (GPa)***	***$K_{ıc}$ ($Pa/m^{1/2}$)***	***H_v (GPa)***
A	0.547	44.83	0.182	241.20	0.560-0.566
B	0.479	39.26	0.159	240.38	0.541-0.543
C	0.463	37.94	0.154	329.75	0.488-0.495
D	0.408	34.44	0.136	203.80	0.418-0.422
E	0.407	33.35	0.135	178.21	0.414-0.417
F	0.439	35.98	0.146	249.00	0.450-0.458
G	0.371	30.40	0.123	250.33	0.390-0.392

5.1.6.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) modeli

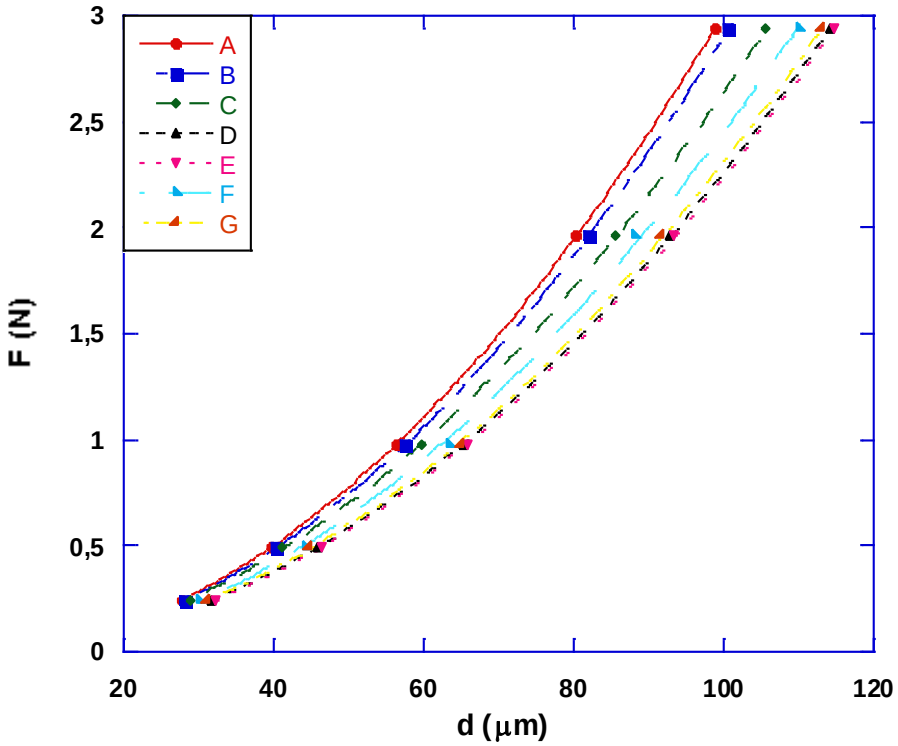
Çeşitli malzemelerde *ISE* davranışını incelemek için Gong ve arkadaşları (1999) tarafından *PSR* modelinin aşağıdaki gibi modifiye edilmesi önerildi (Gong et al., 1999).

$$F = W_{MPSR} + A_{0MPSR}d + A_{1MPSR}d^2 \tag{5.11}$$

Bu modele göre A_{0MPRS} ve A_{1MPRS} parametrelerinin fiziksel anlamı *PSR* modelinde ifade edilenler ile aynıdır. Bunlar numunelerin işlenmesi (kesme v.b) ya da parlatılması esnasında oluşan zor ya da zorlanmalarla ilişkilidir. Bu modele göre yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{MPSR} = 1854.4\, A_{1MPSR} \tag{5.12}$$

bağıntısıyla hesaplanır. W_{MPSR}, A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri ile bunlarla ilişkili yükten bağımsız sertlik değerleri Tablo 5.17' de verilmiştir. Tablodan da görüldüğü gibi, *MPSR* modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri plato bölgesindeki sonuçlardan oldukça uzaktır. Bu yüzden *MPSR* modeli numunelerin mekanik özelliklerini açıklamada yetersizdir.



Şekil 5.24. Tüm numunelerin MPSR modeli göre *F-d* grafiği

Tablo 5.17. *MPSR modeline göre* H_{MPSR}, W_{MPSR}, A_{0MPSR} *ve* A_{1MPSR} *değerleri*

Numuneler	W_{MPSR} ***(N)***	A_{0MPSR} $x10^{-5}$ ***(N/μm)***	A_{1MPSR} $x10^{-5}$ ***(N/μm²)***	H_{MPSR} ***(GPa)***	H_v ***(GPa)***
A	0.025	166.69	28.70	0.532	0.560-0.566
B	0.069	41.72	28.61	0.530	0.541-0.543
C	0.014	200.36	24.56	0.455	0.488-0.495
D	0.0004	62.03	22.05	0.408	0.418-0.422
E	0.0024	55.08	21.91	0.406	0.414-0.417
F	0.028	180.56	23.03	0.427	0.450-0.458
G	0.028	5.60	20.74	0.384	0.390-0.392

5.1.6.4. Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modeli

Klasik sertlik ölçme testlerinde çentik boyutu, çentici uç numune üzerinden kaldırıldıktan sonra ölçülür. Elastik geri kazanım uç kaldırıldıktan sonra gözlenen çentik izinin civarında ortaya çıkacaktır. Böylece çentik boyutu belli bir dereceye kadar küçülecektir. Bu etkiyi dikkate alan Tarkanian (Tarkanian et al., 1973) doğru

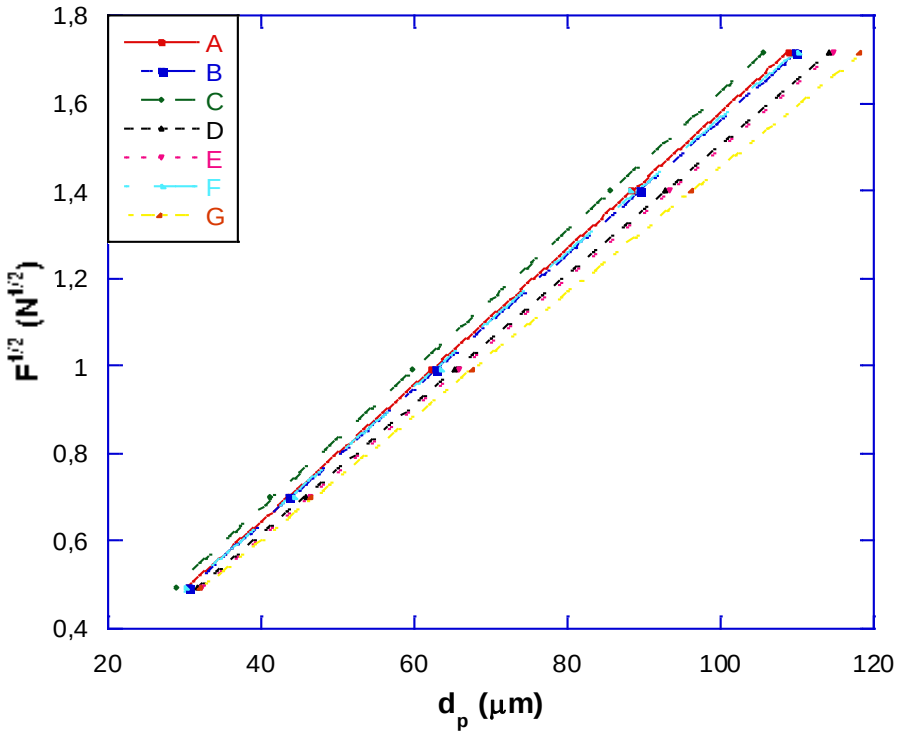
bir sertlik değeri elde etmek için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terim eklenmesini önermiştir.

$$F = A_2(d_p + d_e)^2 \tag{5.13}$$

Burada, d_e plastik deformasyon ile oluşan izin boyutuna (d_p) eklenen düzeltme terimidir. Ayrıca bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{EPD} = 1854.4\, A_2 \tag{5.14}$$

ile hesaplanmaktadır.



Şekil 5.25. Tüm numunelerin EPD modeline göre $F^{1/2}$-d_p grafiği

$F^{1/2}$- d_p grafiğin eğimi kullanılarak A_2 ve d_e değerleri hesaplanabilir. Bu model analiz edildiğinde, Tablo 5.18'den de görüldüğü gibi tüm numuneler için grafiğin *y* eksenini kestiği noktadan bulunan d_e değeri pozitif çıkmıştır. Yani uygulanan tüm yüklerde plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonda gözlenmiştir. Yük *10s* süre ile uygulanıp çentici uç kaldırıldığında izin olduğu kısımda bir miktar elastik geri dönüşüm gözlenmiştir. Literatürde de yer aldığı gibi bu durum sadece *ISE* davranışı gösteren numunelerde gözlenir (Ma and Clarke, 1995). Bu numunelerde *ISE*

davranışının gözlenmesindeki sebepte plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonun da oluşmasıdır. Bunun terside mümkündür yani sadece plastik deformasyonda olabilir. Bu malzemelerde ise d_e değeri negatif bulunur (Fröhlich et al., 1977). Bu sonuç ise *RISE* (Reverse Indentation Size Effect) davranışı gösteren malzemelerde gözlenir (Oliver et al., 1986; Michels and Frischat, 1982). Bu malzemelerde sertlik uygulanan yükün artmasıyla artar.

Tablo 5.18. *EPD modeline H_{EPD}, A_2 ve d_e değerleri*

Numuneler	***A_2 ($N/\mu m^2$)***	***d_e (μm)***	***H_{EPD} (GPa)***	***H_v (GPa)***
A	0.017	0.018	0.535	0.560-0.566
B	0.016	0.020	0.474	0.541-0.543
C	0.015	0.043	0.464	0.488-0.495
D	0.014	0.020	0.408	0.418-0.422
E	0.014	0.065	0.407	0.414-0.417
F	0.015	0.026	0.439	0.450-0.458
G	0.014	0.035	0.363	0.390-0.392

5.1.6.5. Hays-Kendall yaklaşımı

Hays-Kendall bir numune üzerinde kalıcı bir deformasyon oluşturmak için bir minimum yük seviyesinin (W) olduğunu ileri sürmüşlerdir (Hays and Kendall, 1982; Yılmazlar vd., 2007). W, numunenin uygulanan yüke karşı gösterdiği dirençtir. Eğer uygulanan yük bu direnci aşamazsa kalıcı bir deformasyon oluşmaz. Sadece elastik deformasyon gözlenir. Hays-Kendall bu durumu dikkate alarak numunede kalıcı deformasyona neden olan etkin yükün $F_{etkin}=F-W_{HK}$ ile orantılı olduğu belirtmiş ve bu denklem ile verilmiştir.

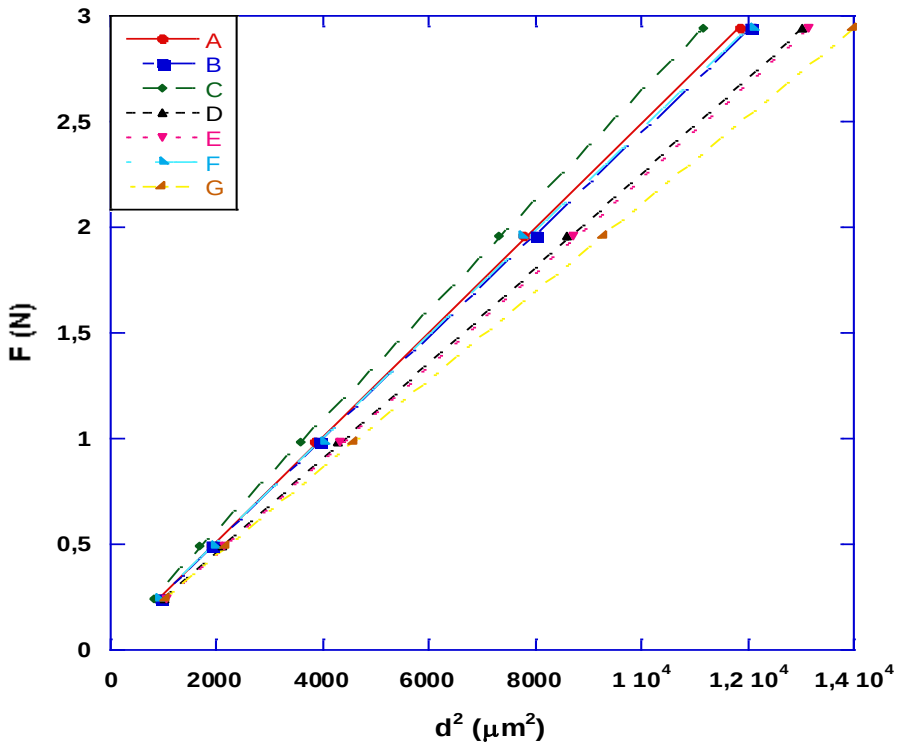
$$F - W_{HK} = A_{1HK} d^2 \tag{5.15}$$

Burada A_1 uygulanan yükten bağımsız bir sabittir. W_{HK} ve A_{1HK} değerleri F-d^2 grafiğinden hesaplanır. Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{HK} = 1854.4\, A_{1HK} \tag{5.16}$$

ile hesaplanmaktadır. Şekil 5.26' teki grafiğinin eğiminden yararlanarak A_{1HK} değerini hesaplayabiliriz. Tablo 5.19'da yükten bağımsız sertlik değeri (H_{HK}), W_{HK} ve A_{1HK} değerleri verilmiştir.

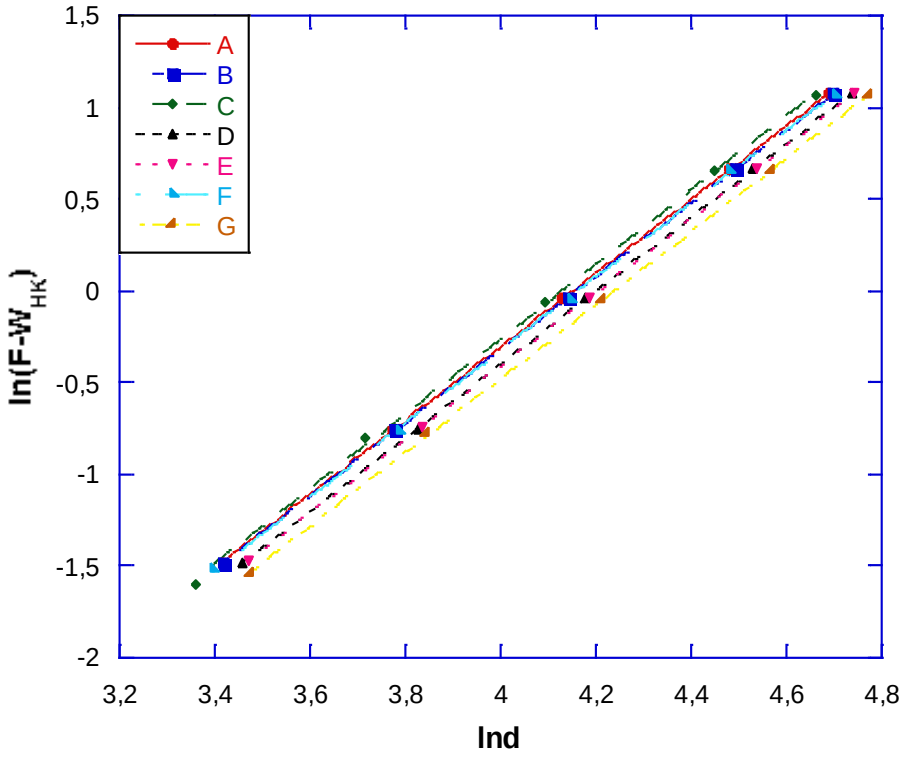
W_{HK} değerinin pozitif çıkması, uygulanan yükün hem plastik hem de elastik deformasyon oluşturmak için yeterli olduğu şeklinde yorumlanabilir (Awad et al., 2011; Ma and Clarke, 1995). Bu sonuca göre hem farklı sıcaklıklarda hem de farklı sürelerde tavlanan tüm numunelerde plastik ve elastik deformasyon birlikte gözlenmiştir.



Şekil 5.26. Tüm numunelerin Hays- Kendall yaklaşımına göre F-d^2 grafiği

Tablo 5.19. *Hays-Kendall yaklaşımına göre H_{HK}, W_{HK} ve A_{1HK} değerleri*

Numuneler	***A_{1HK} x10^{-5}***	***W_{HK} (N)***	***n_{HK}***	***H_{HK} (GPa)***	***H_v (GPa)***
A	29.99	0.019	2.0080	0.556	0.560-0.566
B	28.93	0.018	1.9924	0.536	0.541-0.543
C	26.02	0.042	2.0350	0.482	0.488-0.495
D	22.46	0.018	2.0030	0.416	0.418-0.422
E	22.28	0.014	2.0031	0.413	0.414-0.417
F	24.29	0.025	2.0030	0.450	0.450-0.458
G	20.78	0.030	2.0038	0.385	0.390-0.392



Şekil 5.27. Tüm numunelerin ln(F-W_{HK})-lnd grafiği

Tablo 5.20. *PSR, MPSR, EPD ve HK modelleri kullanılarak plato bölgesindeki yüke bağlı ve yükten bağımsız Vickers mikrosertlik değeri*

Numuneler	***H_v (GPa) (plato bölgesi)***	***H_{PSR} (GPa)***	***H_{MSPR} (GPa)***	***H_{EPD} (GPa)***	***H_{HK} (GPa)***
A	0.560-0.566	0.547	0.532	0.535	0.556
B	0.541-0.543	0.479	0.530	0.474	0.536
C	0.488-0.495	0.463	0.455	0.464	0.482
D	0.418-0.422	0.408	0.408	0.408	0.416
E	0.414-0.417	0.407	0.406	0.407	0.413
F	0.450-0.458	0.439	0.427	0.439	0.450
G	0.390-0.392	0.371	0.384	0.363	0.385

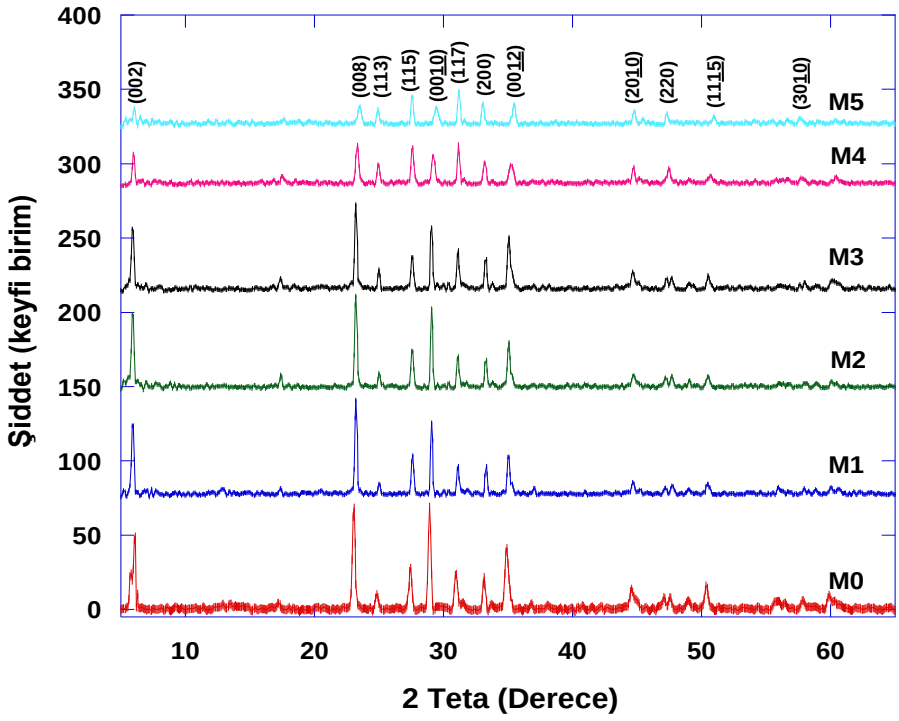
Tüm bu sertlik analizlerinde sonra şunları söyleyebiliriz. *ISE* davranışı gözlenen numuneler için, diğer modeller ile kıyaslandığında *HK* modeli ile bulunan sertlik değeri, plato (doyum) bölgesindeki sertlik değerine oldukça yakın bulunmuştur. Literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda, yükten bağımsız sertlik

değerinin plato bölgesine yakın olması gerektiği vurgulanmaktadır (Sangwal, 2000; Upit and Varchenya, 1966). Bu nedenle Hays-Kendall modeli bu çalışmada kullanılan ve *ISE* davranışı gösteren numunelerin mikrosertlik analizinin yapılmasında ve mekanik özelliklerinin tespitinde kullanılabilecek en uygun modeldir.

5.2. b) Bi-2212 süperiletkenine belirlenen oranlarda Nd_2O_3 katkılanması

Katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 süperiletken numunelerin XRD, SEM, EDS ve özdirenç analizleri sonucunda optimum sıcaklık değeri 840 ^oC ve optimum süre ise 72 saat olarak tespit edildi. Daha sonra katkısız Bi-2212 hazır süperiletken tozuna, Nd_2O_3 katkısı x=%0, %0.001, %0.005, %0.01, % 0.05 ve %1.0 oranlarında yapıldı. Ayrıca bu çalışmada pratik olması bakımından Nd_2O_3 katkılı numunelerine sırasıyla *M0*, *M1*, *M2*, *M3*, *M4* ve *M5* isimleri verildi. Hazırlanan tüm Nd_2O_3 katkılı numuneler optimum sıcaklık ve sürede ısıl işleme tabi tutulmuştur.

5.2.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi



Şekil 5.28. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait XRD grafiği

Optimum sıcaklık ve sürede hazırlanan *M0, M1, M2, M3, M4 ve M5* numunelerinin *XRD* ölçümleri $3<2\theta<60$ aralığında 0.5 derece/dakika tarama hızıyla yapılmıştır. Elde edilen *XRD* pikleri Şekil 5.28' de gösterilmektedir. Şekilde verilen *XRD* verilerinin (*hkl*) piklerinden örgü parametreleri belirlendi ve en küçük kareler yöntemi kullanılarak bu parametreler hesaplandı. Tablo5.21'de örgü parametreleri ve hacim oranları verilmiştir. Bu tablodan da görüldüğü gibi *Nd* katkısının artmasıyla numunelere ait *c* parametresi azalmıştır. *c* örgü parametresindeki azalma, +3 değerli nadir toprak elementleri +2 değerli Sr ya da Ca ile yerdeğiştirdiğinde ortama eklenen 1 elektron oksijen içeriğinde bir artmaya neden olur. Oksijendeki bu fazlalık, oksijen bakımından yetersiz olan *Bi-O* ikili düzlemleri tarafından alınır. Sonuçta, *Bi-O* tabakalarındaki pozitif yük azalır ve böylece pozitif yükler arasındaki itici güç azalır, bağlanmalar daha sıkı olur. Bu davranış *Bi-O* tabakalarını küçültür ve *c* ekseninin uzunluğunun azalmasına neden olur (Karaca vd., 2003; Okada, 2000).

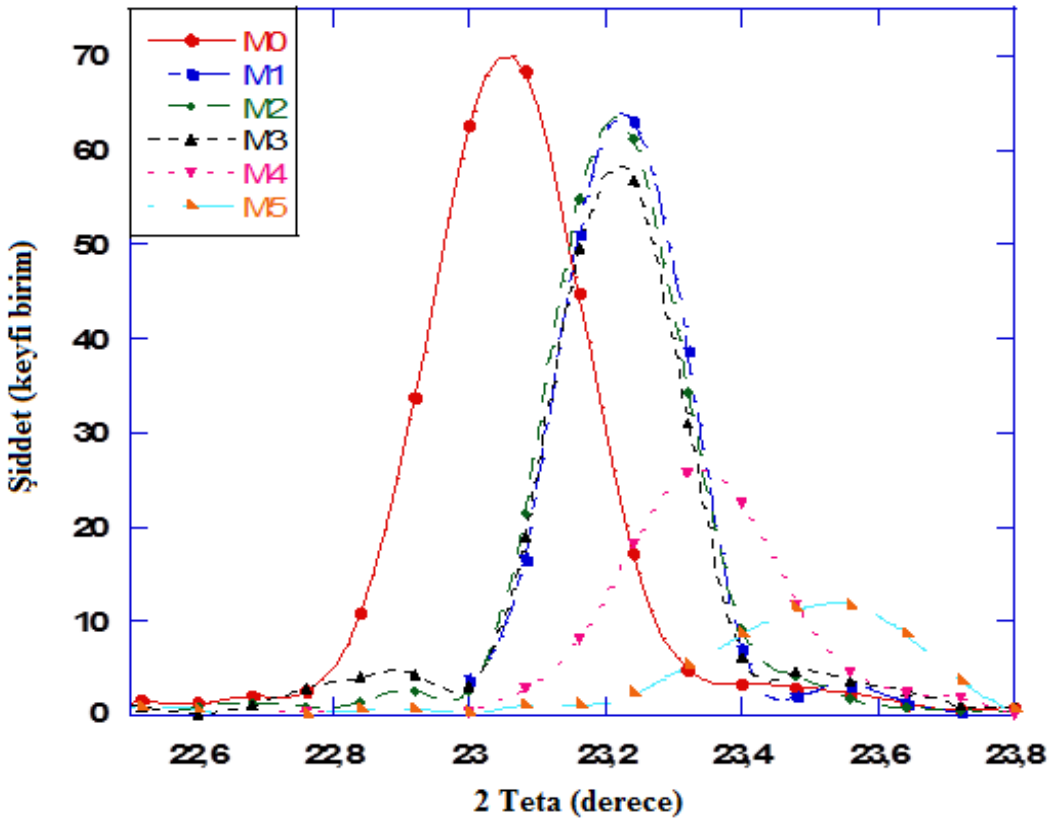
Tablo 5.21. *Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait a ve c örgü parametreleri ile hacim oranları*

Numuneler	***c (Å)***	***a (Å)***	***Hacim oranları***	
			%Bi-2212	***%Bi-2201***
M0	30.54	5.35	95	5
M1	30.49	5.37	96	4
M2	30.45	5.38	93	7
M3	30.43	5.39	91	9
M4	30.26	5.40	86	14
M5	30.06	5.41	78	22

Nd katkısının artması ile *a* örgü parametresinde de artış olmuştur. *Nd* katkısı ile ortamda fazla elektronların bulunmasından dolayı *Cu* atomlarının etkin değerliği azalmıştır. Bunun sonucunda, *Cu-O* bağ uzunluğunun artmasına bağlı olarak *a* örgü parametresinin büyümesine neden olmuştur (Runde et al., 1995; Godeke et al., 2008).

Katkı miktarının değişimine göre hacim oranlarına baktığımızda düşük sıcaklık fazının (%V2212) katkı ile azaldığı, çok düşük sıcaklık fazının (%V2201) ise katkı ile arttığı bulunmuştur. Bunun yanı *XRD* verileri kullanılarak *Scherrer–Warren* bağıntısıyla *Nd* katkılı *Bi-2212* numunelerinin tanecik büyüklükleri hesaplanmıştır

(Shi et al., 2004; Jiang et al., 2007). Sonuç olarak tanecik büyüklüğü katkı ile azalmıştır. Bu sonucu *SEM* görüntüleri de desteklemektedir.



Şekil 5.29. Numunelerin (008) düzlemine ait XRD pikleri

Şekil 5.29'da (008) düzleme ait *XRD* piki verilmiştir. Pikler Nd_2O_3 katkısının artması ile daha büyük açılara kaymıştır. Bu kayma, katkı artışı ile *c* ekseninin azaldığının bir göstergesidir. Ayrıca Şekil 5.29' dan da açıkça görüldüğü gibi katkı oranının artmasıyla piklerin şiddetlerinde azalma gözlemlenmiştir. Bunun sebebi olarak *Nd* katkısı ile taneciklerin küçülmesi gösterilebilir.

5.2.2. Tanecik Büyüklüğünün Hesaplanması

Nd katkılı Bi-2212 süperiletken numunelerinin tanecik büyüklüğü denklem (5.3) kullanılarak hesaplandı. Tablo 5.22'de numunelerin tanecik büyüklükleri verilmiştir.

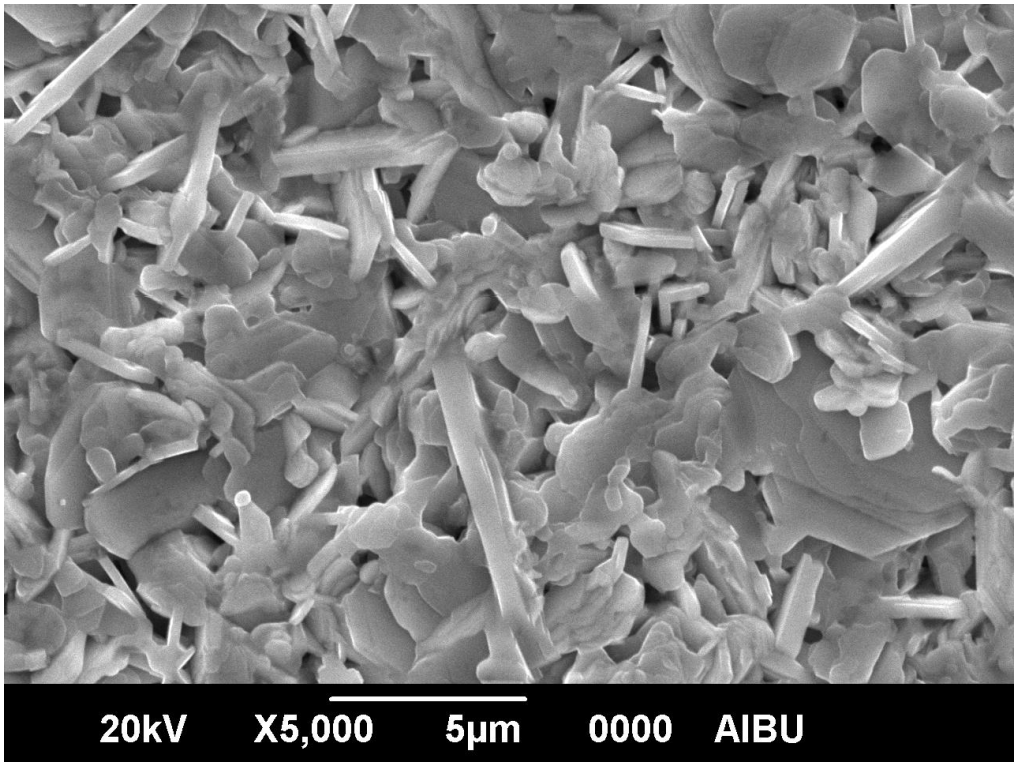
Tablo 5.22. *Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait tanecik büyüklüğü*

Numuneler	***Tanecik büyüklüğü(Å)***
M0	107.86
M1	97.29
M2	85.41
M3	61.85
M4	47.38
M5	34.33

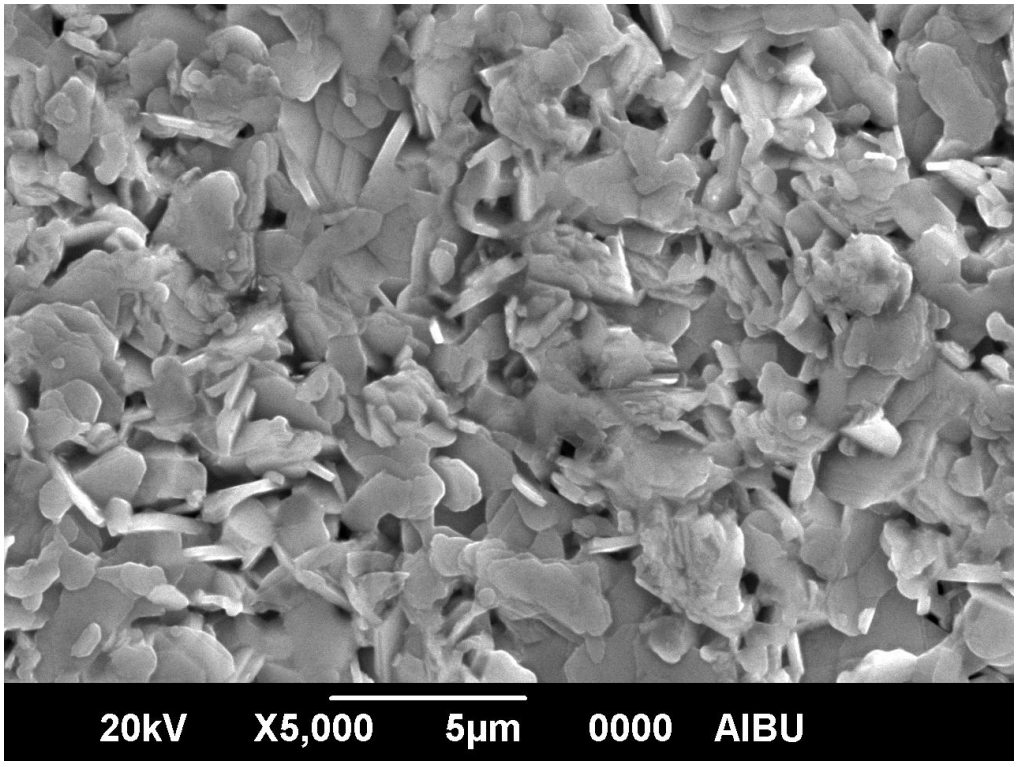
Farklı Nd_2O_3 katkılarına göre veriler analiz edildiğinde 840 $^{o}C^{'}$ de 72 saat tavlanan katkısız *M0* numunesinin tanecik büyüklüğünün en fazla olduğu bulunmuştur. Ayrıca katkı ile tanecik büyüklüğü azalmıştır. Bu sonucu *SEM* görüntüleri de desteklemektedir.

5.2.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

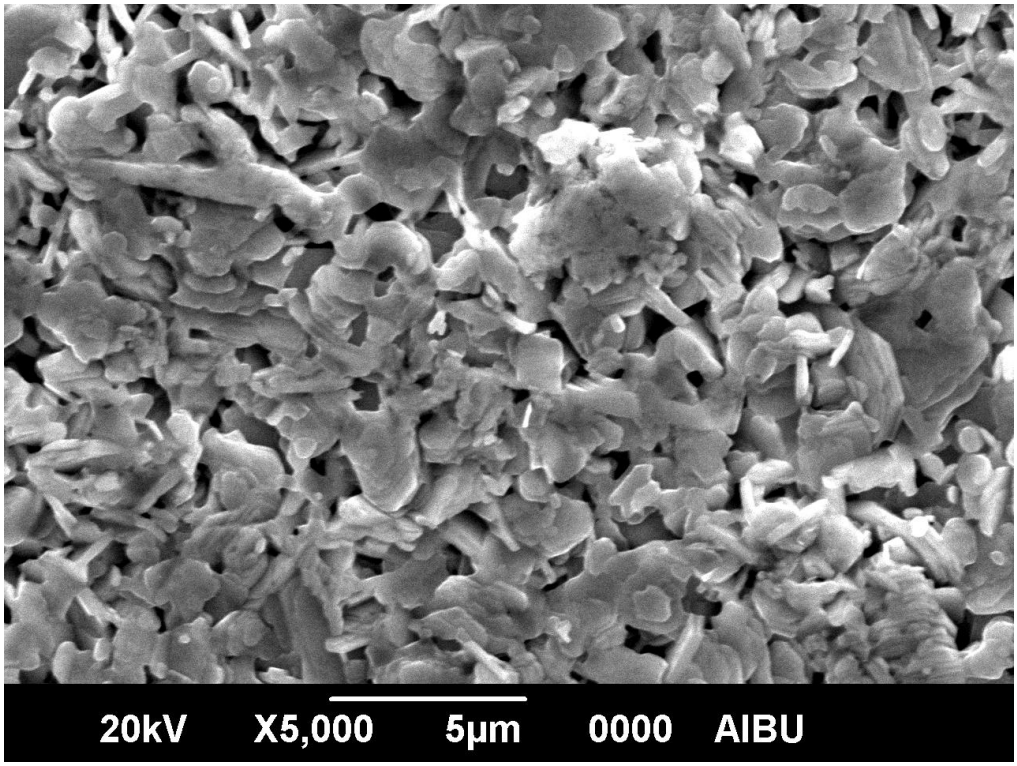
Şekil 5.30 da M0 numunesinin yüzey yapısının iğnemsi yapıda olduğu görülmektedir. *Nd* katkı miktarı arttıkça iğnemsi yapıdan yapraksı yapılara geçiş olmuştur. Ancak maksimum *Nd* katkısı olan *M5* numunesinde yüzey yapısında erime gözlenmiştir (Şekil 5.35). Bunların yanı sıra *M0* numunesi diğer katkılı numunelere göre daha az gözenekli ve daha büyük tanecik yapısına sahiptir. Elde ettiğimz SEM görüntüleri diğer sonuçlarımızla da uyum içersindedir.



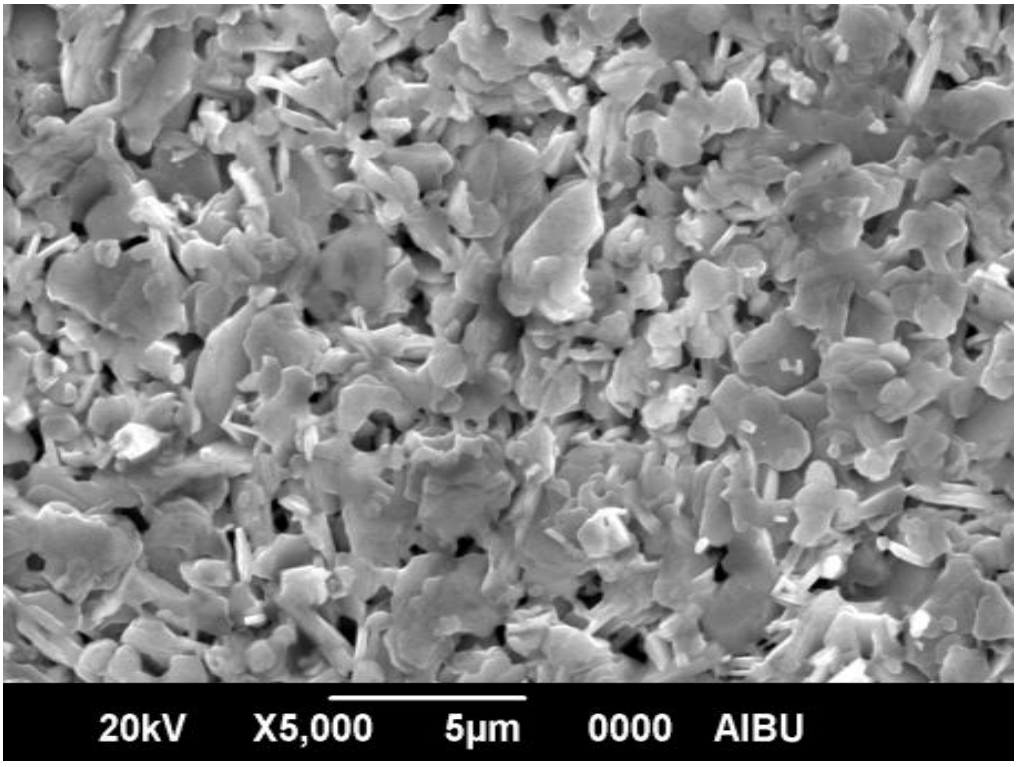
Şekil 5.30. *M0* numunesine ait SEM görüntüsü



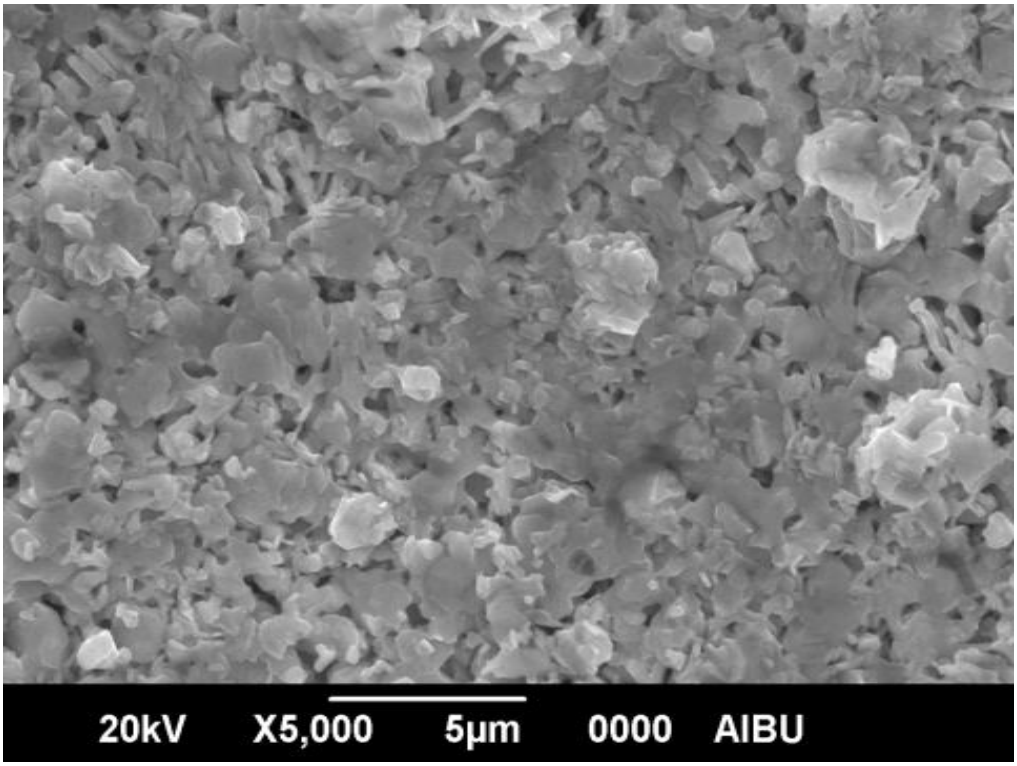
Şekil 5.31. *M1* numunesine ait SEM görüntüsü



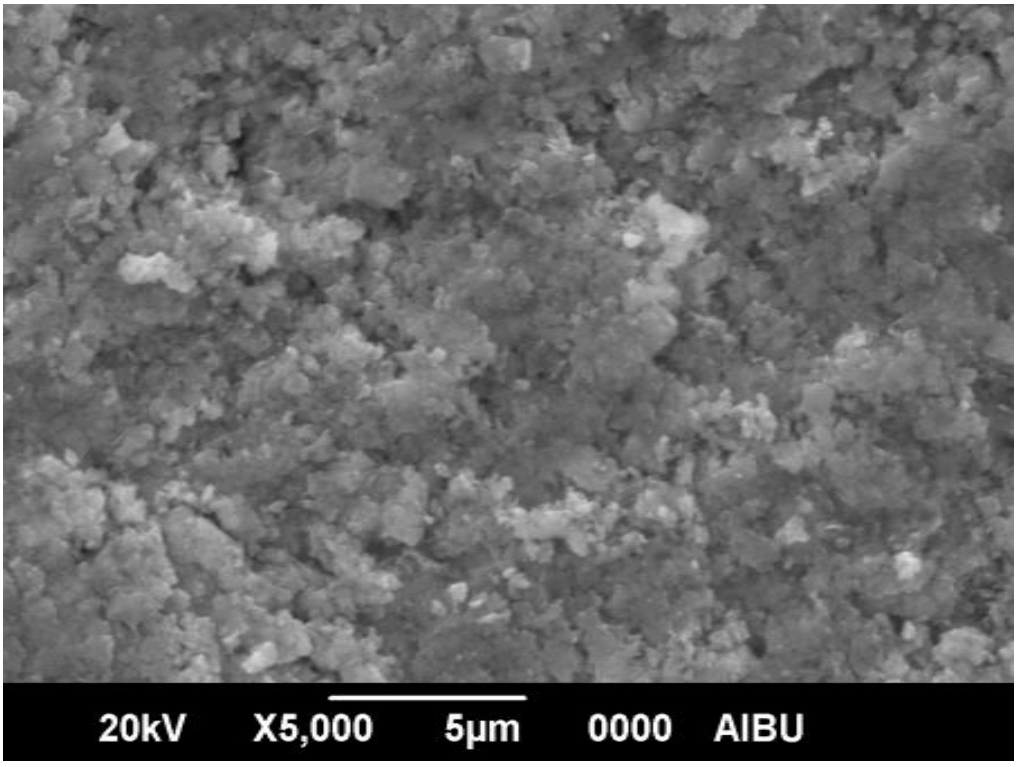
Şekil 5.32. *M2* numunesine ait SEM görüntüsü



Şekil 5.33. *M3* numunesine ait SEM görüntüsü



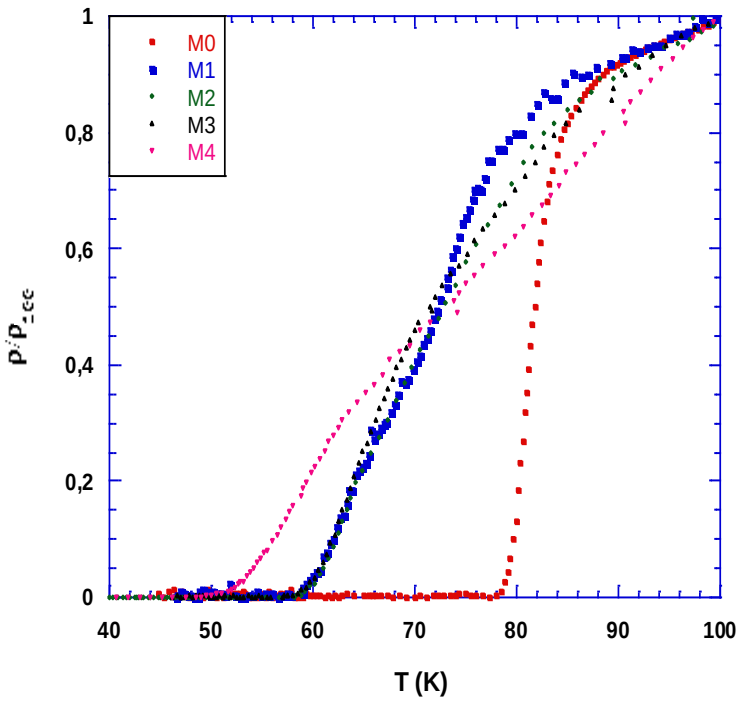
Şekil 5.34. *M4* numunesine ait SEM görüntüsü



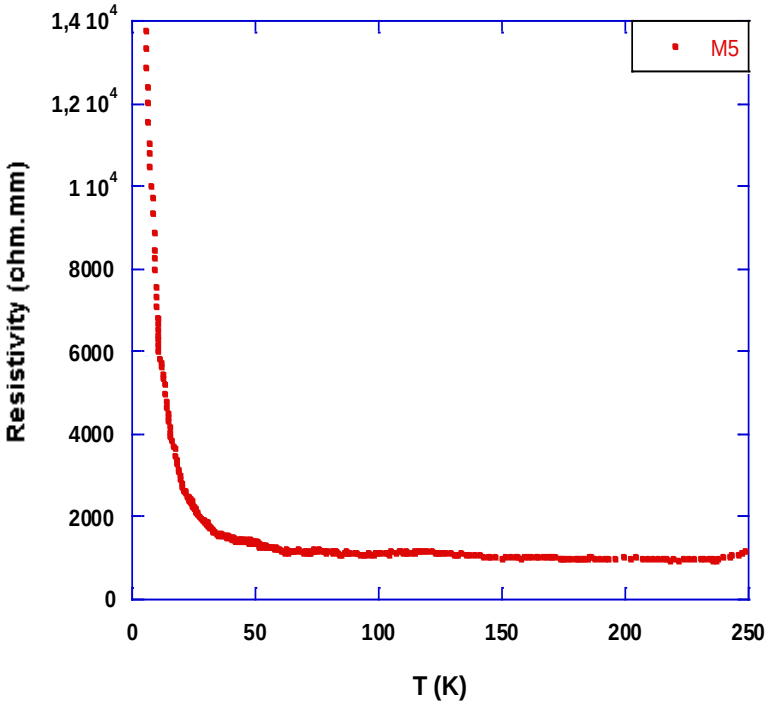
Şekil 5.35. *M5* numunesine ait SEM görüntüsü

5.2.4. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Numunelerin süperiletkenlik özellikleri üzerine Nd_2O_3 katkısının etkisini incelemek amacıyla elektriksel özdirenç ölçümü yapılmıştır. Şekil 5.36 *M0, M1, M2, M3* ve *M4* numunelerinin (*T=100K*) normalize özdirençlerinin sıcaklıkla değişimini göstermektedir. Ayrıca Şekil 5.37' de ise *M5* numunesine ait özdirenç-sıcaklık grafiği verilmiştir. *M5* numunesi hariç tüm numunelerde T_c değerinin üzerinde metalik davranış gözlenmiştir. Bi-2212 sistemine Nd_2O_3 katkısının en yüksek olduğu *M5* numunesi, yalıtkan özellik göstermiştir. Nd_2O_3 katkısının artmasıyla taneler küçülmüş ve böylece temas noktaları artmış, buna bağlı olarak oda sıcaklığı özdirenci Tablo 5.23'den de görüldüğü gibi artmıştır. Numunelerin sıfır dirençlilik (*R=0*) gösterdiği sıcaklıklar *M0, M1, M2, M3 ve M4* numuneleri için sırasıyla *78.90 K, 26 K, 26 K, 27 K* ve *35 K* olarak bulunmuştur.



Şekil 5.36. Numunelere ait normalize edilmiş özdirenç-sıcaklık grafiği



Şekil 5.37. *M5* numunesine ait özdirenç grafiği

Nd_2O_3 katkısı ile T_c^{offset} değerlerindeki azalma Bi-2201 fazının artmasıyla ilişkilendirilebilir. Tablo 5.23 de T_c^{onset} *ve* ΔT_c değerleri gösterilmiştir. ΔT_c değerleri katkı ile arttığı görülmektedir. Nd_2O_3 katkısının artmasıyla özdirencin artması, süperiletkenler arasındaki zayıf bağların ve safsızlık fazlarının varlığından kaynaklanabilir.

Tablo 5.23. *Numunelere ait* T_c^{offset}, ΔT *ve oda sıcaklığı özdirenç değerleri*

Numuneler	T_c^{offset} ***(K)***	ΔT $(T_c^{onset}$-$T_c^{offset})$	***Oda Sıcaklığı Özdirenci ρ (Ω.mm)***
M0	78.90	5.89	0.100
M1	59	26	0.101
M2	59	26	0.146
M3	58	27	0.273
M4	50	35	0.404

Normal metallerde akım, elektronlarla taşınırken yüksek sıcaklık süperiletkenlerde ise hem elektronlar hem de hollerle (boşluklarla) taşınır. Taşıyıcı yük konsantrasyon

(p) değeri süperiletkendeki CuO_2 tabakaları ile ilişkilendirilmektedir. Ayrıca kritik sıcaklık (T_c) ile taşıyıcı yük konsantrasyonu (p) arasındaki bağıntı,

$$p = 0.16 - \left[\left(1 - \frac{T_c}{T_c^{max}}\right) \Big/ 82.6 \right]^{\frac{1}{2}} \qquad (5.17)$$

şeklindedir. p, CuO_2 tabakalarında birim Cu atomu başına düşen hol sayısıdır. T_c^{max} değeri, ulaşılan en yüksek T_c değeridir. T_c^{max}, Bi-2212 fazı için 85 K'dir (Yazıcı, 2010; Akça, 2010; Asıkuzun vd., 2011).

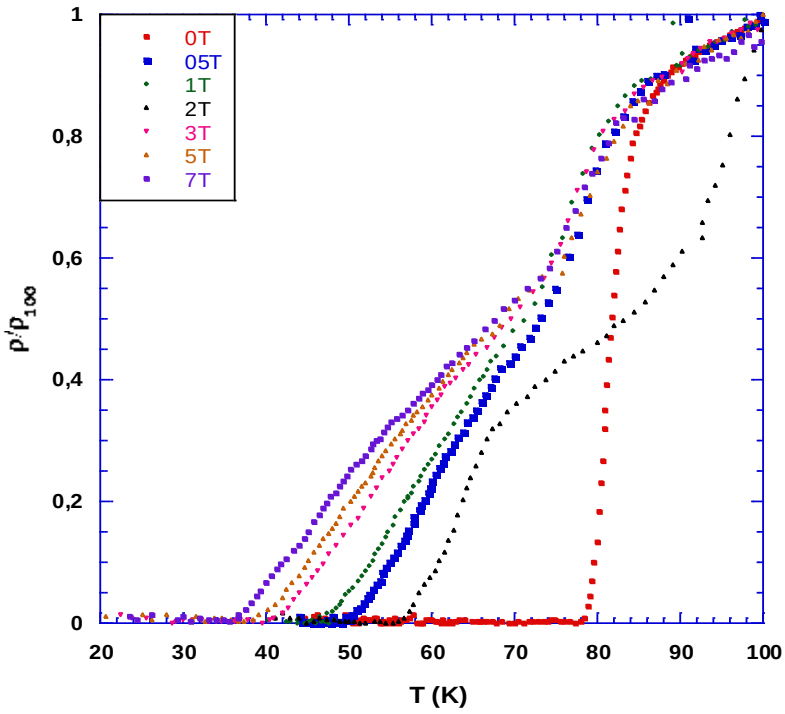
Tablo 5.24'de taşıyıcı yük konsantrasyonu verilmiştir. Katkı arttıkça taşıyıcı konsantrasyonu da azaldığı bulunmuştur.

Tablo 5.24. *Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait taşıyıcı yük konsantrasyon değerleri*

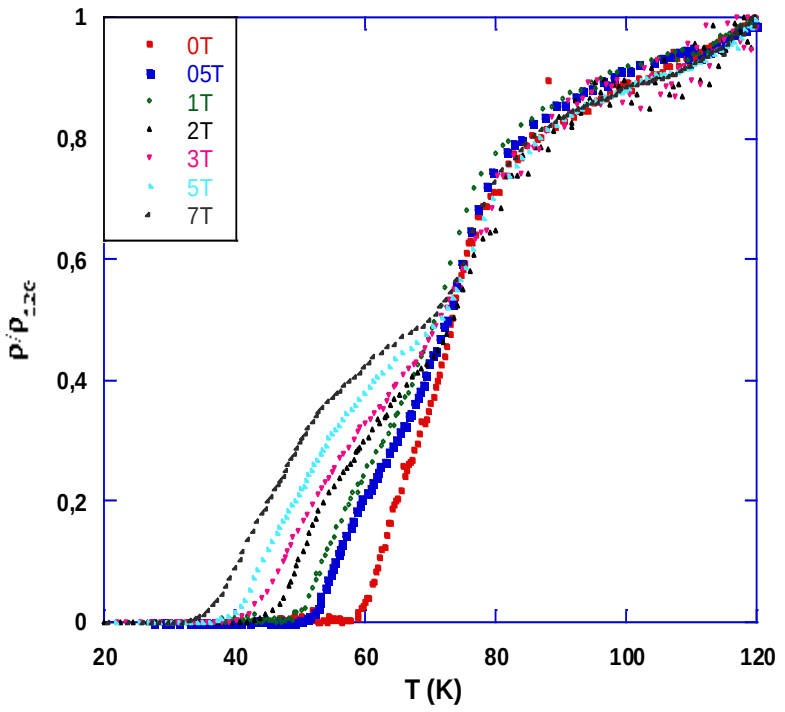
Numuneler	***Taşıyıcı Yük Konsantrasyonu(p)***
M0	0.105
M1	0.099
M2	0.099
M3	0.098
M4	0.089

5.2.5. Manyetik Özdirenç Ölçümleri

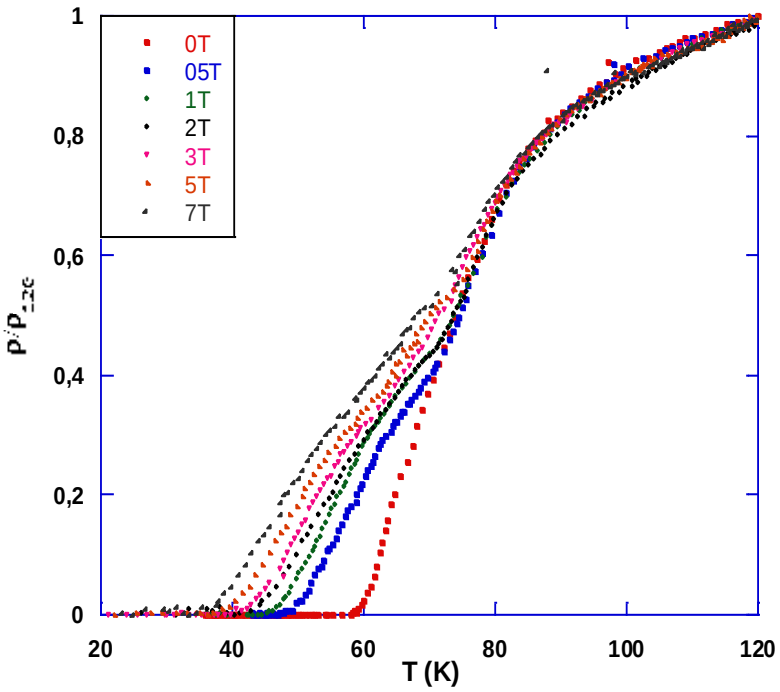
Elektriksel özdirenç ölçümlerinin yanı sıra *M0, M1, M2, M3* ve *M4* numuneleri için 0 T, 0.5 T, 1 T, 2 T, 3T, 5 T ve 7 T manyetik alanlar altında *20 K-120 K* aralığında manyetik özdirenç ölçümleri yapıldı.



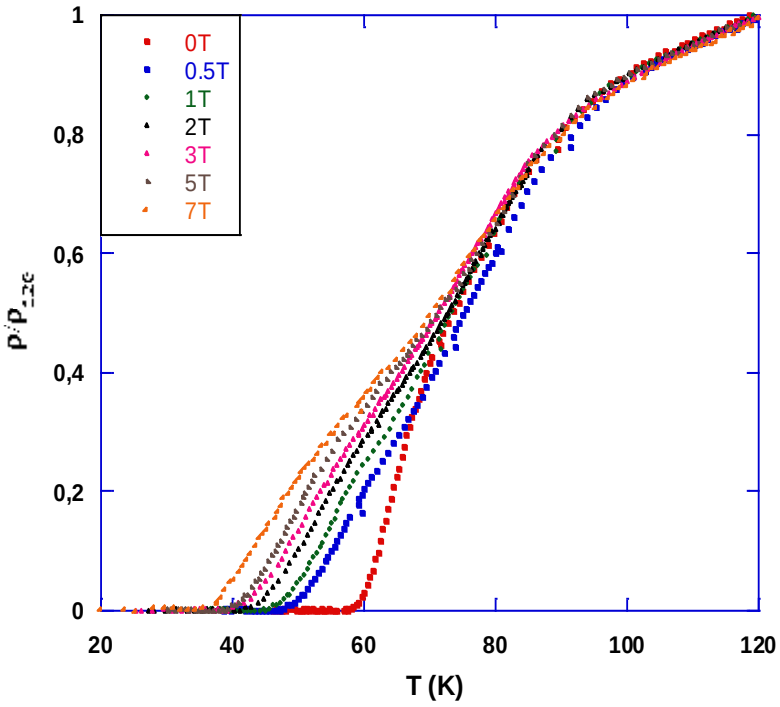
Şekil 5.38. *M0* numunesine ait *ρ-T* grafiği



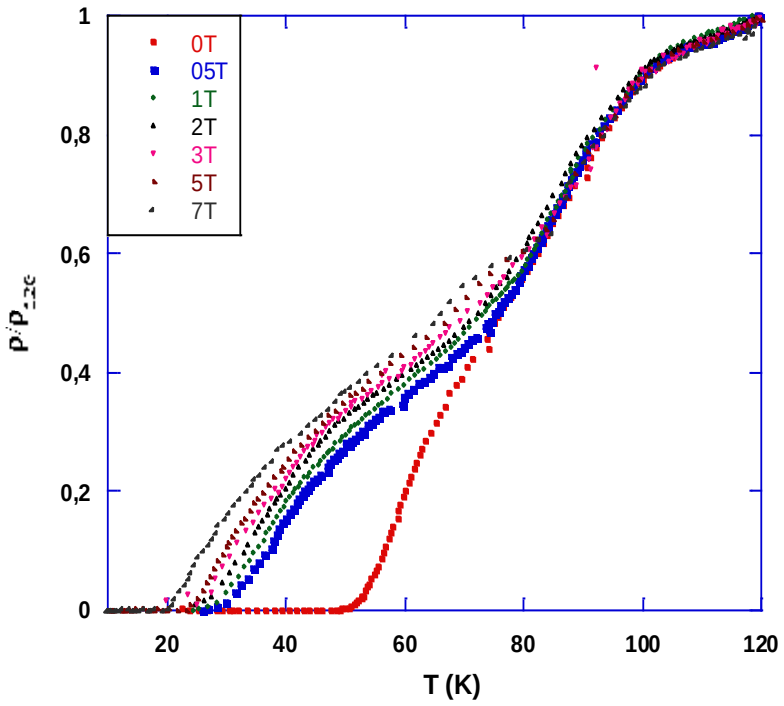
Şekil 5.39. *M1* numunesine ait *ρ-T* grafiği



Şekil 5.40. *M2* numunesine ait *ρ-T* grafiği



Şekil 5.41. *M3* numunesine ait *ρ-T* grafiği



Şekil 5.42. *M4* numunesine ait ρ-T grafiği

Grafiklerden de açıkça görüldüğü gibi tüm numunelerde manyetik alanın artmasıyla T_c^{offset} değerlerinde önemli ölçüde bir azalma gözlemlenmiştir. Fakat T_c^{onset} değerinde ise T_c^{offset}'in aksine çok küçük bir azalma olmuştur. Malzemelerin T_c^{onset} değeri süperiletken durumuna ait taneciklerin geçişi ile ilgilidir (Dogruer vd., 2012). T_c^{offset} ise hacim oranları ya da taneleri arası bileşenlerin özellikleri ile ilişkilidir (Yazici vd., 2012). Bundan dolayı uygulanan manyetik alan çoğunlukla süperiletken malzemelerin taneler arası çiftlerini etkiler ve numunenin T_c^{onset} değerleri önemli ölçüde değişmezken T_c^{offset} değerleri fluxonların hareketinden dolayı uygulanan manyetik alanla birlikte önemli oranda azalır (Bhalla et al.,2003; Moodera et al., 1988).

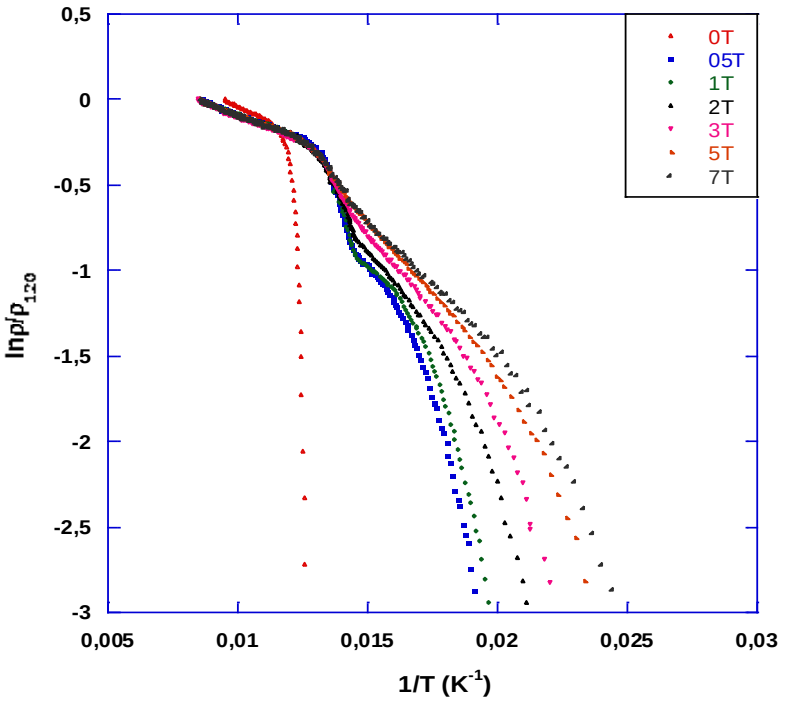
Bu çalışmada, özdirenç eğrilerinin kuyruk kısımları uygulanan manyetik alanın artmasıyla daha düşük sıcaklıklara kaymıştır. Bu sonuçlar baz alınarak hazırlanan numunelerin T_c değerlerinin hem katkı ile hem de manyetik alanın artmasıyla azaldığı görülmüştür. Bu azalma safsızlık fazlarının ve süperiletken tanecikler arasındaki zayıf bağların (weak link) varlığı ile açıklanabilir (Liyanawaduge et al., 2012).

Tablo 5.25. *Farklı manyetik alanlardaki numunelere ait manyetik özdirenç ölçümleri*

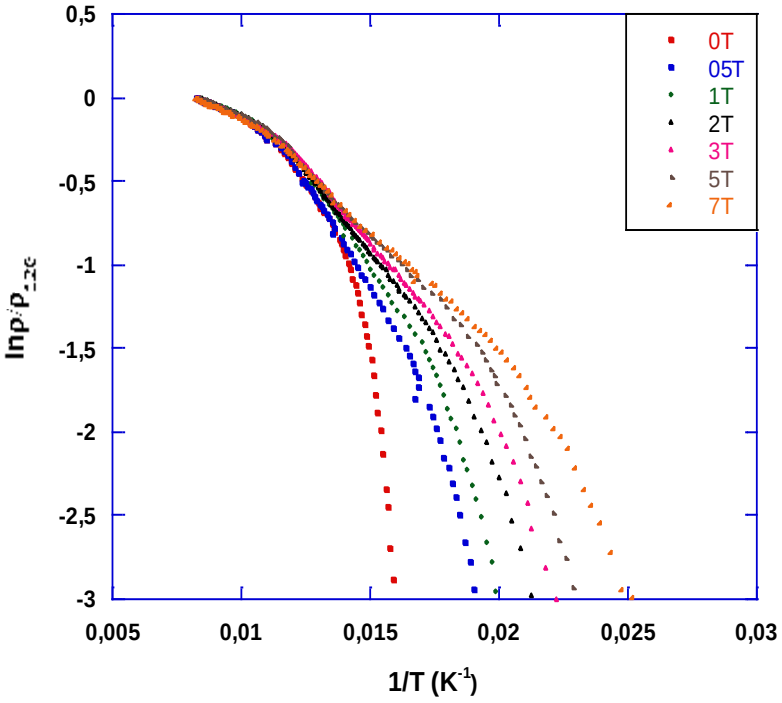
Numuneler	T_c^{offset} ***(K)***						
	0T	***0.5T***	***1T***	***2T***	***3T***	***5T***	***7T***
M0	78.90	52	52	47	45	43	42
M1	59	51	46	42	39	37	35
M2	59	49	45	40	39	36	34
M3	58	47	45	40	39	35	34
M4	50	28	26	24	24	23	20

5.2.6. Aktivasyon Enerji Hesaplamaları

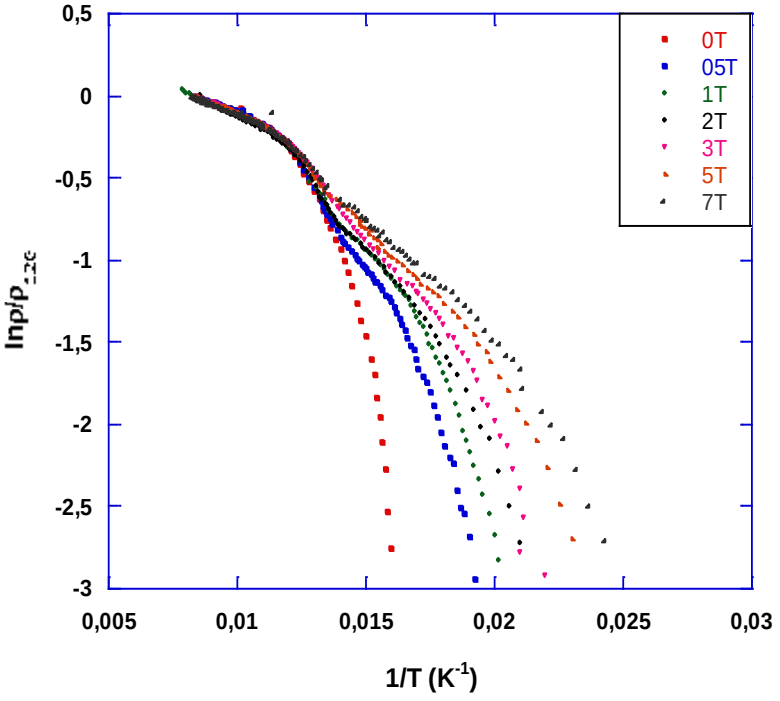
Numunelerin aktivasyon enerjilerini (U_o) hesaplamak için, özdirenç ölçümleri kullanılarak Arrhenius grafiği olarak bilinen lnp/p_0 karşı 1/T grafiği çizildi (Doğruer vd., 2012). Aktivasyon enerjileri düşük özdirenç bölgesinin doğrusal kısmının eğiminden hesaplandı.



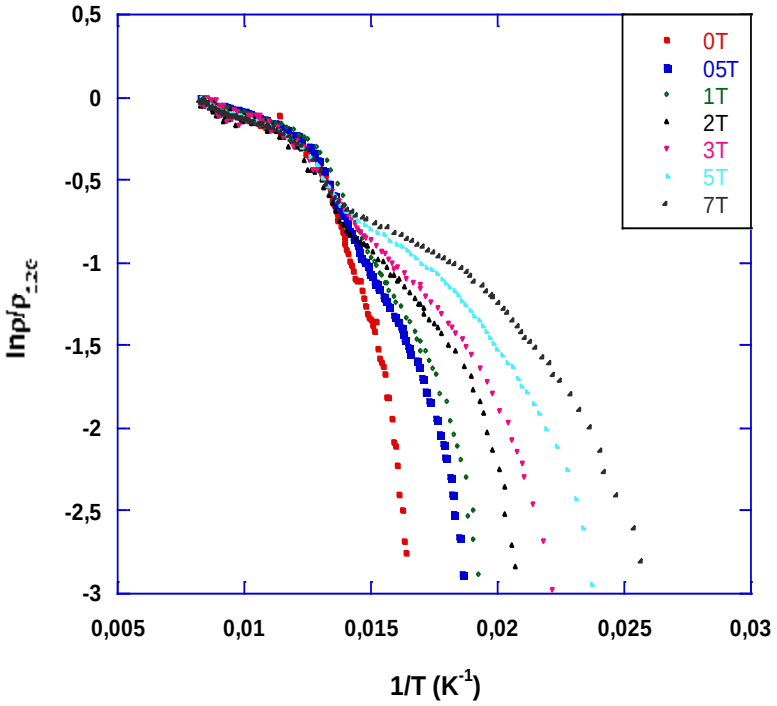
Şekil 5.43. *M0* numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi



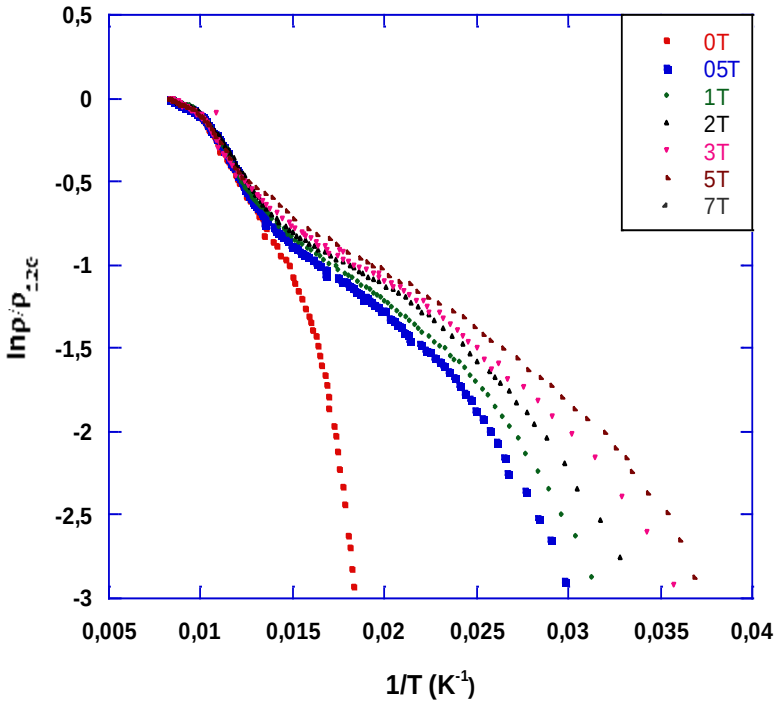
Şekil 5.44. *M1* numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi



Şekil 5.45. *M2* numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi



Şekil 5.46. *M3* numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi



Şekil 5.47. *M4* numunesine ait lnp/p_0 -1/ T eğrisi

Numunelerin aktivasyon enerjileri Denklem (1.6) kullanılarak Tablo 5.26'da verilmiştir. Bu sonuçlara göre, aktivasyon enerjileri hem Nd_2O_3 katkısının hem de manyetik alanın artması ile azalmıştır. Ayrıca tüm numuneler benzer karakteristik eğriler göstermiştir.

1T' ya kadar önemli ölçüde azalan U_o, daha yüksek manyetik alan değerlerinde çok az azalmıştır. Çünkü *1T*' nın altında uygulanan alan sadece taneler arası bölgeye girer. Ayrıca hazırlanan numuneler aynı manyetik alan değerleri altında farklı enerji değerleri göstermiştir. Bu sonuç tanecikler arasında numunelerin çeşitli süperiletkenlik seviyelerinin varlığının ispatıdır (Alberecht et al. 1998; Govea-Alcaide et al., 2007).

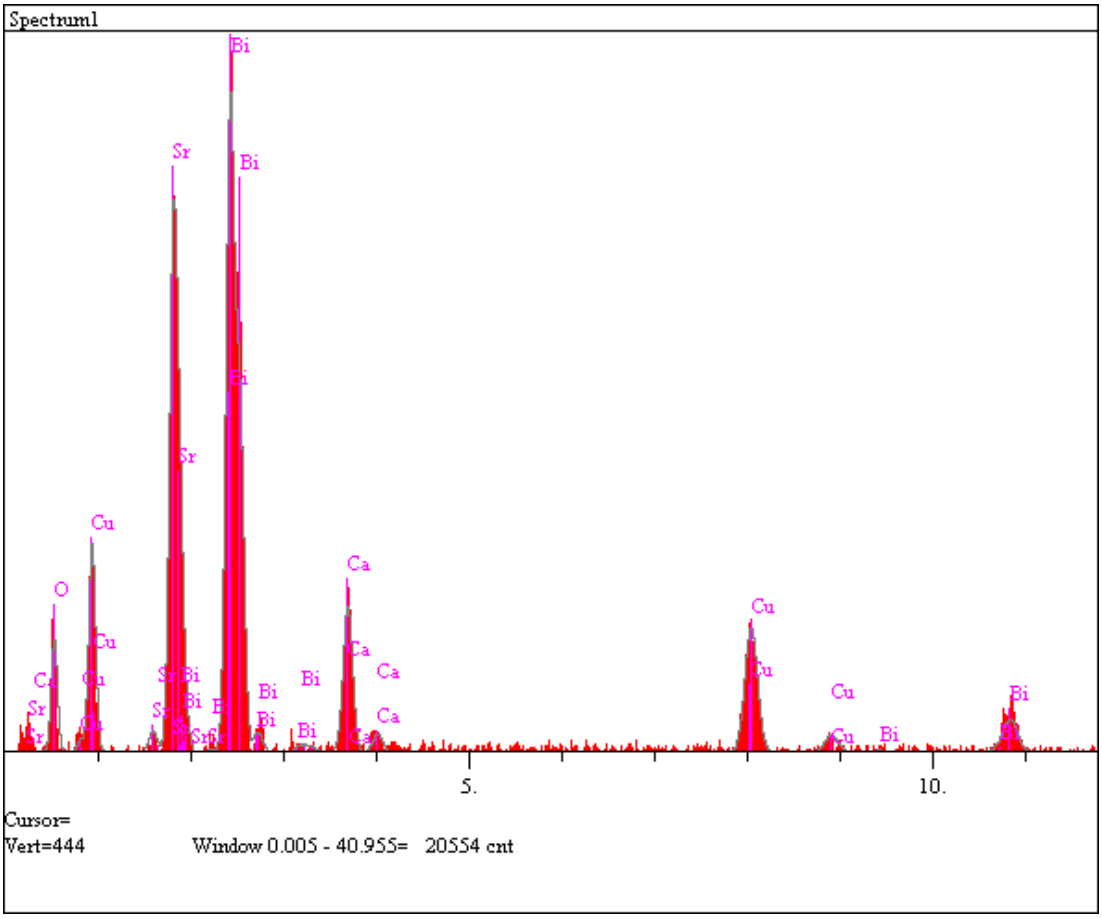
Tablo 5.26. *Numunelere ait aktivasyon enerji değerleri*

Numuneler	***Aktivasyon Enerjileri (J/mol)***						
	0T	***0.5T***	***1T***	***2T***	***3T***	***5T***	***7T***
M0	7766	4034	3648	2740	2616	1995	1830
M1	5945	3966	3478	3145	2880	2620	1630
M2	5404	3860	3408	2582	2081	1848	1546
M3	5313	3663	3279	2367	1983	1835	1504
M4	2519	1340	1247	828	847	817	550

Bu sonuçlara göre aktivasyon enerjisinin uygulanan alana ve Nd_2O_3 katkısına bağlılığı gözeneklilik, taneciklerin rastgele yönelimleri (grain misorientations) ve yapı içindeki tabakalar arasındaki zayıf bağlantılar ile ilişkilendirilebilir.

5.2.7. Enerji Dağılım Spektrum (EDS) Analizi

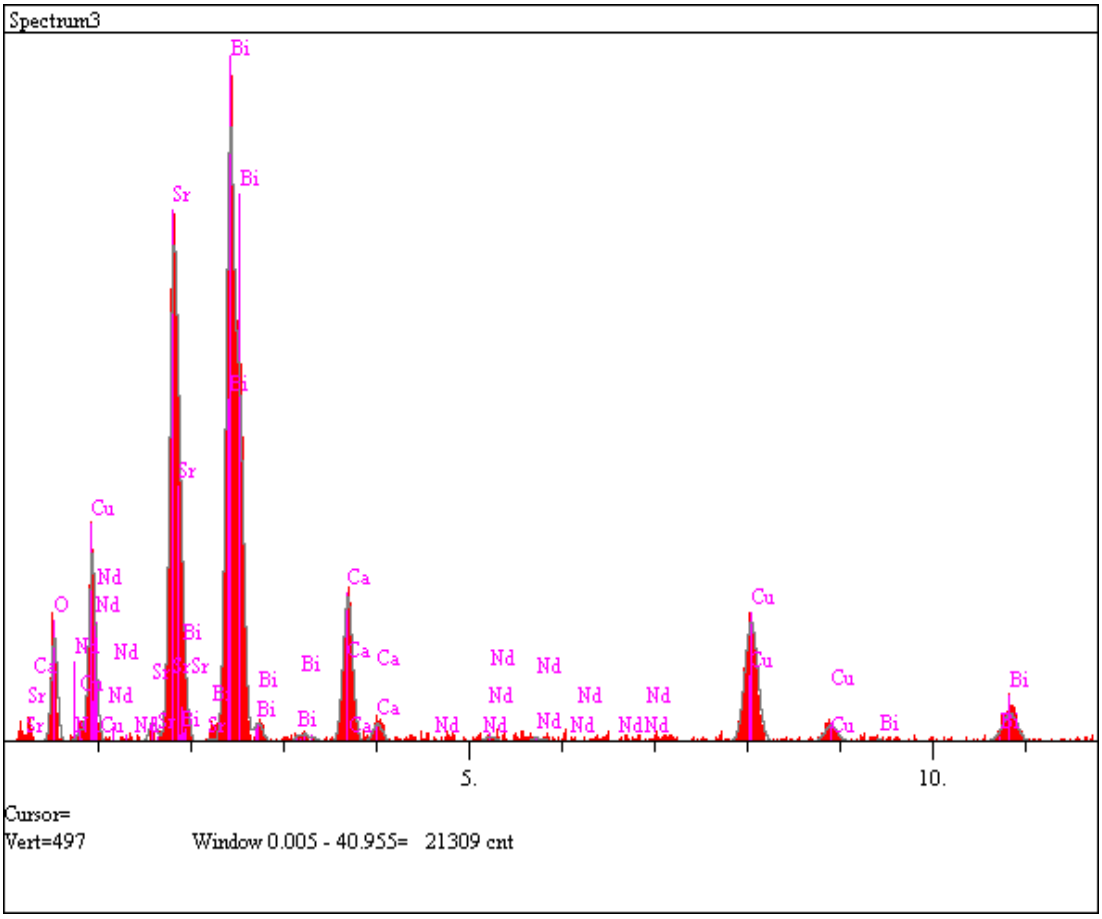
Bu analiz yöntemiyle katkılı ve katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 süperiletken bileşiğinin yapısındaki element konsantrasyonu değişimleri incelenmiştir.



Şekil 5.48. *M0* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.27. *M0 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

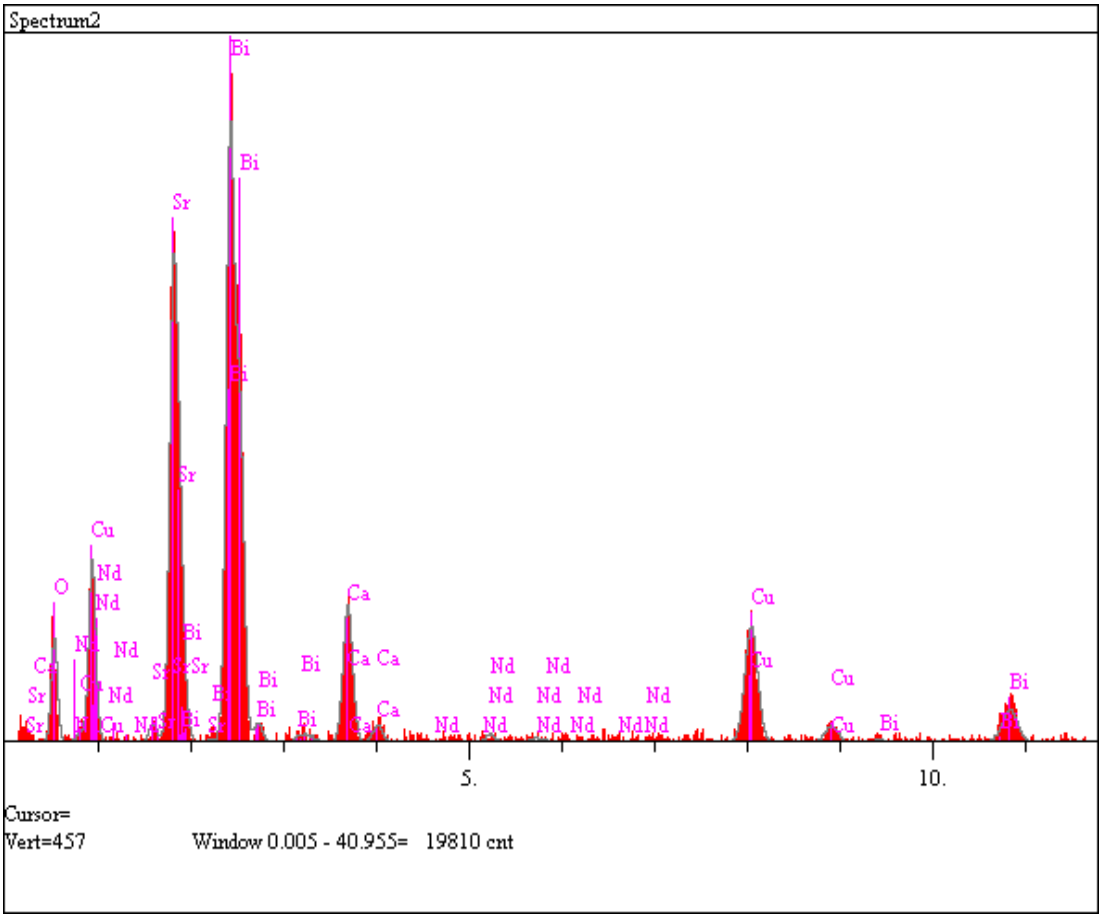
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.84	14.925
Ca	28.98	4.349
Cu	33.11	11.696
Sr	77.36	28.333
Bi	10.49	40.697



Şekil 5.49. *M1* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.28. *M1 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

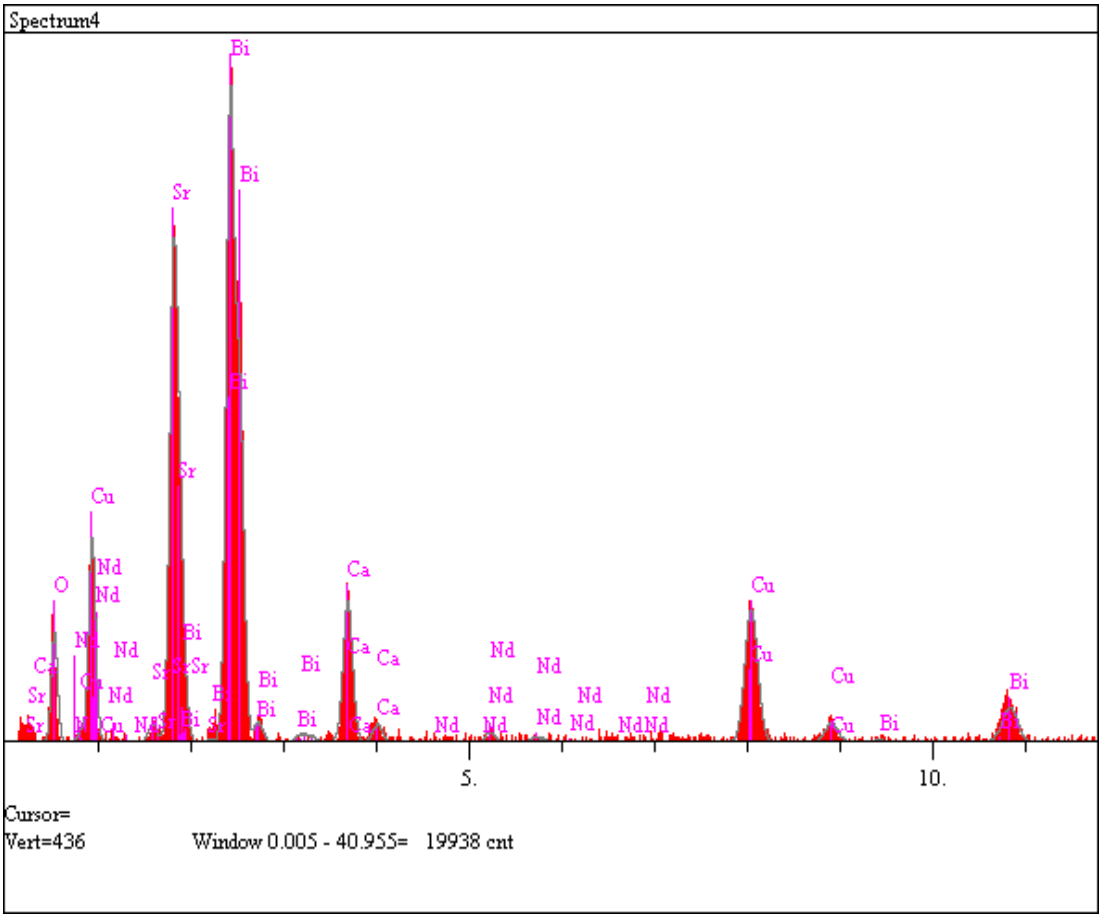
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	15.84	15.073
Ca	32.52	4.627
Cu	36.38	12.261
Sr	79.17	27.982
Nd	1.73	1.228
Bi	10.48	38.829



Şekil 5.50. *M2* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.29. *M2 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

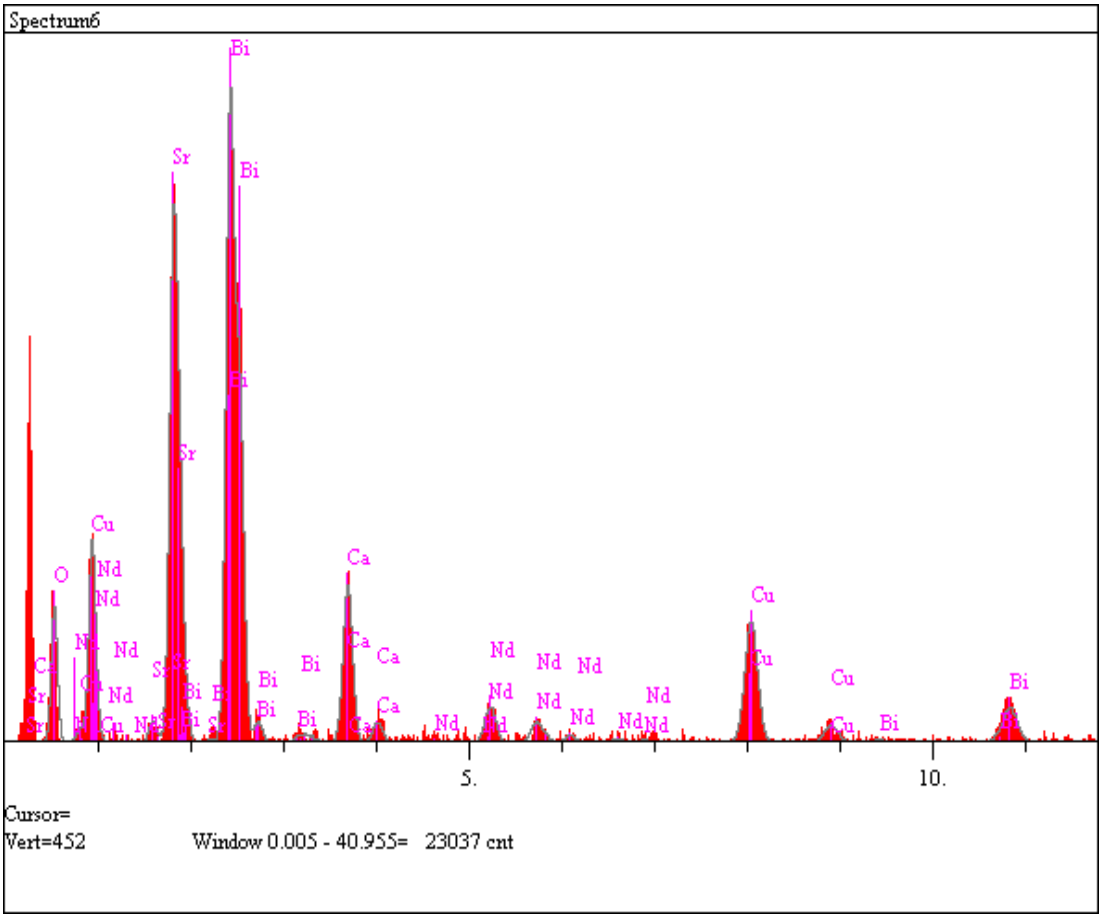
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.35	14.309
Ca	28.20	4.242
Cu	32.11	11.353
Sr	71.49	26.629
Nd	1.86	1.408
Bi	10.85	42.059



Şekil 5.51. *M3* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.30. *M3 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

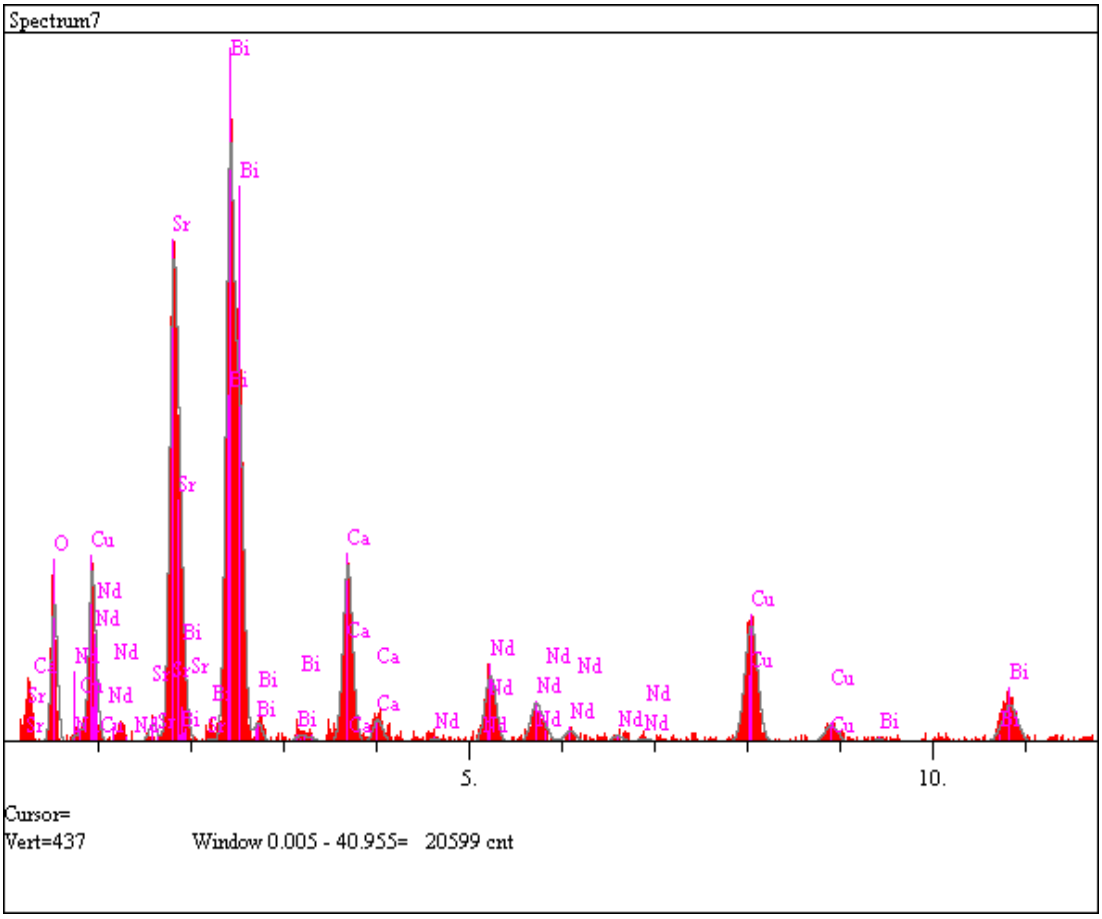
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	14.60	14.209
Ca	27.88	4.118
Cu	35.28	12.272
Sr	70.47	26.005
Nd	2.07	1.524
Bi	10.98	41.872



Şekil 5.52. *M4* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.31. *M4 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

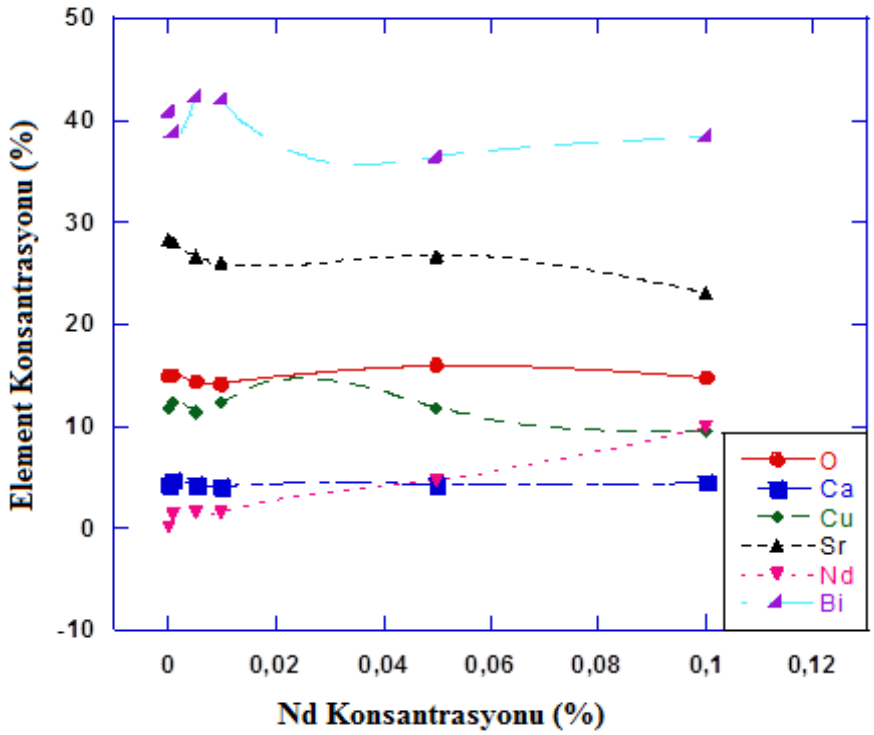
Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon (%)***
O	18.48	15.791
Ca	32.07	4.217
Cu	33.07	10.367
Sr	77.80	26.313
Nd	8.12	5.461
Bi	11.02	37.851



Şekil 5.53. *M5* numunesine ait EDS grafiği

Tablo 5.32. *M5 numunesine ait şiddet ve konsantrasyon değerleri*

Element	***Şiddet (c/s)***	***Konsantrasyon(%)***
O	18.24	14.788
Ca	34.84	4.433
Cu	31.27	9.527
Sr	67.60	23.072
Nd	14.96	9.851
Bi	11.54	38.329



Şekil 5.54. *Nd* konsantransyonu ile element konsantrasyonu arasındaki değişimi

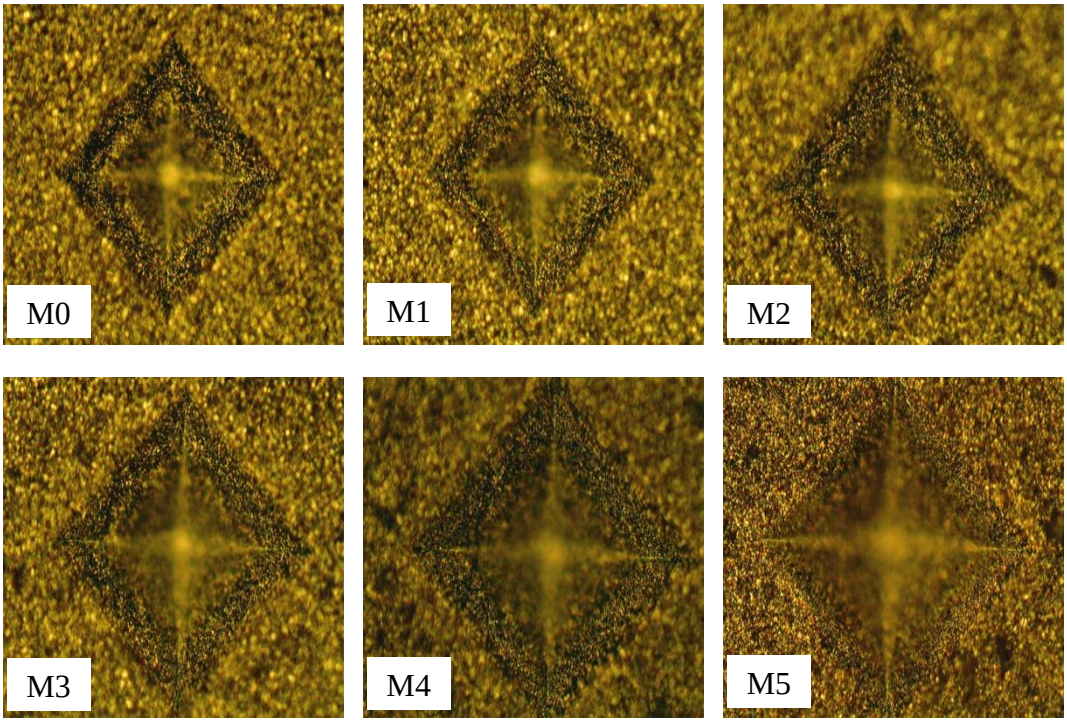
Tablo 5.33. *Tüm numuneler için element konsantrasyon değerleri*

Element	***Konsantrasyon (%)***					
	M0	***M1***	***M2***	***M3***	***M4***	***M5***
O	14.925	15.073	14.309	14.209	15.791	14.788
Ca	4.349	4.627	4.242	4.118	4.217	4.433
Nd	-	1.228	1.408	1.524	5.461	9.851
Cu	11.696	12.261	11.353	12.272	10.367	9.527
Sr	28.333	27.982	26.629	26.005	26.313	23.072
Bi	40.697	38.829	42.059	41.872	37.851	38.329

Tablodaki sonuçlara göre *M0* numunesi ile diğer tüm numuneler karşılaştırıldığında ilk olarak göze çarpan *Sr* konsantrasyonunun, *Nd* katkı miktarı artması ile çarpıcı bir şeklide azalması olmuştur. Bu azalma, Bi-2212 bileşiğinin kristal yapısında bulunan Sr^{+2} iyonları ile katkılanan Nd^{+3} iyonlarının yer değiştirmesinin bir sonucudur (Biju et al., 2008; Sarun et al., 2010; Vinu et al., 2010).

5.2.8. Mekanik Özellikler

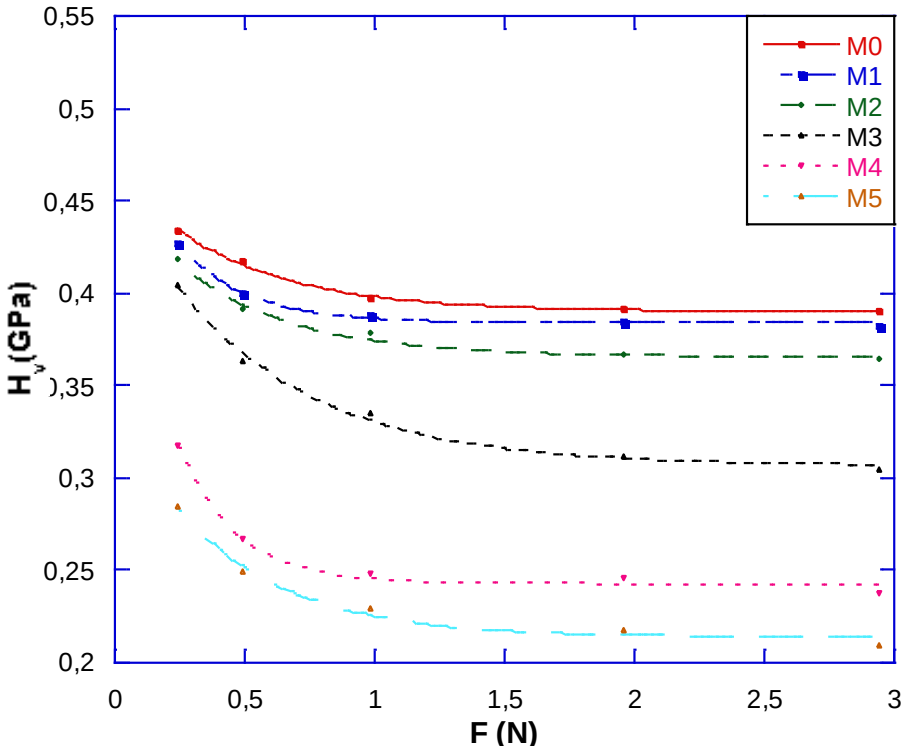
Birinci kısımda da bahsedilen Vickers mikrosertlik cihazı kullanılarak *M0*, *M1*, *M2*, *M3*, *M4* ve *M5* numunelerinin mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca 0.25 N, 0.490 N, 0.980 N, 1.960 N ve 2.940 N'luk yükler altındaki elastik modülü (*E*), gerileme (*Y*) ve kırılma dayanımı (K_{ic}) denklem (5.5), (5.6), (5.7) kullanılarak ayrı ayrı hesaplanmıştır ve Tablo 5.34'de verilmiştir.



Şekil 5.55. Katkılı ve katkısız Bi-2212 numunelerinin 2.90N'luk yük altındaki optik iz görüntüleri

Tablo 5.34. *Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait H_v, E, Y ve $K_{ıc}$ değerleri*

Numuneler	***F (N)***	***d (μm)***	***H_v (GPa)***	***E (GPa)***	***Y (GPa)***	***$K_{ıc}*10^3 (Pa/m^{1/2})$***
	0.245	32.35	0.434	35.571	0.144	272.13
	0.490	46.77	0.417	34.178	0.139	266.75
M0	0.980	67.67	0.397	32.539	0.132	260.28
	1.960	96.37	0.392	32.129	0.130	258.63
	2.940	118.32	0.390	31.965	0.130	257.97
	0.245	32.61	0.427	34.998	0.142	254.31
	0.490	47.66	0.400	32.785	0.133	246.14
M1	0.980	68.43	0.388	31.801	0.129	242.42
	1.960	97.16	0.385	31.555	0.128	241.48
	2.940	119.46	0.382	31.309	0.127	240.53
	0.245	32.96	0.418	34.260	0.139	286.98
	0.490	48.20	0.391	32.047	0.130	277.56
M2	0.980	69.93	0.378	30.982	0.126	272.91
	1.960	99.51	0.367	30.080	0.122	268.90
	2.940	122.38	0.364	29.834	0.121	267.80
	0.245	33.49	0.405	33.195	0.135	405.60
	0.490	50.03	0.363	29.752	0.121	391.58
M3	0.980	73.65	0.335	27.457	0.111	376.18
	1.960	107.93	0.312	25.572	0.104	363.04
	2.940	133.69	0.305	24.998	0.101	358.94
	0.245	37.79	0.318	26.064	0.106	305.80
	0.490	58.33	0.267	21.884	0.089	280.21
M4	0.980	85.57	0.248	20.326	0.082	270.05
	1.960	121.50	0.246	20.163	0.082	268.96
	2.940	151.23	0.238	19.507	0.079	264.55
	0.245	39.92	0.285	23.359	0.095	309.24
	0.490	60.40	0.249	20.408	0.083	289.05
M5	0.980	89.08	0.229	18.769	0.076	277.20
	1.960	128.94	0.218	17.868	0.072	270.46
	2.940	160.82	0.210	17.212	0.070	265.45



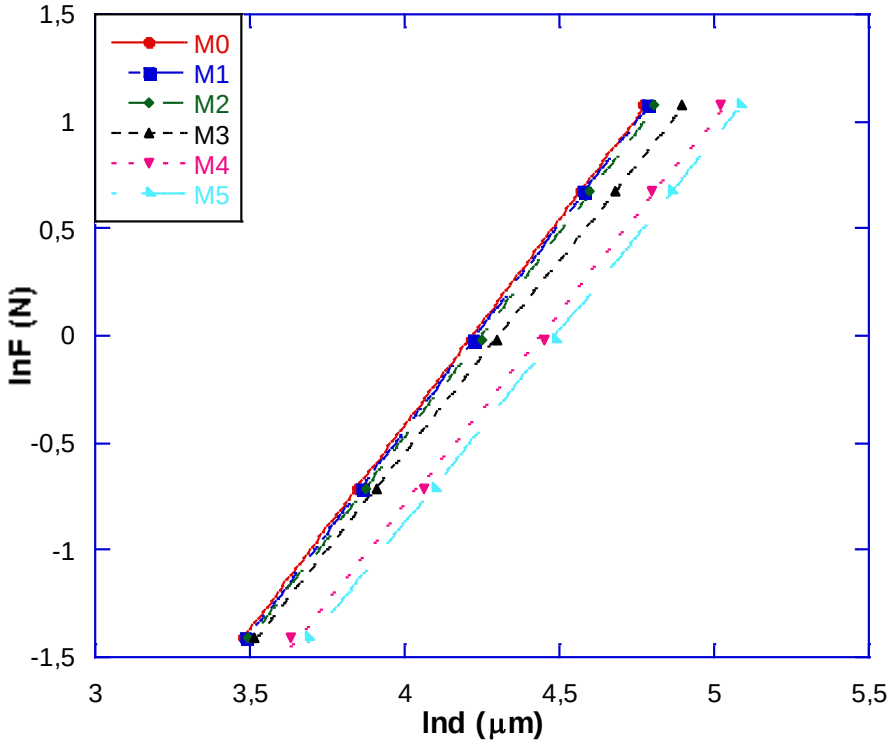
Şekil 5.56. Katkısız ve katkılı Bi-2212 numunelerine ait H_v-F grafiği

Şekil 5.56'da görüldüğü katkısız *M0* numunesi ele alındığında uygulanan yükün artması ile mikrosertlik değerinde azalma gözlendi. *M0* numunesi ile *Nd* katkılı numuneler karşılaştırldığında hem *Nd* miktarının hem de uygulan yük miktarının artması ile mikrosertlik değerleri azaldı. Bu sonuca göre *Nd* katkı miktarına bakılmaksızın, bütün numunelerin mikrosertlik değerlerinin, uygulanan çentici yüke bağlı olduğu kolayca görülebilir *(ISE,* Indentation Size Effect). Ayrıca numunelere yaklaşık 2 N kadar uygulan yükün artması ile mikrosertlik değeri azalırken 2 N'un üzerindeki yüklerde ise mikrosertlik değerinin doyum bölgesine ulaştığı görülmektedir (Kölemen, 2007). Daha sonra uygulanan yükün armasıyla birlikte mikrosertlik değerinde bir değişim gözlenmediği literatürde belirtilmiştir (Kölemen vd., 2006).

Elastik modülü(E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) değerleri de hem katkı miktarının hem de uygulanan yükün artmasıyla azaldı (Tablo 5.34). Bu parametreler önceki çalışmaları da desteklediği gibi uygulanan yüke önemli ölçüde bağlıdır (Arda vd., 2013; Çelik vd., 2013). Literatürde malzemelerin gösterdiği davranışa göre (*ISE* ya da *RISE*) değişen ve mikrosertliği açıklayan farklı modeller sunulmuştur (Awad et al., 2011; Zalaoglu vd., 2013). Bu çalışmada, Meyer Kanunu, Orantılı numune

direnci (*PSR)* modeli, Modifiye edilmiş orantılı numune direnci modeli (*MPSR*), Elastik/Plastik Deformasyon (*EPD*) modeli ve Hays-Kendall Yaklaşımı *(HK)* kullanılarak sertliğe ilişkin karşılaştırmalar yapılmıştır.

5.2.8.1. Meyer kanunu



Şekil 5.57. Numunelerin Meyer Kanununa göre lnF-lnd grafiği

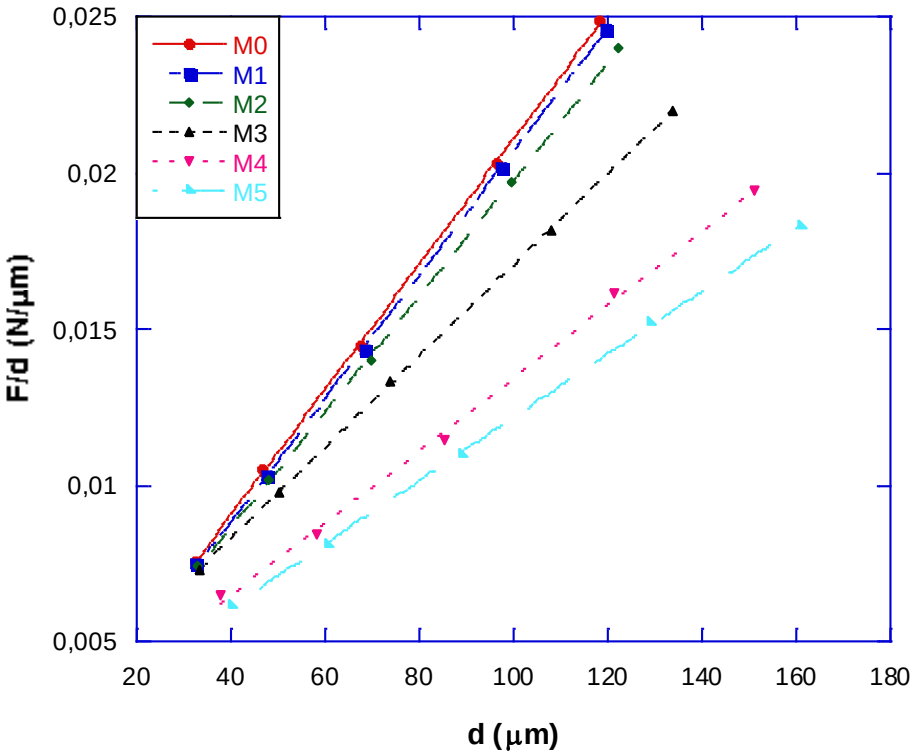
Şekil 5.57' de tüm numunelere ait *InF-Ind* grafiği verilmiştir. Bu grafiğin eğiminden yararlanarak, Meyer üssü olarak tanımlanan "*n*" değerinin, 2 den küçük çıkması halinde yüke bağlı yer değiştirme karakterinin *ISE* olduğunu açıkça ortaya koymaktadır. Aynı zamanda sert malzemeler için "*n*" değerinin *1* ile *1.6* arasında olduğu, yumuşak malzemeler için ise *1.6'* dan büyük olduğu literatürden de çok iyi bilinmektedir (Şahin vd., 2005),

Tablo 5.35. *Meyer kanununa göre* n_k *ve* ln_{A1k} *değerleri*

Numuneler	***Eğim*** n_k	ln_{A1k} ***(GPa)***
M0	1.914	-8.073
M1	1.918	-8.111
M2	1.895	-8.049
M3	1.794	-7.723
M4	1.806	-8.013
M5	1.790	-8.032

Görüldüğü gibi numuneler için elde dilen "*n*" değerleri göz önüne alındığında üretilen numunelerin yumuşak malzemeler olduğu görülmektedir.

5.2.8.2. Orantılı Numune Direnci (PSR) modeli



Şekil 5.58. Numunelerin PSR modeline göre F/d-d grafiği

Tablo 5.36' dan da görüldüğü gibi, α değeri tüm numunelerde pozitif çıkmıştır. Bu durum *ISE* davranışı gösteren tüm numunelerde plastik deformasyonun yanı sıra

elastik deformasyonun da olduğunu doğrular. Ayrıca β değerleri kullanılarak yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanmıştır.

Tablo 5.36. *PSR modeline göre H_{PSR}, α ve β değerleri*

Numuneler	***α x10^{-4} (N)***	***β x10^{-5} (N/µm)***	***H_{PSR} (GPa)***	***H_v (GPa)***
M0	10.41	20.06	0.371	0.390-0.392
M1	9.24	19.78	0.355	0.382-0.385
M2	12.02	18.58	0.344	0.364-0.367
M3	24.78	14.58	0.270	0.305-0.312
M4	17.94	11.64	0.216	0.238-0.246
M5	20.47	10.12	0.187	0.210-0.218

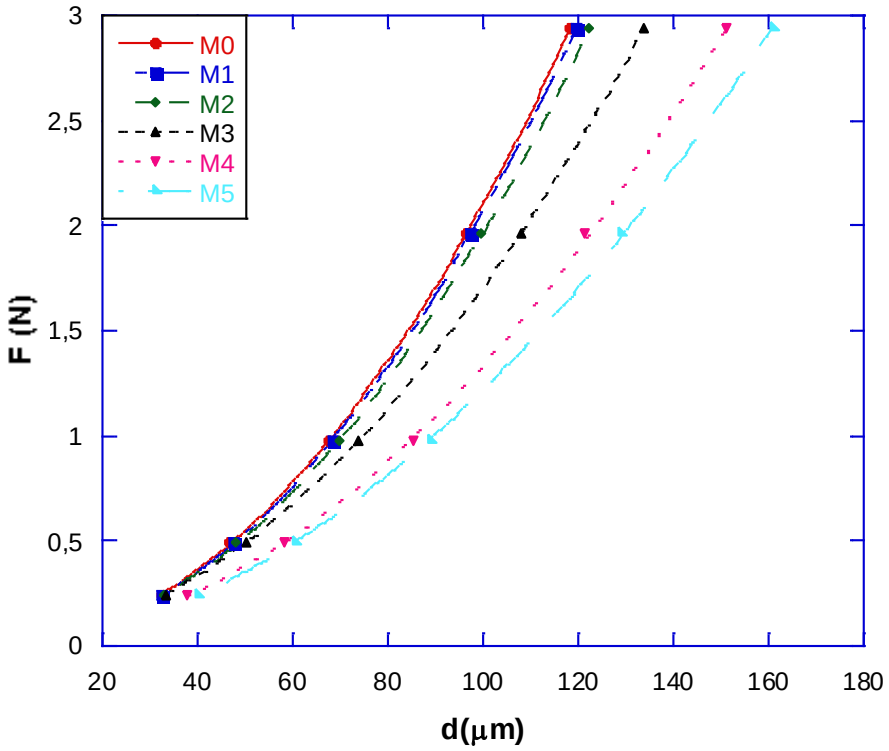
Şekil 5.56' da numunelerin platoya geçiş değerleri, J,B, Quinn ve V,D, Quinn (1997) yaklaşımına göre, *PSR* modeli ile hesaplanan (Şekil 5.58) yükten bağımsız sertlik değerlerinden oldukça uzaktır (Quinn et al., 1997). Bu sebeple, *PSR* modelinin malzemelerin gerçek sertlik değerlerinin belirlenmesinde yetersiz olduğu açıkça görülmektedir.

Tablo 5.37'de yükten bağımsız H_{PSR} değerini kullanarak, yükten bağımsız elastik modülü (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) değerleri verilmiştir. Yüke bağlı değerlerle kıyaslandığında, yükten bağımsız E_0 ve Y_0 değerleri azalmıştır. Tüm bu sonuçlar ışığında malzemelerimiz için elde ettiğimiz sonuçlar literatürle uyum içerisindedir diyebiliriz (Arda vd., 2013; Çelik vd., 2013).

Tablo 5.37. *Numunelere ait H_0, E_0, Y_0 ve $K_{ıc}$ değerleri*

Numuneler	***H_0 (GPa)***	***E_0 (GPa)***	***Y_0 (GPa)***	***$K_{ıc}$ (Pa/m$^{1/2}$)***	***H_v (GPa)***
M0	0.371	30.408	0.123	251.61	0.390-0.392
M1	0.355	29.096	0.118	231.88	0.382-0.385
M2	0.344	28.195	0.114	260.34	0.364-0.367
M3	0.270	22.130	0.090	331.17	0.305-0.312
M4	0.216	17.704	0.072	252.09	0.238-0.246
M5	0.187	15.327	0.062	250.53	0.210-0.218

5. 2.8.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) modeli



Şekil 5.59. Numunelerin MPSR modeli göre F-d grafiği

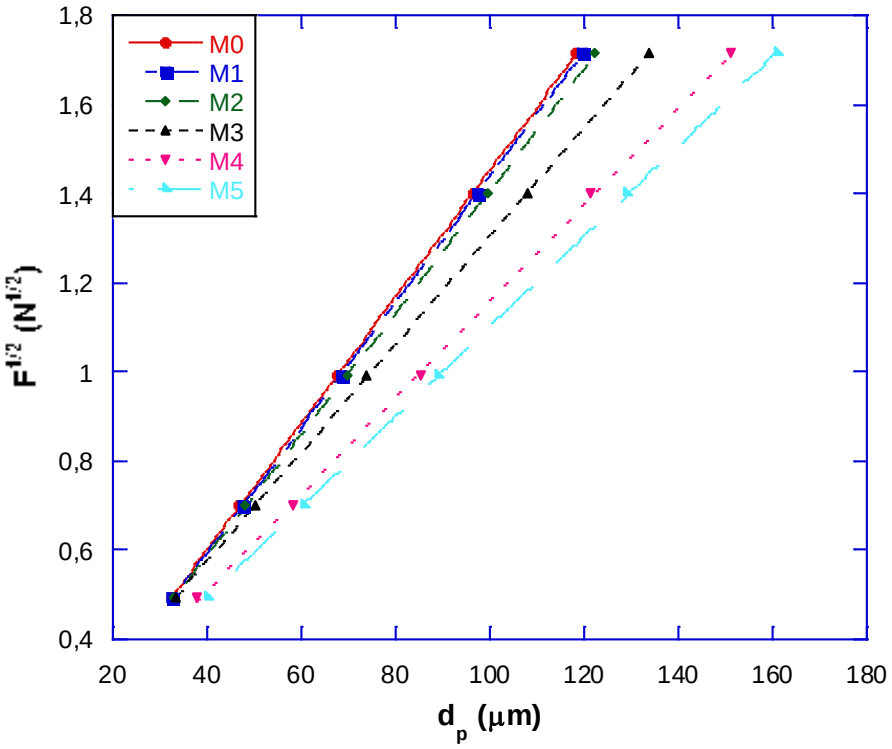
Tablo 5.38. *MPSR modeline göre H_{MPSR}, W_{MPSR}, A_{0MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri*

Numuneler	***W_{MPSR} (N)***	***A_{0MPSR} $x10^{-5}$ (N/μm)***	***A_{1MPSR} $x10^{-5}$ ($N/\mu m^2$)***	***(GPa)***	***H_v (GPa)***
M0	0.028	5.60	20.74	0.384	0.390-0.392
M1	0.026	1.67	20.42	0.374	0.382-0.385
M2	0.034	3.64	19.37	0.359	0.364-0.367
M3	-0.002	25.65	14.52	0.269	0.305-0.312
M4	0.032	79.49	12.23	0.226	0.238-0.246
M5	-0.009	22.86	10.00	0.185	0.210-0.218

Tablo 5.38'de W_{MPSR}, A_{0MPSR}, A_{1MPSR} değerleri ile Denklem (5.12) kullanılarak hesaplanan yükten bağımsız (H_{MPSR}) sertlik değerleri verilmiştir. Tablodaki sonuçlara göre, *MPSR* modeline göre hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri plato

bölgesindeki değerlerden oldukça uzaktır. Dolayısıyla bu model de bizim numunelerimizin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde yetersiz kalmıştır.

5.2.8.4. Elastik/Plastik Deformasyon(EPD) modeli



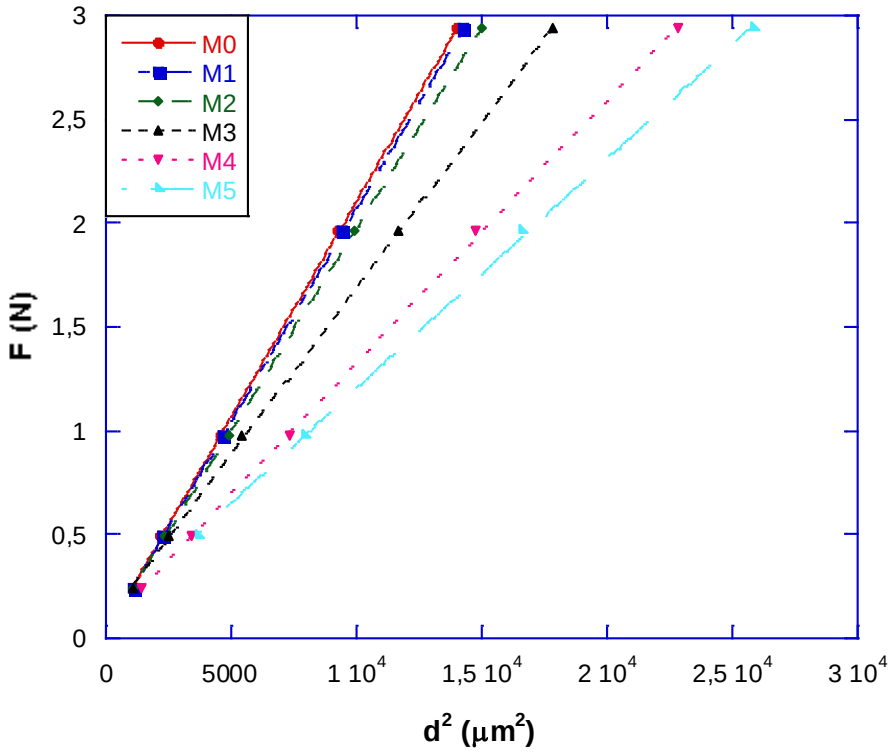
Şekil 5.60. Numunelerin EPD modeline göre $F^{1/2}$-d_p grafiği

Grafikten elde edilen A_2 ve d_e değerleri ile Denklem (5.14) kullanılarak hesaplanan yükten bağımsız (H_{EPD}) sertlik değerleri Tablo 5.39'da verilmiştir. Tabloda görüldüğü gibi tüm numuneler için d_e düzeltme terimi değeri pozitif çıkmıştır. Yani uygulanan tüm yüklerde plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonda gözlenmiştir. Çentici uç numune yüzeyinden kaldırıldıktan sonra izin olduğu kısımda bir miktar elastik geri dönüşüm gözlenmiştir.

Tablo 5.39. *EPD modeline H_{EPD}, $A_{2,}$ ve d_e değerleri*

Numuneler	***A_2 ($N/\mu m^2$)***	***d_e (μm)***	***H_{EPD} (GPa)***	***H_v (GPa)***
M0	0.0141	0.035	0.368	0.390-0.392
M1	0.0140	0.031	0.363	0.382-0.385
M2	0.0136	0.041	0.342	0.364-0.367
M3	0.0121	0.091	0.271	0.305-0.312
M4	0.0108	0.074	0.217	0.238-0.246
M5	0.0101	0.090	0.189	0.210-0.218

5.2.8.5. Hays-Kendall yaklaşımı



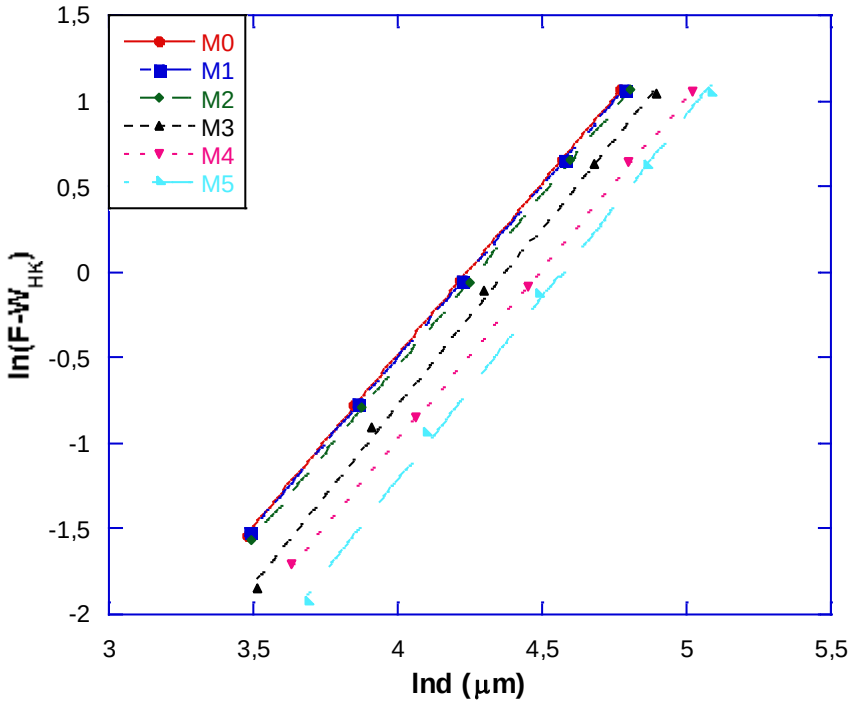
Şekil 5.61. Numunelerin Hays- Kendall yaklaşımına göre F-d^2 grafiği

Şekil 5.61'deki grafikten yararlanarak A_{1HK}, W_{HK} *ve* n_{HK} değerleri ile Denklem (5.16) kullanılarak hesaplanan yükten bağımsız (H_{HK}) sertlik değerleri Tablo 5.40'da verilmiştir. *W* değerinin pozitif çıkması, uygulanan yükün hem plastik hem de elastik deformasyon oluşturmak için yeterli olduğu şeklinde yorumlanabilir (Ma and Clarke, 1995; Awad et al., 2011). Bu sonuca göre *Nd* katkılı ve katkısız tüm Bi-2212 süperiletken numunelerde plastik ve elastik deformasyon birlikte gözlenmiştir.

Tablo 5.40. *Hays-Kendall yaklaşımına göre A_{1HK}, W_{HK}, n_{HK} ve H_{HK} değerleri*

Numuneler	***A_{1HK} x10^{-5}***	***W_{HK} (N)***	***n_{HK}***	***H_{HK} (GPa)***	***H_v (GPa)***
M0	20.78	0.030	2.00	0.385	0.390-0.392
M1	20.43	0.026	1.99	0.378	0.382-0.385
M2	19.40	0.035	2.00	0.359	0.364-0.367
M3	16.02	0.087	2.07	0.297	0.305-0.312
M4	12.64	0.064	2.00	0.234	0.238-0.246
M5	11.03	0.100	2.12	0.204	0.210-0.218

Sonuç olarak *ISE* davranışı gözlenen tüm numuneler için, diğer modeller ile kıyaslandığında *HK* modeli ile bulunan sertlik değeri, plato (doyum) bölgesindeki sertlik değerine oldukça yakın bulunmuştur. Literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda, yükten bağımsız sertlik değerinin plato bölgesine yakın olması gerektiği vurgulanmaktadır (Hays et al.,1973; Çavdar vd.,2012). Bu nedenle Hays-Kendall modeli bu çalışmada kullanılan ve *ISE* davranışı gösteren numunelerin mikrosertlik analizinin yapılmasında ve mekanik özelliklerinin tespitinde kullanılabilecek en uygun modeldir.



Şekil 5.62. Numunelerin *ln(F-W_{HK})-lnd* grafiği

Tablo 5.41. *PSR, MPSR, EPD ve HK modelleri kullanılarak plato bölgesindeki yüke bağlı ve yükten bağımsız Vickers mikrosertlik değeri*

Numuneler	***H_v(GPa) (plato bölgesi)***	***H_{PSR} (GPa)***	***H_{MSPR}(GPa)***	***H_{EPD}(GPa)***	***H_{HK}(GPa)***
M0	0.390-0.392	0.371	0.384	0.368	0.385
M1	0.382-0.385	0.355	0.374	0.363	0.378
M2	0.364-0.367	0.344	0.359	0.342	0.359
M3	0.305-0.312	0.270	0.269	0.271	0.297
M4	0.238-0.246	0.216	0.226	0.217	0.234
M5	0.210-0.218	0.187	0.185	0.189	0.204

6. SONUÇLAR

Nd katkılı ve katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 numunelerinin süperiletkenlik, mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri iki farklı aşamada incelendi. Bu aşamalar,

a) Katkısız Bi-2212 süperiletken numuneler için optimum sıcaklık ve optimum sürenin tayini.
b) Bi-2212 süperiletkenine belirlenen oranlarda Nd_2O_3 katkılanması şeklindedir.

Bu çalışmada hazırlanan numunelerin mikroyapısal ve süperiletkenlik özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak için XRD (X-ışınları kırınımı), EDS (Enerji Dağılım Spektrometresi), SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), özdirenç, manyetik özdirenç ölçümleri ve aktivasyon enerji hesaplamaları yapıldı. Ayrıca mekanik özelliklerinin belirlenmesi için Vickers mikrosertlik ölçümleri de yapıldı. Bu sonuçlara göre;

- Yapılan XRD analizlerinde diğer sıcaklıklarda ve sürelerde tavlanan numuneler ile kıyaslandığında 840 ^{o}C' de 72 saat tavlanan *G* numunesinin Bi-2212 faz oranının daha fazla, *c* örgü parametresinin ve tanecik boyutlarının ise daha büyük olduğu gözlendi. Bu temel özelliklerin, özellikle *c* örgü parametresinin süperiletken malzemeler için son derece önemli olduğu dikkate alınırsa XRD sonuçlarına göre optimum tavlama sıcaklığı 840 ^{o}C ve optimum tavlama süresi ise 72 saat olduğu söylenebilir.
- Optimum sıcaklıkta ve optimum sürede tavlanan *Nd* katkılı ve katkısız Bi-2212 numunelerinin XRD analizlerine göre *Nd* katkısının artmasıyla numunelere ait *c* parametresi azalmıştır. *a* parametresinde ise *Nd* katkısının artmasıyla sistematik bir artış gözlendi. Ayrıca katkı miktarının değişimine göre hacim oranlarına baktığımızda düşük sıcaklık fazının (%V2212) katkı ile azaldığı, çok düşük sıcaklık fazının (%V2201) ise katkı ile arttığı bulundu.
- SEM sonuçları *G* numunesinde taneciklerin daha büyük ve tanecik bağlanmaları ile yüzey yapısının da daha iyi olduğunu göstermiştir. XRD piklerinden hesapladığımız tanecik boyutları da SEM analizleriyle uyum içerisindedir. Sonuç olarak, *G* numunesinin taneciklerinin daha büyük, taneler arası boşlukların (gözeneklilik) daha az ve tanecik sınırlarındaki bağlanmaların daha iyi olması nedeniyle optimum tavlama sıcaklığı 840 ^{o}C ve optimum tavlama süresi ise 72 saat olduğu söylenebilir.

- *Nd* katkılı *Bi-2212* numunelerinin SEM görüntüleri analiz edildiğinde *Nd* katkısının artması ile taneciklerin küçüldüğü ve bir miktar erimenin olduğu gözlendi.
- Katkısız olarak hazırlanan Bi-2212 numunelerinin EDS analizlerinde farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde tavlanan numunelerin kristal yapı içersinde herhangi bir yabancı element gözlenmedi. Bununla beraber element konsantrasyonlarında da küçük oranlarda dalgalanmalara rastlandı.
- *Nd* katkılı numunelerin EDS analizlerine göre katkının artması ile *Nd* atomlarının baskın olarak *Sr* atomları ile yer değiştirdiği gözlendi.
- Elektriksel özdirenç ölçüm analizleri, farklı sıcaklık ve farklı sürelerde tavlanan *A, B, C, D, E, F* ve *G* numunelerin T_c^{onset} değerleri sırasıyla 80.85 K, 82.34 K, 83.51 K, 81.86 K 77.87 K, 84.11 K ve 84.79 K olarak belirlendi.
- *Nd* katkılı Bi-2212 süperiletken numunelerinin elektriksel ölçüm analizleri sonucunda numunelerin sıfır dirençlilik gösterdiği sıcaklıklar *M0, M1, M2, M3* ve *M4* numuneleri için sırasıyla 78.90 K, 59 K, 59 K, 58 K ve 50 K olarak bulundu. Nd_2O_3 katkısı ile T_c^{offset} değerlerindeki azalma yük taşıyıcılarının azalmasından kaynaklanabilir. Katkı arttıkça taşıyıcı konsantrasyonu azaldı. Ayrıca taşıyıcı konsantrasyonları da hesaplandı ve katkı ile azaldığı hesaplamalar sonucunda da gösterildi.
- R-T ölçümleri kullanılarak Arrhenius bağıntısı ile hesaplanan aktivasyon enerjileri hem Nd_2O_3 katkısıyla hem de manyetik alanın artmasıyla azalmaktadır.
- Vickers mikrosertlik testi kullanılarak hesaplanan katkısız Bi-2212 numunelerin hem tavlama sıcaklığının ve süresinin hem de uygulanan yükün artması ile sertliğin azaldığı görüldü.
- Nd katkılı numunelerin, Vickers mikrosertlik değerleri katkı miktarı ile azaldığı gözlendi.
- Elastik modülü (*E)*, gerilme (*Y)* ve kırılma dayanımı ($K_{ıc}$) değerleri tüm numuneler için yüke bağlı ve yükten bağımsız olarak hesaplandı. Elastik modülü ve gerilme değerleri hem katkı hem de uygulanan yükün artmasıyla birlikte azaldı. H_v, *E*, *Y* ve $K_{ıc}$ değerlerinin yüke bağlılığı, çentik büyüklüğünün etkisinin (*ISE*) numuneler üzerinde etkili olduğunu ortaya çıkarıldı. Yapılan sertlik analizleri

sonucunda tüm numunelerde *ISE* (Indentation Size Effect) davranışının gözlendiği belirlendi.

- Literatürde *ISE* davranışının açıklanmasına ilişkin sunulan Meyer Kanunu, *PSR*, *MPSR*, *EPD* ve Hays-Kendall modelleri kullanılarak numunelerin mikrosertlik analizleri yapıldı.
- Sonuç olarak, yukarıda belirtilen modeller *ISE* davranışı gösteren tüm numunelere uygulandığında Hays-Kendall modelinin en uygun model olduğu sonucuna ulaşıldı.

KAYNAKLAR

Upit G.P., Varchenya, S.A. (1966). *Phys. Status Solidi B*, 17, 831–835.

Hays, C., Kendall, E.G. (1973). *Metallurgica* 6, 275–282.

Bednorz, J.G., Muller, K.A., (1986). Possible high Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O System. *Z. Phys. B* ,64 (2): 189–193.

Tarascon JM, Lepage Y, Greene LH, Bagley BG, Barboux P, Hwang DM, Hull GW, Makinnon WR, Giroud M. (1988). *Origin of the 110-K superconducting transition in the Bi-Sr-Ca-Cu-O system*. *Phys Rev*. B;38:2504–8.

Wu, M. K. , Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P., Meng, R. L., Gao, L., Huang, Z.J., Wang, Y. Q., Cu, C. W. (1987). Superconducting at 93 K in New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O compound system at Ambiant Pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 48, 908.

Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asono, T. (1988). Physical Properties of an 80 K Superconductors: Bi-Sr-Ca-Cu-O Ceramics. *Jpn. J. Appl. Phys. Lett.* 27, L209.

Gatt, R., Olsen, J. S., Gerward, L., Bryntse, I., Kareiva, A., Panas, I., Johansson, L. G. (1988). Pressure Effect in the Hg-Based Superconductors. *Phys. Rev. B.*, 57, 13922.

Moodera, J.S., Meservey, R., Tkaczyk, J.E., Hao, C.X., Gibson, G.A., Tedrow, P.M. (1988). Crıtıcal-magnetıc-fıeld anısotropy ın sıngle-crystal $YBa_2Cu_3O_7$. *Phys. Rev. B*, 37, 619.

Koyama, S., Endo, U., Kawai, T. (1988). Preparation of Single 110 K Phase of the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Superconductor. *Jpn.J.Appl.Phys.*, 27 (10): 1861-1863.

Putilin, S. N., Antipov, E. V., Chmaissem, O., Manezio, M. (1993). *Nature*, 362, 226 228.

Runde, M. (1995). Application of High-Tc superconductors in Aluminum Electrolysis Plants. *Appl. Supercon. IEEE T.* 5, 813-816.Ma, Q., Clarke, D.R. (1995). Size dependent hardness of silver single crystals. *J. Mater. Res.* 10, 853–863.

Quinn, J.B., Quinn, G.D.(1997). Indentation Brittleness in Ceramics, a Fresh Approach. *J. Mater. Sci.* 32, 4331–4346.

Dou, S.X., Horvat, J., Lonescu, M., Liu, H.K., Kusevic, I., Babic, E. (1997). Evidence of Defect Pinning in the Superconducting Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O System. *Physical C*, 2133-2134.

Albrecht J., Jooss Ch., Warthmann R., Forkl A., Kronmüller, H. (1998) Observation of microscopic curents in superconducting ceramics. *Phys. Rev. B* 57, 10332.

Sangwal, K. (2000). *Mat. Chem. and Phys.* 63, 145-152.

Okada, M. (2000). Development of Bi-2212/Ag round-shaped wire and magnet application. *Supercond. Sci. Technol.* 13, 29-33.

Koblischka, M. R., Murakami, M. (2000). Pinnig Mechanisms in Bulk High-T_c Superconductors. *Supercond. Sci. Technol.*, 738-744.

Ilıcan, S., (2001). Spray Pyrolysıs Yöntemi İle Elde Edilen In Katkılı CdZnS Filmlerinin Özellikleri, Doktora Tezi, *Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Eskişehir.

Yılmazlar, M., (2002). $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ Süperiletkenine Sm_2O_3 Katkısının Etkileri, Doktora Tezi, *Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Trabzon.

Bhalla, G. L., Malik Pratima, A., Singh, K.K. (2003). Dissipation mechanism in a high-Tc $Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ granular superconductor Physica C, 391, 17.

I. Karaca, S. Celebi, A. Varilci, and A. I. Malik, (2003). *Supercond. Sci. Technol.* 16, 100.

Shi, L., Gu, Y., Chen, L., Yang, Z., Ma, J., Qitan, Y. (2004). *Mater. Lett.* 58, 3301,

Bektes, M., (2004). Fe-Mn Alaşımlarının Mikrosertlik Ölçümleri. Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Isparta.

Aloysius, R. P., Guruswamy, P., Syamaprasad, U. (2004). Enhanced Flux Pinnig in (Bi,Pb)-2223 Superconductor by Nd Addition. *Supercond. Sci. Technol.*, 427-431.

Bilgeç, G. (2004). Sb_2O_3 Katkılı YBCO Süperiletken Seramiklerin Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. İzmir.

Aloysious, R.P., Guruswamy P., Syamaprasad U. (2005). Enhanced Critical Current Denstiy in (Bi,Pb)-2223 Superconductor by Nd Addition in Low Perrcentages. *Phiysica C*, 556-562.

Hacıömeroğlu, S. (2005). İkinci Tür Süperiletkenlerde Yüksek Sıcaklıkta Vorteks Dinamiği. *Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. İstanbul.

Doğan N. (2005). YBCO (123) Sistemin Co/Mo Katkılı Kalın Film Üretimi ve Genel Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Malatya.

Biju, A., Aloysius R. P., Syamaprasad, U. (2005). Enhanced Critical Cuırrent Density in Gd-added (Bi,Pb)-2212 bulk Superconductor. *Superconductor And Tecnology*, 1454-1459.

Khalil, S.M., Sedky, A. (2005). Anneling Temperature Effect on the Properties of Bi:2212 Superconducting System. *Physical C*, 299-304.

Kameli, P., Salamati, H., Eslami, M. (2006). The Effect of Sintering Tempereture on the İntergranular Properties of Bi2223 Superconductors. *Solid State Communications*, 30-35.

Karakaya, S. (2006). Yüksek Sıcaklık Üstüniletkenlerinde Vorteks Bölgesinin özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, *Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Eskişehir.

Çimen, G. (2006) Bizmut Tabanlı Süperiletken Seramiklerde Katkı Atomları ile Yapı Analizi. Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* İzmir.

Arucu, M. (2006). İletkenlik Akımının Manyetik Vorteks Örgüsünün Hal Değişikliğine Etkisinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. İstanbul.

Boğaz, H. (2006). $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ (x= 0,0 ve 1,0) Süperiletkenleri Elektriksel Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. Ankara.

Demirel, İ. (2006). Cu ve Co Katkılanmış MgB_2 Süperiletkenlerin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Kayseri.

İnanır, F. (2006). Farklı Alan Etkileri İçin II. Tip Süperiletkenlerin Manyetikzorlanımının Modellenmesi. *Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Trabzon.

Kölemen, U., Uzun, O., Yılmazlar, M., Güçlü, N., Yanmaz, E. (2006). Hardness and microstructural analysis of $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ polycrystalline superconductor. *Journal of alloys and Compounds*, 300-306.

Gul, I.H., Amin, F., Abbasi, A.Z.,Anis-ur-Rehman, M., Maqsood, A. (2006). Effect of Ag_2CO_3 Addition on the Morpholog and Physical Properties of Bi-based (2223) high-T_c Superconductors. *Physical C,* 139-147.

Jiang, J. (2007). *Mater. Lett.* 61, 3239.

Emeksiz, C. (2007). BSCCO Süperiletkeninin Mekaniksel Özelliklerinin Dinamik Mikrosertlik Yöntemi ile İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.* Tokat.

Şahin, M. (2007). $YBa_{2-x}Ce_xCu_3O_{7-y}$ Süperiletkeninin Bazı Fiziksel ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Niğde.

Çınar, Y. (2007). Süperiletken Manyetik Yatakların Analizi ve Modellenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü.* Gebze.

Özkurt, B.(2007). Nd ve Gd Katkılı BSCCO Cam Seramik Süperiletken Sisteminin Fiziksel ve İletim Özellikleri. Doktora Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. Adana.

Bilgili, Ö. (2007). Bi-2223 Süperiletkenlere Li Katkısı. Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir.

Yilmazlar, M., Ozturk, O., Gorur, O., Belenli, I., 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.

Aymak, İ.E., (2007). MgB_2 Süperiletkeninin Gerçek Sertlik Değerinin Dinamik Mikrosertlik Tekniğiyle İncelenmesi. *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı. Tokat.*

Buji, A., Symaprasad, U., Rao, A., Xu, J. G., Sivakumar, K. M., Kuo, Y. K. (2007). Structural and Trasport Properties Of Nd Doped (Bi,Pb)-2212. *Physica C,* 69-75.

Biju, A., Sarun, P. M., Aloysius, R. P., Syamaprasad, U. (2007). Structural and Superconducting Properties of Neodmium Added $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_2O_y$. *Materials Research Bulletin*, 2057-2066.

Govea-Alcaide E., Garcia-Fornaris I., Mune P., Jardim R.F. (2007). Improvement of the intergranular pinning energy in uniaxially compacting $(Bi-Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ ceramic samples. *Eur. Phys. J. B* 58, 373-378.

Vinu, S., Sarun, P. M., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. (2008). The İnfluence of sintering temperature on the Microstructure and Superconducting Properties of $Bi_{1.7}Pb_{0.4}Sr_{1.8}Nd_{0.2}Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+\delta}$ Superconductors. *Supercond. Sci. Technol.*, doi: 10.1088/0953-2048/21/8/085010.

Godeke, A., Cheng, D., Dietderich, D. R., English, C. D., Felice, H., Hannaford, C. R., Prestemon, S. O., Sabbi, G., Scanlan, R. M., Hikichi, Y., Nishioka, J., Hasegawa, T. (2008). *IEEE T. Appl. Supercon*. 18, 516.

Sedky, A. (2008). On the İnfluence of rare-earth Substitution for Ca in Bi(Pb):2212 Superconducting System. *Physical C*, 1041-1046.

Biju, A., Sarun, P. M., Aloysius, R. P., Syamaprasad, U. (2008). Flux pinning properties of Yb substituted (Bi,Pb)-2212 superconductor. *Journal of Alloys and Compounds*, 454, 46-51.

Boyundelik, Ö. (2008). MgB_2 Süperiletkeninin Mekaniksel Özellikleri Üzerine tavlama Süresinin Etkisi *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.* Tokat.

Düz, I. (2008). $YBa_2Cu_3O_7$ Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri Üzerine Basınç Etkisinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. Konya.

Kılıç, S. (2008). Yüksek Geçiş Sıcaklıklı Süperiletkenlerde Kritik Durum Modellerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Adana.

Demirdiş, S. (2008). Vorteks Mekanizmasının Süperiletkenliğe Etkileri. Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Adana.

Altın, S. (2009). Süperiletken BSCCO Whıskerlerin Büyüme Mekanizması ve Farklı Katkılamalara Bağlı Olarak Elektriksel ve Manyetik Özellikleri. Doktora Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Malatya.

Topal, U., Akdoğan M. (2010). Structural and Superconducting Properting of YBaCuO Superconductors at Different Atomic Compositions. *Journal of Alloys and Compounds, 1*-5.

Ayaş, A.O. (2010). $Y_3Ba_5Cu_8O_{18+}$ ve $Y_3Ba_5Ca_2Cu_8O_{18+}$ Numunelerinin Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Adana.

Vinu, S.,Sarun, P.M., Shabna, R., Biju, A., Syamaprsad, U. (2010). Microstructure and transport properties of $Bi_{1.6}Pb_{0.5}Sr_{2-x}Lu_xCa_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+\delta}$ superconductor. *Materials Chemistry and Physics*,135-139.

Sarun, P.M., Vinu, S., Shabna, R., Anooja, J.B., Aswathy Superconductivity, Vol. 20.

Yazıcı, D. (2010). Tek Fazlı BSCCO Süperiletken Malzeme Üretimi ve Malzemenin Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması. Doktora Tezi. *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Adana.

P.M., Syamaprasad, U. (2010). Structural and transport properties of the $(Bi_{1.6}Pb_{0.5})(Sr_{2-x}Lu_x)Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+\delta}$ superconductor. *IEEE Transitions on Applied.*

Bumin D. (2010). SiC Katkılandırılmış MgB2 Süperiletkenin Manyetik Karakterizasyonu. *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. Ankara.

Akça, G. (2010). (Li-Ho) Katkılı BPSCCO İçin Süperiletkenlik Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.* Adana.

Ertekin, E. (2010). C Katkılandırılmıs MgB2 Süperiletkeninin Fiziksel Özellikleri. Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. Ankara.

Awad, R., Abou-Aly, A.I., Kamal, M., Anas, M. (2011). Mechanical Properties of $(Cu_{0.5}Tl_{0.5})$-1223 Substituted by Pr. *J. Supercond. Nov. Magn*. 24: 1947–1956.

Erdem, M., Öztürk, Ö., Yücel, E., Altıntaş, S. P., Varilci, A., Terzioğlu, C., Belenli, I. (2011). Effect of Gd Addition on the Activation Energies of Bi-2223 Superconductor. *Physica B*, 705-709.

Yıldırım, G., Doğruer, M., Öztürk, Ö., Varilci, A., Terzioğlu, C., Zalaoğlu, Y. (2011). Effect of Ce Addition on the Magnetoresistivity, Irreversibility Field, Upper Critical Field and Activation Energies of Bi-2212 Superconducting Ceramics. *J Supercond Now Magn*, Doi:10.1007/s10948-011-1384-1.

Aşıkuzun, E., Öztürk, Ö., Çetinkara, H. A., Yıldırım, G., Varilci, A., Yılmazlar, M., Terzioğlu, C. (2011). Vickers Hardness Measurements and soma Physical Properties of Pr_2O_3 Doped Bi-2212 Superconductors. *J Mater Sci: Mater Electron*, Doi: 10.1007/s10854-011-0537-0.

O. Ozturk, E. Asikuzun, S. Kaya, M. Coskunyurek, G. Yildirim, M. Yılmazlar, C. Terzioglu (2012). Physical Properties and Diffusion-Coefficient Calculation of Iron Diffused Bi-2223 System. *J. Supercond Nov Magn*. 25: 2481–2487.

Cavdar, S., Deniz, E., Koralay, H., Öztürk, Ö., Erdem, M., Gunen, A. (2012) The Effect of PbSe Addition on the Mechanical Properties of Bi-2212 Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*. 25, 7, 2297-2307. DOI: 10.1007/s10948-012-1629-7.

Jassim, K.A. (2012). Structure and Elektrical Properties of Lanthanum Doped $Bi_2Sr_2Ca_{2-x}La_xCu_3O_{10+\delta}$ Superconductors. *Turk J Phys*, 245-251.

Zalaoğlu, Y., Yıldırım, G., Terzioğlu, C. (2012). Magnetoresistivity Study on Cr Added Bi-2212 Superconductor Ceramics with Experimental and Theoretical Approaches. *J Mater Sci: Mater Electron*, Doi:10.1007/s10854-012-0723-8.

Doğruer, M., Zalaoğlu, Y., Varilci, A., Terzioğlu, C., Yıldırım, G., Öztürk, Ö. (2012). A Study on Magnetoresistivity, Activation Energy, Irreversibility and Upper Critical Field of Slightly Mn Added Bi-2223 Superconductors Ceramics. *J Mater Sci: Mater Electron*, Doi: 10.1007/s10948-012-1403-x.

Görür, O., Nursoy, M., Terzioğlu, C., Varilci, A., Belenli, I. (2012). İnfluence of Annealing Temperature on the microstructure and Mechanical Properties of MgB_2. *Journal of Physics: Conference Series*, Doi: 10.1088/742-6596/153/1/012012.

Dogruer, M., Zaloglu, Y., Varilci, A., Terzioglu, C., Yildirim G., Öztürk, Ö. (2012). A Study on Magnetoresistivity, Activation Energy, Irreversibility and Upper Critical Field of Slightly Mn Added Bi-2223 Superconductor Ceramics. *J. Supercond. Nov. Magn.* 25, 4, 961-968.

Yazici, D. & Ozcelik B. (2012). Effect of high valency cations on the $(BiPb)_2Sr_2Ca_3O_{12+\delta}$ compounds. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 25, 293-297

Liyanawaduge, N.P., Kumar, A., Kumar, S., Karunarathne, B.S.B., Awana V.P.S. (2012). The Role of Ca in Superconducting and Magnetic Properties of $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (x =0.0–0.30) *J. Supercond. Nov. Magn.*, 25, 31-37.

Arda, L., Öztürk, Ö., Aşıkuzun, E., Ataoglu, S. (2013). Structural and mechanical properties of transition metals doped ZnMgO nanoparticles Powder Thecnology. 235, 479–484.

Celik, S., Öztürk, Ö., Coşkun, E., Asikuzun, E., Öztürk, K., Sarıhan M., Terzioglu, C. (2013). Comparative study on mechanical properties of undoped and Ce-doped Bi-2212 superconductors. *J. Mater. Sci: Mater. Elect.* DOI: 10.1007/s10854-013-1082-9.

Zalaoglu, Y., Bekiroğlu, E., Doğruer, M., Yildirim, G., Öztürk, Ö., Terzioglu, C. (2013). Comparative study on mechanical properties of undoped and Ce-doped Bi-2212 superconductors. *J. Supercond. Nov. Magn.* DOI:10.1007/s10854-013-1098-1.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	:Murat COŞKUNYÜREK
Doğum Yeri	:BOLU-Gerede
Doğum Tarihi	:05.12.1987
Medeni Hali	:Bekar
Yabancı Dili	:İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise	: Gerede Lisesi	(2001-2004)
Lisans	: Kastamonu Ünv. Fen- Edebiyat Fakültesi	(2006-2010)
Yüksek Lisans	: Kastamonu Ünv. Fen Bilimleri Enstitüsü	(2010-2013)

Uluslararsı Makaleler (SCI):

1- O. Ozturk, E. Asikuzun, S. Kaya, **M. Coskunyurek**, G. Yildirim, M. Yılmazlar, C. Terzioglu, "Physical Properties and Diffusion-Coefficient Calculation of Iron Diffused Bi-2223 System" J. Supercond Nov Magn. 25: 2481–2487, 2012

2- O. Ozturk, G. Yildirim, E. Asikuzun**, M. Coskunyurek** and A. Kilic. Change of Formation Velocity of Bi-2212 Superconducting Phase with Annealing Ambient. Journal of Matterials Science: Materials in Electronics. (İncelemede) (2013)

3- O. Ozturk, **M. Coskunyurek**, E. Asikuzun**,** N. Soylu, A. Hancerliogullari, A. Varilci and C. Terzioglu. The Effect of Nd_2O_3 Addition on Superconducting and Structural Properties and Activation Energy Calculation of *Bi-2212* Superconducting System. Journal of Matterials Science: Materials in Electronics. (İncelemede) (2013)

Ulusal ve Uluslararası Bildiriler:

1- E.Aşıkuzun, Ö.Öztürk**,** Ö.Yıldız, **M.Coskunyürek**, M.Erdem, C.Terzioğlu Micromechanical characterization of Pr doped Bi-2212 superconductor. 5. Ulusal Süperiletkenler Sempozyumu, İzmir, 3-6 Temmuz (2011).

2- Ö.Yıldız, Ö.Öztürk**,** E.Aşıkuzun, **M.Coskunyürek**, G.Yıldırım, M.Yılmazlar. Vickers microhardness measurements and investigation of some physical properties of Lutetium (Lu) doped Bi-2212 superconductor. 5. Ulusal Süperiletkenler Sempozyumu, İzmir, 3-6 Temmuz (2011).

3- E.Aşıkuzun, Ö.Yıldız, **M.Coskunyürek**, S.Kaya, S.P.Altıntaş ve Ö.Öztürk. Bi-2212 Süperiletkenlerinin mekanik özellikleri üzerine Lu (Lutesyum) katkısının etkisi. 18.Yoğun Madde Fiziği Ankara Toplantısı (YMF-18), Ankara, 25 Kasım (2011).

4- O. Ozturk, S. Kaya, E. Asikuzun, **M. Coskunyurek**, G. Yildirim, C. Terzioglu, Physical properties and diffusion coefficient calculation of Iron doped $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3O_y$ system, International Conference on Superconductivity and Magnetism, İstanbul-Turkey, 29 April-4 May (2012).

5- E. Asikuzun, O. Yildiz, S. Kaya, **M. Coskunyurek**, G. Yildirim and O. Ozturk, Role of the Lu addition on structural and superconducting properties of $Bi_2Sr_2Lu_xCa_1Cu_2O_y$ superconductors, International Conference on Superconductivity and Magnetism, İstanbul-Turkey, 29 April-4 May (2012).

6- E. Asikuzun, O. Yildiz, S. Kaya, **M. Coskunyurek**, G. Yildirim and O. Ozturk, Role of the Lu Addition on Structural and Superconducting Properties of $Bi_2Sr_2Lu_xCa_1Cu_2O_y$ Superconductors, 3rd International Conference on Superconductıvıty and Magnetism – Icsm, İstanbul-Turkey 29 April – 4 May (2012).

7- O. Ozturk, S. Kaya, E. Asikuzun, **M. Coskunyurek**, G. Yildirim and C. Terzioglu, Physical Properties and Diffusion Coefficient Calculation of Iron Doped $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3O_y$ System, 3rd International Conference on Superconductivity and Magnetism – Icsm, İstanbul-Turkey 29 April – 4 May (2012).

8- M. Coşkunyürek, Ö.Öztürk, E.Aşikuzun, S.Kaya ve N.Soylu, Nd_2O_3 katkili bi-2212 süperiletkeninin yapisal ve mekaniksel özelliklerinin incelenmesi Türk Fizik Derneği 29.Uluslararası Fizik Kongresi (TFD-29), Bodrum, 4-8 Eylül (2012).

Yaz Okulları ve Konferanslar:

1- 5. Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu, İzmir, 03-06 Temmuz (2011).

2- Türk Fizik Derneği 29.Uluslararası Fizik Kongresi (TFD-29), Bodrum, 4-8 Eylül (2012).