T.C.
KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KATIHAL REAKSİYON YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN Co KATKILI POLİKRİSTAL YBCO-358 SÜPERİLETKENLERİNİN YAPISAL, ELEKTRİKSEL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ryad Alhadi Mohamed AREBAT

Danışman	**Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK**
Jüri Üyesi	**Prof. Dr. Şükrü ÇAVDAR**
Jüri Üyesi	**Dr. Öğrt. Üyesi Elif AŞIKUZUN**

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANA BİLİM DALI

KASTAMONU – 2018

TEZ ONAYI

Ryad Alhadi AREBAT tarafından hazırlanan " **Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen Co katkılı polikristal YBCO-358 süperiletkenlerinin yapısal, elektriksel ve mekanik özelliklerinin incelenmesi**" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde savunulmuş ve **oy birliği** ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik Ana Bilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman	Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK Kastamonu Üniversitesi	.....
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Şükrü ÇAVDAR Gazi Üniversitesi	.....
Jüri Üyesi	Dr. Öğrt. Üyesi Elif AŞIKUZUN Kastamonu Üniversitesi	.....

29/06/2018

Enstitü Müdür V.	Doç. Dr. M. Altan KURNAZ	.....

TAAHHÜTNAME

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

Ryad Alhadi Mohamed AREBAT



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KATIHAL REAKSİYON YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN Co KATKILI POLİKRİSTAL YBCO-358 SÜPERİLETKENLERİNİN YAPISAL, ELEKTRİKSEL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ryad Alhadi Mohamed AREBAT
Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Bu çalışmada, x= 0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 olmak üzere $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ sisteminde Cu ile Co nanoparçacık kısmi yer değiştirmesinin etkisinin, X-ışını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı Spektrumu (EDS), Vicker's Mikrosertliği ve Elektriksel Direnç (RT) ölçümleri ile analiz edilmesi amaçlanmıştır. Numune üretimi geleneksel katıhal reaksiyon metodu ile gerçekleştirilmiştir. Üretim sürecinde, 850 ^oC 24 saatte 3 kez kalsinasyondan sonra 24 saat 930 ^oC sinterleme işlemi uygulanmıştır. XRD ve dirence karşı sıcaklık ölçümlerinden, Y358-50 numunesi dışında elde edilen numunelerin kristal yapısının katkılama ile ortorombik yapıdan sapmadığı, üretilen numunelerin sıfır dirençliliğinin ise sistemdeki Co nanoparçacık yoğunluğunun artmasıyla azaldığı bulunmuştur. Sistemdeki katkı miktarının artması sonucu üretilen tablet numunelerin mikrosertlik değerleri değişmiştir. Bütün numuneler ters çentik boyutu etkisi davranışı (TÇBE) göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: YBCO, Y358, yüksek sıcaklık süperiletkenler, katıhal reaksiyon yöntemi, Vickers, Meyer, Hays-Kendall, IIC

2018, 66 sayfa
Bilim Kodu: 202

ABSTRACT

MSc. Thesis

INVESTIGATION OF STRUCTURAL, ELECTRICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF Co DOPED YBCO-358 POLYCRYSTALLINE SUPERCONDUCTORS PRODUCED BY SOLID STATE REACTION METHOD

Ryad Alhadi Mohamed AREBAT
Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

In this study, we aimed to analyze effect of Co nanopowder partial substitution with Cu in the $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ system with x=0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 by performing X-ray Diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), Vicker's Microhardness Tester and Electrical Resistivity Measurement System (R-T). The conventional solid state reaction method chosen to fabricate the system. In the fabrication process we applied 930^{o}C for 24 hours after 3 times calcination at 850^{o}C 24h. From the XRD and resistance versus temperature measurements, it was found that the crystal structure of the obtained samples except Y358-50 did not deviate from the orthorhombic structure by doping, while the zero resistivity of the produced samples decreased with increasing Co nanoparticle concentration in the system. As a result of increasing of doping amount in the system, the microhardness values of the produced bulk samples changed. All samples showed reverse indentation size effect behavior (RISE).

Key words: YBCO, Y358, high temperature superconductors, solid state reaction method, Vickers, Meyer, Hays-Kendall, IIC

2018, 66 pages
Science Code: 202

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının başarılı bir şekilde tamamlanmasında yardımlarını asla esirgemeyen, kıymetli deneyimlerini ve tüm laboratuvar imkânlarını benimle paylaşan danışman hocam Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK'e teşekkür ederim. Bana çalışma fırsatı verdiği için Libya Devleti'ne, tüm aileme, özellikle babama ve anneme destek oldukları için müteşekkirim.

Tezimin her aşamasında verdikleri yadsınamaz katkılardan dolayı Dr. Öğr. Üyesi Elif AŞIKUZUN hocama ve çalışma arkadaşlarım Öğr. Gör. Fatih BULUT'a ve Abdul Rhman NEFROW'a da ayrıca teşekkürü bir borç bilirim. Deneylerimin bir kısmını gerçekleştirdiğim Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'na ve çalışanlarına da sonsuz şükranlarımı sunarım.

Ryad Alhadi Mohamed AREBAT
Kastamonu, Haziran, 2018

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
TABLOLAR DİZİNİ	x
RESİMLER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. SÜPERİLETKENLİĞİN TEMELLLERİ	4
2.1. Süperiletkenlerin Özellikleri	4
2.1.1. Kritik Sıcaklık	4
2.1.2. Kritik Manyetik Alan	5
2.1.3. Kritik Akım Yoğunluğu	6
2.2. Meissner Etkisi	6
2.3. Josephson Etkisi	8
2.4. Manyetik Akı Kuantumlanması	9
2.5. Süperiletkenlik Teorileri	9
2.5.1. İki Sıvı Modeli ve London Teorisi	9
2.5.2. Ginzburg-Landau Teorisi	10
2.5.3. BCS Teorisi	11
2.5. I. ve II. Tip Süperiletkenler	11
2.4. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri	12
2.7.1. YBaCuO Süperiletken Sistemi	14
3. ÜRETİM YÖNTEMLERİ	17
3.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi	17
2.3. Sol-Jel Yöntemi	17
2.4. Cam-Seramik Yöntemi	18
4. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ	19
4.1. X-Işını Kırınımı	19

4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu 20
4.3. Elektriksel Özdirenç Ölçümü 21
4.4. Mikrosertlik Ölçümü 23
4.4.1. Vickers Mikrosertlik Testi 23
5. LİTERATÜR İNCELEMESİ 25
6. MATERYAL VE METOT 28
6.1. Numunelerin Hazırlanması 28
6.2. X-ışını Kırınım Analizi 31
6.3. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analizi 33
6.4. Sıcaklığa Bağlı Direnç Ölçümü 33
6.5. Mikrosertlik Analizi 34
7. TARTIŞMA VE BULGULAR 37
7.1. Yapısal analiz 37
7.1.1. X-ışınları Kırınımı Analiz Sonuçları 37
7.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analiz Sonuçları 39
7.2. Elektriksel Direnç Ölçümleri 46
7.2.1. Taşıyıcı Yoğunluğunun Hesaplanması 48
7.3. Mekanik Karakterizasyon Sonuçları 49
7.3.1. Meyer Kanunu 52
7.3.2. Hays-Kendall Modeli 54
7.3.3. Çentici Kaynaklı Yarılma Modeli 55
8. SONUÇLAR 58
KAYNAKLAR 60
ÖZGEÇMİŞ 66

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

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

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1 Süperiletken malzemenin direnç-sıcaklık eğrisi 4
Şekil 2.2 Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağımlılığı..... 5
Şekil 2.3 Meissner etkisi 7
Şekil 2.4 Süperiletken içerisindeki manyetizasyonun dış manyetik alan ile değişimi 8
Şekil 2.5 Bir yalıtkan ile ayrılmış süperiletken malzeme..... 9
Şekil 2.6 I. ve II. tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklık ile değişimi 12
Şekil 2.7 (a), Bi-Sr-Ca-Cu-O ve (b), Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemlerinin kristal yapısı..... 14
Şekil 2.8 Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminin kristal yapısı..... 14
Şekil 2.9 Y-358 sisteminin kristal yapısı, A ($Y_3Ba_5Cu_8O_{17}$), B ($Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$) ve C ($Y_3Ba_5Cu_8O_{19}$)..... 16
Şekil 4.1 X-ışını oluşumunun şematik gösterimi 19
Şekil 4.2 Bragg yasasının şematik gösterimi 20
Şekil 4.3 SEM analizinin şematik gösterimi 21
Şekil 4.4 Dört nokta kontak yönteminin şematik gösterimi..... 22
Şekil 4.4 Elektriksel ölçüm sisteminin şematik gösterimi 22
Şekil 4.5 a) Vickers mikrosertlik testinde kullanılan piramit uçlu çentici, b) piramit uçlu çenticinin yüzeyde bıraktığı iz..... 24
Şekil 6.1 Sinterleme işlemine ait grafik 31
Şekil 7.1 Numunelerin XRD desenleri..... 38
Şekil 7.2 (108) ve (018) piklerindeki kaymayı gösteren XRD grafiği..... 39
Şekil 7.3 Üretilen numunelerin SEM görüntüleri (a) Y358-0, (b) Y358-5, (c) Y358-10, (d) Y358-15, (e) Y358-20, (f) Y358-50..... 42
Şekil 7.4 Üretilen numunelerin EDS sonuçları (a) Y358-0, (b) Y358-5, (c) Y358-10, (d) Y358-15, (e) Y358-20, (f) Y358-50..... 45
Şekil 7.5 Üretilen numunelerin RT sonuçları, iç grafik Y358-50 numunesine aittir..... 47
Şekil 7.6 Taşıyıcı yoğunluğunun Co katkısı ile değişimi..... 48
Şekil 7.7 Üretilen numunelerin uygulanan kuvvete karşı sertlik grafiği..... 50
Şekil 7.8 Numunelerin Meyer kanununa göre lnF-lnd grafiği..... 53
Şekil 7.9 HK modeline göre numunelerin F–d^2 grafiği 54
Şekil 7.10 Numunelerin ln(Hv)-ln($F^{5/3}/d^3$)grafikleri..... 56

TABLOLAR DİZİNİ

Sayfa

Tablo 6.1 Numune üretiminde kullanılan toz miktarları ve bu miktarlarının belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller 28
Tablo 7.1 Numunelere ait tanecik boyutu, örgü parametreleri ve hacim değerleri 39
Tablo 7.2 Süperiletken özellik gösteren numunelerin kritik sıcaklık değerleri .. 46
Tablo 7.3 Süperiletken özelliği gösteren numunelere ait taşıyıcı yoğunluğu değerleri 49
Tablo 7.4 Tüm numuneler için mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri 51
Tablo 7.5 Numunelerin Meyer kanununa göre elde edilen n ve A değerleri 53
Tablo 7.6 HK modeline göre elde edilen veriler ve hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri 55
Tablo 7.7 IIC modeline göre elde edilen m, K ve H_{IIC} değerleri 57

RESİMLER DİZİNİ

Sayfa

Resim 6.1 a) Tozları karıştırmada kullanılan agat havan b) Alümina kayıkcık.. 29
Resim 6.2 a) Protherm PLT-120/5 model kül fırın b) Specac marka pres cihazı 29
Resim 6.3 Sinterleme işleminde kullanılan Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırın, iç resimde tablet halindeki numunenin alümina kayık üzerindeki görüntüsü 30
Resim 6.4 XRD analizinde kullanılan Bruker D8 Advance model X-ışınları difraktometresi..... 32
Resim 6.5 SEM ve EDS analizinde kullanılan FEI Quanta Feg 250 model taramalı elektron mikroskobu 33
Resim 6.6 Elektriksel ölçüm için örnek tutucuya yerleştirilmiş numune 34
Resim 6.7 Shimadzu HVM-2 model Vickers mikrosertlik test cihazı..... 36

1. GİRİŞ

İletkenlik kavramı elektrik akımının madde içerisinde elektronlarca taşınmasından ileri gelmektedir. Elektronlar, elektrik akımının madde içerisinde bir uçtan diğer uca taşınması rolünü üstlenirken birtakım zorluklarla karşılaşırlar ve bu zorluklara direnç adı verilir. Ancak bazı malzemeler kendilerine has düşük sıcaklıklarda elektrik akımına karşı bir direnç göstermezler. Bu tür malzemelere süperiletken malzeme denir ve süperiletken davranış sergilemeye başladıkları sıcaklık ise kritik sıcaklık (T_c) olarak tanımlanır. Süperiletken malzemeler, elektrik akımına karşı direnç göstermediklerinden herhangi bir enerji kaybına da yol açmazlar.

1911 yılında, helyumun sıvı olarak kullanılmasıyla, Leiden Üniversitesinden H. K. Onnes malzemelerin elektriksel özelliklerini incelerken, civanın 4K'de elektrik direnci göstermediğini saptamıştır [1]. Bu sonucun ardından kalay, alüminyum ve kurşun gibi metallerde de benzer sonuçlara ulaşmıştır. Bunların yanı sıra birçok metal ve alaşımda da süperiletkenlik davranışı gözlemlenmiştir [2]. Bu keşiflerin ardından popülerlik kazanan süperiletken malzemeler araştırılmaya devam edilmiştir. Yapılan araştırmalar sonucunda 1941 yılında niobiyum-nitratın 16K'de, 1953'te ise vanadyum-silikonun 17K de süperiletken olduğu keşfedilmiştir. 1960 yılında niobiyum ve titanyum alaşım olarak süperiletken telin keşfinin ardından aynı yılda İngiltere'de yüksek enerji parçacık hızlandırıcıları bakır kaplı niobiyum-titanyumdan yapmışlardır. 1987 yılında ise Amerika'da ilk süperiletken hızlandırıcı kullanılmıştır [3, 4].

1933 yılında W. H. Meissner ve öğrencisi R. Oschenfeld gerçekleştirdikleri deneyde, kritik sıcaklık altına soğutulan ve süperiletken hale geçen malzemelerin manyetik alanı dışladığını gözlemlemişlerdir. Bu olaya "Meissner Etkisi" adı verilmiştir. 1935 yılına gelindiğinde ise Fritz ve Heinz London kardeşler, London teorisini geliştirerek, durgun manyetik alanın bir süperiletken malzeme içine sızabilme mesafesi olan London Nüfuz Derinliğini bulmuşlardır [5]. London teorisi, Maxwell denklemlerinden faydalanarak Meissner Etkisi'ni tanımlamıştır.

L. V. Shubnikov ve grubu, 1934 yılında $PbTl_2$ tek kristalinin farklı iki kritik alana sahip olduğunu göstermiştir. Düşük kritik alan olarak ifade edilen sınırın üzerine çıkıldığında, manyetik akı kısmen dışlanıyor ve kısmen süperiletken malzemenin içerisine nüfuz ediyor ancak yüksek kritik alan olarak ifade edilen sınırın üzerine çıkıldığında, manyetik akı süperiletken malzemeye tamamen nüfuz ederek süperiletkenliğin bozulmasına sebep oluyordu. Bu özelliği gösteren malzemelere II. tip süperiletkenler denilmiştir [2-4, 6, 7].

1950'lerde izotop etkisinin keşfiyle kristal örgüyle iletkenlik elektronları arasındaki etkileşim açıklığa kavuşmuş olup bu sayede süperiletken malzemelerde elektron-fonon-elektron etkileşimlerinin mekanizması da destek görmüştür [3]. London teorisi'nin aksine Ginzburg-Landau teorisi süperiletkenlikte kuantum etkisini dikkate alarak I. ve II. tip süperiletkenleri tanımlamıştır.

Süperiletken olayını açıklamada en etkili olan ve kabul gören teori BCS teorisi olarak bilinen, J. Bardeen, L. Cooper ve J. Schrieffer tarafından geliştirilen teoridir. BCS teorisi basit alaşım ve metaller için mutlak sıfıra yakın sıcaklıklarda süperiletkenlik olayını açıklayabilse de farklı süperiletken sistemlerde yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen süperiletkenlik olayını açıklayamamıştır. Bu teoride, yüzey üzerindeki Fermi yüzeyi kıyısından saçılan iki elektron arasında etkileşim olabileceğini açıklayarak süperiletkenlikte elektrik iletimini tanımlamada oldukça önemli bir adım atmıştır. Elektronlarca oluşturulan bu çiftlere "Cooper çifti" adı verilmiştir. Bu teori sayesinde iyi iletken olan bazı malzemelerin süperiletken olamama sebebi de açıklanmıştır [2, 8-10]. BCS Teorisinin eksiklikleri Gorkov, Landau, Abrikosov ve Ginzburg tarafından giderilmeye çalışılarak GLAG Teorisi oluşturulmuştur. B. D. Josephson'un 1962'de iki süperiletkenin aralarına süperiletken olmayan bir tabaka girmiş olsa dahi elektrik akımı oluşturabileceği fikrini ileri sürmesiyle süperiletkenlik için bir dönüm noktası daha gerçekleşmiş oldu. Joshepson Etkisi olarak bilinen bu durumdan faydalanılarak, oldukça düşük manyetik alanları dahi belirleyebilme özelliğine sahip olan SQUID (Süper İletken Kuantum Girişim Cihazı) geliştirilebilmiştir [2, 11-13].

Seramik süperiletkenlerin keşfi 1987 yılında J. Bednorz ve K. A. Müller tarafından lantan, baryum, bakır ve oksijenden oluşan (LaBaCuO) malzemenin 40 K civarında süperiletken özellik göstermesi ile başlamıştır. Normal şartlarda yalıtkan olması beklenen bu seramik yapının süperiletkenlik göstermesi üzerine lantan yerine itriyum (Y) kullanılarak YBaCuO sistemi elde edilmiş ve kritik sıcaklığı 92 K olarak saptanmıştır [8, 11-15]. YBaCuO yapısının yüksek sıcaklıklarda süperiletkenliğinin keşfinin ardından 1988 yılında BiSrCaCuO ve TlCaBaCuO yapılarının da sırasıyla 110 K ve 125K'de süperiletken oldukları saptanmıştır.

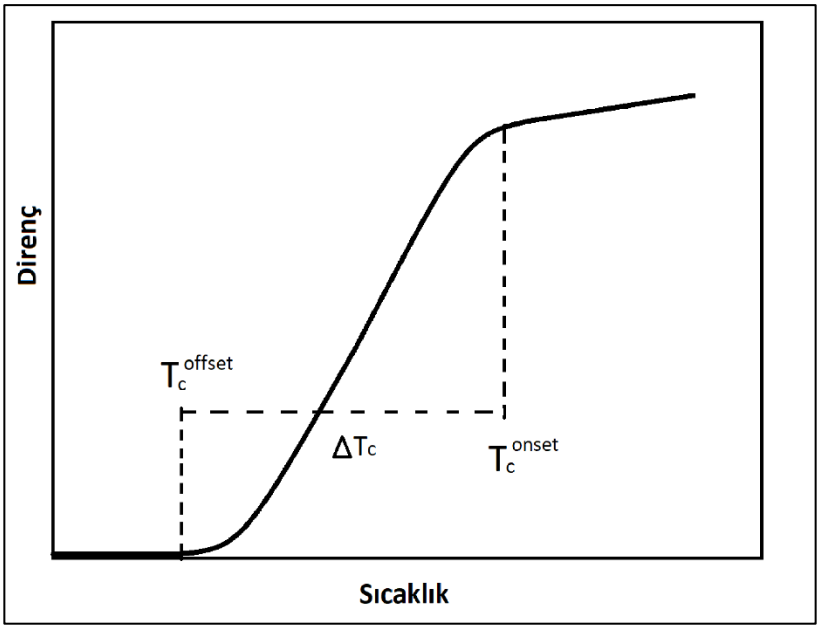
Son yıllarda $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$ bileşiği 135 K ile bilinen en yüksek sıcaklıktaki süperiletken yapıdır [9, 11]. 2001 yılında ise Tokyo'da J. Akimitsu ve grubu 40K kritik sıcaklığa sahip olan ve oldukça yüksek akım yoğunluğu değerlerine ulaşabilen MgB_2 sisteminde süperiletkenliği keşfetmişlerdir [11]. Bunların yanı sıra bazı basit materyallerde ve bileşiklerde de süperiletkenlik özellikleri gözlenmiştir.

2. SÜPERİLETKENLİĞİN TEMELELLERİ

2.1. Süperiletkenlerin Özellikleri

2.1.1. Kritik Sıcaklık

Oda sıcaklığında elektrik direnci gösteren malzemelerin, elektrik direncinin sıfıra inerek süperiletken özellik göstermeye başladığı sıcaklık değeri "kritik sıcaklık" ya da "geçiş sıcaklığı" olarak ifade edilmektedir. T_C ile gösterilen kritik sıcaklık değeri her malzeme için ayırt edici bir özelliktir. Süperiletken malzemelerin kritik sıcaklık değeri "onset" ($T_C^{(on)}$) ve "ofset" ($T_C^{(off)}$) sıcaklığı olmak üzere iki farklı sıcaklık değerinden oluşmaktadır. Direnç-sıcaklık eğrisinin doğrusallıktan saptığı nokta onset değerini verirken direncin sıfırlandığı sıcaklık ise offset değerine karşılık gelmektedir. Bu iki değerin farkı ise sıcaklık gradyentini verir ($\Delta T=T_{C(on)}-T_{C(off)}$) [16].



Şekil 2.1. Süperiletken malzemenin direnç-sıcaklık eğrisi

Çok düşük sıcaklıklara soğutulan her metal süperiletken hale geçmeyebilir. Kalay 3.7K'de süperiletken özellik gösterirken, gümüşün direnci düşük sıcaklıklarda bile sıfır olmaz. Oda sıcaklığında iyi iletkenler olan altın, gümüş ve bakır gibi metaller

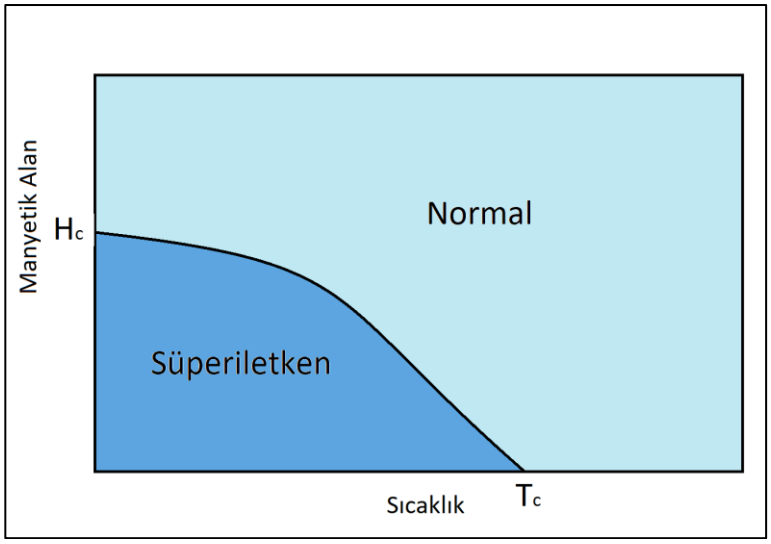
düşük sıcaklıklara soğutulmalarına rağmen süperiletken özellik sergilemedikleri gözlenmiştir. Buna rağmen oda sıcaklığında iletkenlikleri iyi olmayan kalay, çinko ve kurşun gibi metaller ise düşük sıcaklıklara inildiğinde süperiletken özellik göstermektedirler.

2.1.2. Kritik Manyetik Alan

Malzemelerin süperiletkenlik özellikleri yalnızca sıcaklık ile değil aynı zamanda dış manyetik alan ile de bozulabilmektedir ve süperiletkenliği bozan manyetik alan değerine "kritik manyetik alan" denilmektedir. H_C olarak ifade edilen bu kritik manyetik alan değeri sıcaklık ile olan ilişkisi,

$$H_C(T) = H_C(0)\left[1 - \left(\frac{T}{T_C}\right)^2\right] \tag{2.1}$$

formülü ile tanımlanmaktadır. $H_C(0)$ değeri mutlak sıcaklık seviyesindeki manyetik alan değeri olarak alınmaktadır. Süperiletken malzemelerin kritik manyetik alan-sıcaklık ilişkileri Şekil 2.2'de verilmiştir [17].



Şekil 2.2. Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağımlılığı

2.1.3. Kritik Akım Yoğunluğu

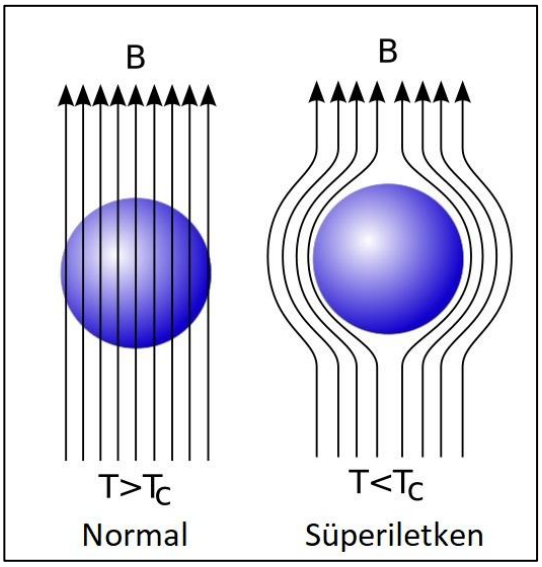
Kritik sıcaklık ve kritik manyetik alanda olduğu gibi süperiletken malzemeler içerisindeki akım yoğunluğuna bağlı olarak da süperiletkenlik özelliklerini kaybedebilirler. Süperiletken malzemelerin içerisindeki akım yoğunluğunun maksimum değerine "kritik akım yoğunluğu" adı verilir ve J_C olarak gösterilir. Kritik akım yoğunluğu değeri, malzemenin süperiletken hale geçtiği kritik sıcaklık değerinde başlayarak en yüksek değerine mutlak sıcaklık değerinde ulaşır.

Kritik akım yoğunluğu değeri aşıldığı takdirde süperiletkenlik bozulur. Bununla birlikte süperiletken malzemeler, üzerindeki akım yoğunluğu kritik değere ulaştığında yüzeydeki manyetik alan şiddeti kritik manyetik alan şiddetine ulaşacaktır. Bu sebeple yüzeydeki manyetik alan şiddeti yüzey akım yoğunluğu ile ilişkilidir. Böylece yüzeydeki akım ve uygulanan manyetik alandan kaynaklanan toplam manyetik alan şiddeti kritik manyetik alan şiddetinin aştığında malzeme süperiletkenlik özelliğini kaybedecektir.

İletim akımının oluşturduğu manyetik alan varken, dışarıdan uygulanan manyetik alanın olmaması halinde ise kritik akım iletkenin yüzeyindeki kritik manyetik alan şiddetini oluşturan akım olacaktır. Kritik manyetik alanın kritik sıcaklık ile ilişkili olduğunu hatırlarsak, kritik akım yoğunluğunun yüksek sıcaklıklarda azaldığı sonucuna kolayca varılacaktır [18].

2.2. Meissner Etkisi

Meissner ve Ochsenfeld 1933 yılında yaptıkları keşifle, süperiletken malzemelerin manyetik akıyı tamamen dışarladıklarını keşfetmişlerdir. Bu olaya "Meissner Etkisi" adı verilmiştir. Silindirik süperiletken malzemelerle yaptıkları deneyler sayesinde, sıcaklıkları kritik sıcaklık altına düşürülen malzemelerin manyetik alan içerisine konulduklarında manyetik akıyı tamamen dışladığını görmüşlerdir. Benzer şekilde, manyetik alan içerisindeki malzemenin kritik sıcaklığa soğutulduğunda aniden manyetik akıyı dışarladığını gözlemlemişlerdir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Meissner etkisi

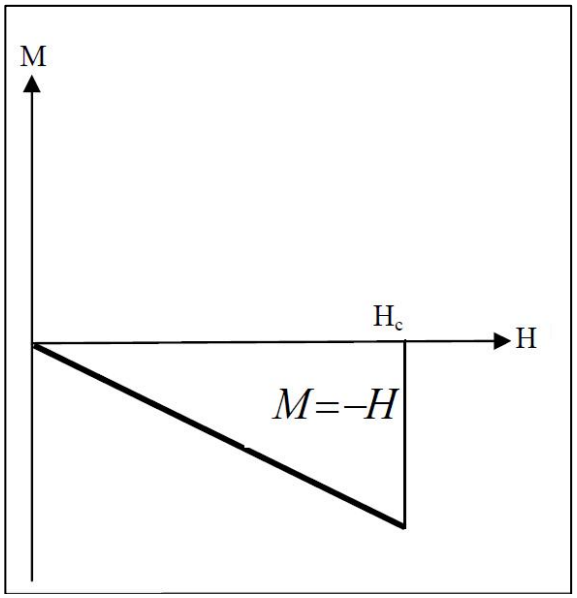
Madde içindeki manyetik indüksiyon,

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0(1 + \chi)\vec{H} \tag{2.2}$$

formülü ile verilirken, burada $\vec{H}$ dış manyetik alan, $\vec{M}$ ortam içindeki manyetik alan ve χ ise manyetik alınganlıktır. Süperiletken halde iken numune içinde $\vec{B} = 0$ olur. Böylece,

$$\vec{M} = -\vec{H} \tag{2.3}$$

ifadesi elde edilmiş olur. Sonuç olarak, numune içindeki manyetik alan dış manyetik alan ile zıt yönde ve eşit büyüklüktedir. Bu sebeple numune diyamanyetiktir ve manyetik alınganlığı $\chi = -1$ olur [19]. Süperiletken malzeme içerisindeki manyetik alan ile dış manyetik alanın değişimleri Şekil 2.4'te verilmiştir.

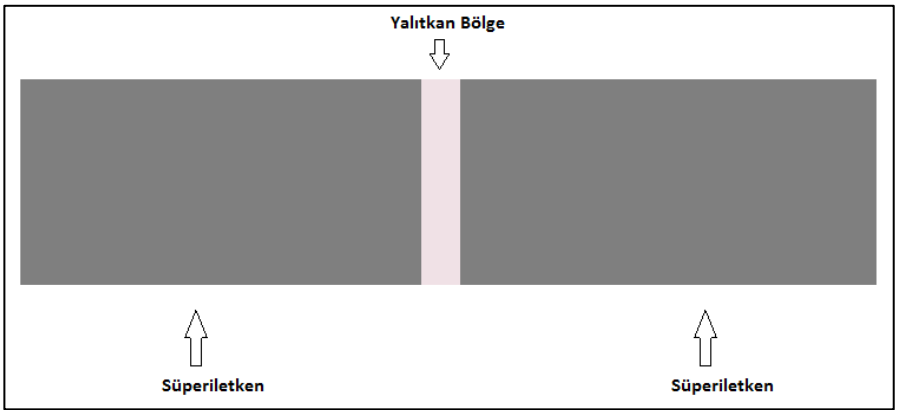


Şekil 2.4. Süperiletken içerisindeki manyetizasyonun dış manyetik alan ile değişimi

2.3. Josephson Etkisi

İki süperiletkeni birbirinden ayıran ince bir tabakadan elektronların tünelleme yolu ile geçebilmektedirler. Brian Josephson 1961 yılında Cooper çiftlerinin elektronlar gibi tünellenebileceğini göstererek Josephson etkisini bulmuştur. Bu etki Cooper çiftlerinin herhangi bir dirençle karşılaşmaksızın tünellenerek bir DC akım oluşturabileceğini öngörmektedir. Bir gerilim farkı olmaksızın oluşabilen bu akım, ilave bir DC gerilim uygulanması halinde ise ikinci bir olay olarak AC akımın ortaya çıktığını göstermektedir [20].

İnce bir yalıtkan ile ayrılan süperiletken malzemede, Cooper çiftleri ilk süperiletkenin fermi yüzeyinden diğerinin fermi yüzeyine geçememektedir. Eğer süperiletkenlerden birine çok düşük bir gerilim uygulanırsa uygulanan yerdeki elektron yoğunluğu artacağı için elektronlar diğer tarafa geçme çabasında olacaklardır ki bu geçiş ancak tünelleme vasıtasıyla mümkün hale gelecektir. Elektronlar bu geçişi kuantum mekaniksel bir tünelleme ile gerçekleştireceklerdir. Bu durum Josephson etkisi olarak bilinmektedir (Şekil 2.5). Cooper çiftlerinin tünelleme yapabilmesi için yalıtkan bölgenin dar olması gerekmektedir [21].



Şekil 2.5. Bir yalıtkan ile ayrılmış süperiletken malzeme

2.4. Manyetik Akı Kuantumlanması

Süperiletken bir halkada sonsuz akım oluşturmak mümkündür. Süperiletken malzeme $T>T_C$ sıcaklığında iken bir manyetik alan içerisine koyulur. Bu şartlarda manyetik alan çizgileri halka şeklindeki süperiletkenin içinden geçmektedir. Bu durumda, kritik sıcaklığın altına soğutularak süperiletken hale geçen halkaya uygulanan manyetik alan sıfırlanarak Faraday indüksiyon yasası doğrultusunda, azalan manyetik akıyı karşılamak için halka içerisinde bir akım indüklenir. Halka süperiletken olmayıp herhangi bir dirence sahip olsaydı, indüktansa bağlı olarak, bir süre sonra halkada oluşan manyetik alan kaybolması beklenirdi. Ancak süperiletken durumdaki halka dirence sahip olmadığından akımın sonlanması beklenemez. Bu durum manyetik akımın süperiletken durumda "donmuş" olacağını gösterir. Donmuş olarak tabir edilen bu manyetik akı ile yapılan çalışmalar sonucunda, oluşan bu akının kuantumlu olduğu sonucuna ulaşılmıştır [22].

2.5. Süperiletkenlik Teorileri

2.5.1. İki Sıvı Modeli ve London Teorisi

İki sıvı modeli 1934 yılında Gorter ve Casimir tarafından ortaya atılmıştır. Bu modele göre normal durumda iletimden sorumlu normal elektron yoğunluğu, n_n ve süperiletken durumda iletimden sorumlu süperelektronların yoğunluğu, n_s olarak kabul edilirse, süperiletken fazdaki bir malzemenin içerisinden her iki elektron grubunun da farklı tabakalar halinde bir arada bulunmaktadırlar. Süperiletkenlik

halinde süperelektronların normal elektronlara bir manada kısa devre yaptırmalarından dolayı taşıyıcı özelliğini üstlenerek sıfır dirence yol açtıklarının öne sürüldüğü bu modelde mutlak sıfıra yaklaşıldıkça n_n yoğunluğu azalırken n_s yoğunluğunun arttığı söylenmektedir.

Fritz ve Heinz London kardeşlerin bir süperiletken içerisindeki manyetik alan ve elektrik akımının davranışını açıklamak üzere geliştirdikleri denklemlerin temelinde ise esasen Maxwell denklemleri yer almaktadır. Süperiletkenliğin doğasına uygun olarak geliştirilen ve belirli kısıtlamalara sahip olan bu denklemlere London Denklemleri denilmektedir [23].

2.5.2. Ginzburg-Landau Teorisi

London teorisi gibi mikroskobik bir teori olan Ginzburg-Landau teorisi 1950 yılında Ginzburg ve Landau tarafında ortaya konulmuştur. Bu teori BCS teorisine katkıda bulunmuş ve II. tip süperiletkenlerin keşfine katkı sağlamıştır. Süperiletkenlerin mükemmel diyamanyetik olmalarının sebebi yüzeyde oluşan yüzey akımlarının uygulanan manyetik alana ters manyetik alan oluşturmalarıdır. Manyetik alanı engelleyen akımlar sadece yüzeyde değil yaklaşık olarak 10^{-5}cm kalınlıktaki bir tabakada oluşur [17]. Bu yüzey tabakasında oluşan perdeleme akımları içerideki manyetik akıyı yok ederler. Perdeleme akımının aktığı derinliğe nüfuz derinliği denir. Bu nüfuz derinliği (λ_L) süperiletkenlerde karakteristik bir uzunluktur. Bundan bağımsız olarak eşuyum (koherens) uzunluğu süperiletken içerisinde konuma bağımlı bir manyetik alan olduğu takdirde elektron yoğunluğunun yaklaşık sabit kaldığı bir uzunluktur. Bunun yanı sıra koherens uzunluğunu süperiletkenliğin oluşturulup bitirilebildiği en küçük boyut olarak da tanımlamak mümkündür. Koherens uzunluğu Ginzburg-Landau denklemlerinin bir sonucudur.

Ginzburg-Landau teorisi esasında süperelektronların düzenini veren dalga fonksiyonuna dayanmaktadır. London teorisine alternatif olan bu teori, yapılan varsayımları doğrularken London teorisinin aksine manyetik alan etkisini belirlemede kuantum mekaniğinden faydalanmaktadır.

Karakteristik olan koherens uzunluğu ve nüfuz derinliğinin oranı süperiletkenlik teorisi için önemlidir. Bu uzunlukların oranı malzemenin hangi tip süperiletken olduğunu göstermektedir [17].

2.5.3. BCS Teorisi

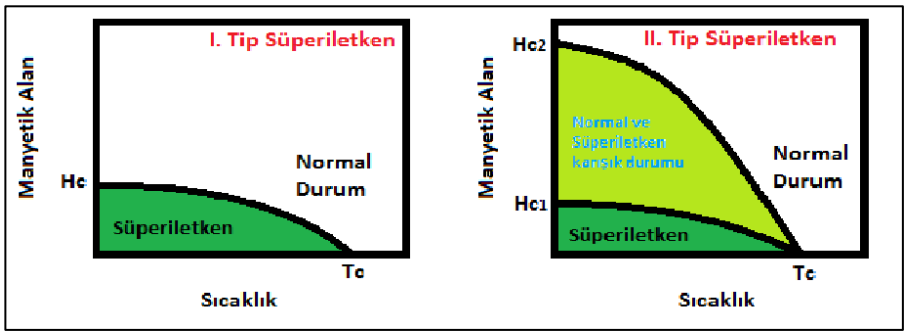
Süperiletkenlerin düşük sıcaklıklardaki davranışlarını açıklayan BCS teorisi, 1957 yılında J. Bardeen, L.N. Cooper ve J.R. Schrieffer tarafından ileri sürülmüştür ve bu nedenle isimlerinin baş harfleri ile adlandırılmıştır. BCS teorisinde süperiletkenlik, iletim bandındaki elektronların Cooper çiftlerini oluşturmasıyla farklı bir durum oluşması olarak tanımlamaktadır. Momentum ve spinleri zıt olan elektronlar bir elektron-fonon-elektron etkileşmesi vasıtasıyla bağlanarak Cooper çiftlerini oluşturmaktadır [11]. Bir elektron örgüdeki pozitif örgü iyonları arasından geçerken, iyonları kendine doğru çekerek pozitif yük yoğunluğunu arttırır. Etkileşen iyon denge konumuna ulaşmadan bir diğer elektronu çekerek iki elektron arasında iyon tarafından bir etkileşim oluşturulur. Bu etkileşim sayesinde malzeme artık tek elektron kuantum halinde değil Cooper çiftlerinden oluşan süperiletken hale ya da minimum enerji haline geçmiş olur. Böylece normal haldeki malzemede saçılan elektronlar, malzeme süperiletken haldeyken çift oluşturdukları için normal halden daha az saçılmaya uğrar ve sıfır dirençlilik meydana gelmiş olur. Cooper çiftlerini oluşturan elektronlar normalde Pauli dışarlama ilkesine uysalar da Cooper çifti oluşturduklarında artık bu ilkeye uymazlar ve tek tanecik gibi davranırlar. Cooper çiftlerinin toplam momentum ve spininin sıfır olmasıyla birlikte süperiletken malzeme en düşük enerjili haline ulaşmış olur. Cooper çiftlerinin aynı kuantum durumuna kilitlenmeleriyle süperiletken sistem makroskobik bir kuantum mekaniksel sisteme dönüşmüş olur [11, 17, 21].

2.6. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenler manyetik alan içerisindeki davranışlarına göre I. tip ve II. tip süperiletkenler olarak sınıflandırılmışlardır (Şekil 2.6). I. tip süperiletkenler çoğunlukla saf maddelerden oluşurken bu malzemelerin süperiletkenlikleri düşük bir manyetik alan ile bozulabilmektedir [21]. Geçiş metalleri ve alaşımlar II. tip

süperiletken özelliği gösterirler ve manyetik alana I. tip süperiletkenlere göre daha dayanıklıdırlar. Her iki tip süperiletkenler de sıfır manyetik alanda süperiletkenlik geçişinde benzer özellikler göstermelerine rağmen Meissner etkisinde farklılık ortaya çıkmaktadır. I. tip süperiletkenlerde manyetik alanın dışlanması indiksüyon vasıtasıyla oluşan yüzey akımları tarafından sağlanmaktadır. Bu grupta manyetizma negatif olarak lineer bir artış gösterirken, kritik manyetik alan değerine ulaşıldığında ani bir düşüşle ölçülmesi zor seviyelere düşerek yaklaşık sıfır olur. Ayrıca, I. tip süperiletkenlerin bir diğer ayırt edici özelliği ise süperiletkenlik geçişlerinin keskin bir şekilde gerçekleşmesidir.

II. tip süperiletkenlerde manyetik alan değeri iki kademelidir. H_{C1} olarak gösterilen alt kritik manyetik alan değerine kadar II. tip süperiletkenler de I. tip süperiletkenler gibi manyetik alana ters yönlü mıknatıslanma oluşturarak manyetik alanı dışarıda tutarlar. Uygulanan manyetik alan H_{C1} değerini aştığında, manyetik alanın bir kısmı dışlanır diğer kısmı ise malzemeye nüfuz eder. H_{C1} değeri aşılmış olsa dahi II. tip süperiletkenler süperiletkenlik özelliği göstermeye devam ederler. Uygulanan dış manyetik alan arttırılmaya devam edilerek, H_{C2} olarak gösterilen üst manyetik alan değerine ulaşıldığında ise manyetik alan malzemeye tamamen nüfuz ederek süperiletkenliği bozar [11, 17, 21].



Şekil 2.6. I. ve II. tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklık ile değişimi

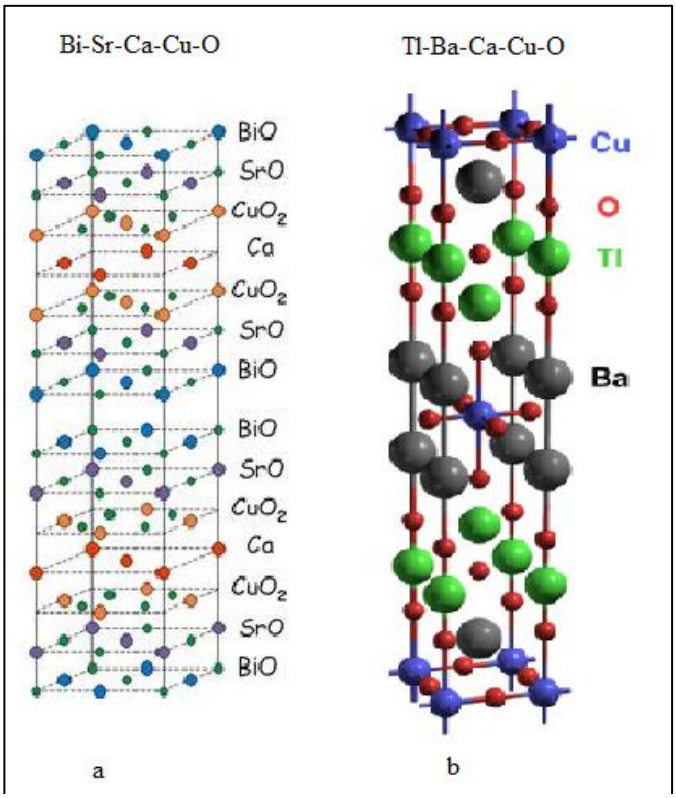
2.7. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Bakır-oksit (Cu-O) düzlemi içeren süperiletkenlere genellikle "yüksek sıcaklık süperiletkenler" (HTS) denilmektedir. 1986 yılından itibaren ortaya çıkan La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O yapılarının

kritik sıcaklıklarının yüksek basınç altında 166K'e çıktığı görülmüştür. Böylece bakır-oksit tabakası içeren süperiletken malzemelerin kritik sıcaklıklarının diğerlerinden daha yüksek olduğu görülmüştür [23].

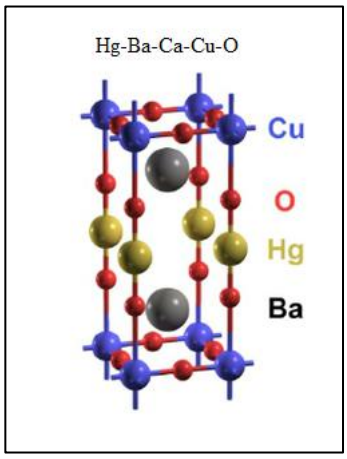
Yüksek sıcaklık süperiletkenler pervoskit adı verilen kristal yapı cinsinde sınıflandırılmaktadırlar. 10K kritik sıcaklığa sahip $BaPb_{1-x}Bi_xO_3$ sistemi bu sınıfın ilk kümesi olan kübik ($a = b = c$) pervoskitlerdendir. İkinci küme ise tetragonal ($a = b \neq c$) yapıya sahip olan tek tabakalı pervoskitlerdir ($KNiF_4$). Tetragonal yapıya sahip olan $La_{1,85}Sr_{0,15}CuO_4$ sistemi yaklaşık 38K kritik sıcaklığa sahiptir. Üçüncü küme, ortorombik ($a \neq b \neq c$) yapıya sahip olan çok tabakalı yapılarıdır. $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sistemi üçüncü kümede yer alan ortorombik kristal yapıya sahip ve yaklaşık 92K geçiş sıcaklığına sahip bir yüksek sıcaklık süperiletken sistemdir. Bu malzemeler kristal yapılarında CuO_2 düzlemli ihtiva eder ve eksik-oksijene sahip pervoskit yapılardır. Ayrıca bu yapılar yüksek anizotropik olup süperakımlar Josephson çiftlenimiyle birbirlerine bağlanmış olan CuO_2 düzlemleri boyunca akmaktadır. Diğer süperiletkenlerden neredeyse iki kat fazla olarak yüksek sıcaklık süperiletkenlerin taşıyıcı yoğunluğu 10^{21}cc'dir. Koherens uzunlukları düzlem doğrultularına göre farklılık göstermekle birlikte düşük sıcaklık süperiletkenlerine kıyasla daha küçüktür [24].

Bi-Sr-Ca-Cu-O ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemlerine ait genel formül $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ ve $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ şeklindedir. Formüllerde bulunan n değeri n=1, 2 ve 3 değerlerini alarak birim hücredeki CuO_2 tabakalarının değerini göstermektedir. Ortorombik kristal yapıya sahip olan bu sistemlerde CuO zincirleri bulunmamaktadır (Şekil 2.7).



Şekil 2.7. (a), Bi-Sr-Ca-Cu-O ve (b), Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemlerinin kristal yapısı

$HgBa_2Ca_{n-1}Cu_2O_y$ sisteminin yapısının oluşması n tane CuO_2 ve (n-1) tane Ca düzlemlerinin BaO/HgO/BaO arasında sıkışmasıyla gerçekleşmektedir. n sayısının artmasıyla ya da bir başka ifade ile CuO_2 tabakasının artması ile sistemin kritik sıcaklık değeri artmaktadır. Ancak n>3 durumu bu artışın sınırı olup literatürde n=1, 2, 3, 4 ve 5 için sırasıyla 94K, 127K, 134K, 126K ve 112K değerleri kaydedilmiştir [25-27]. Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminin kristal yapısı Şekil 2.8'de verilmiştir.



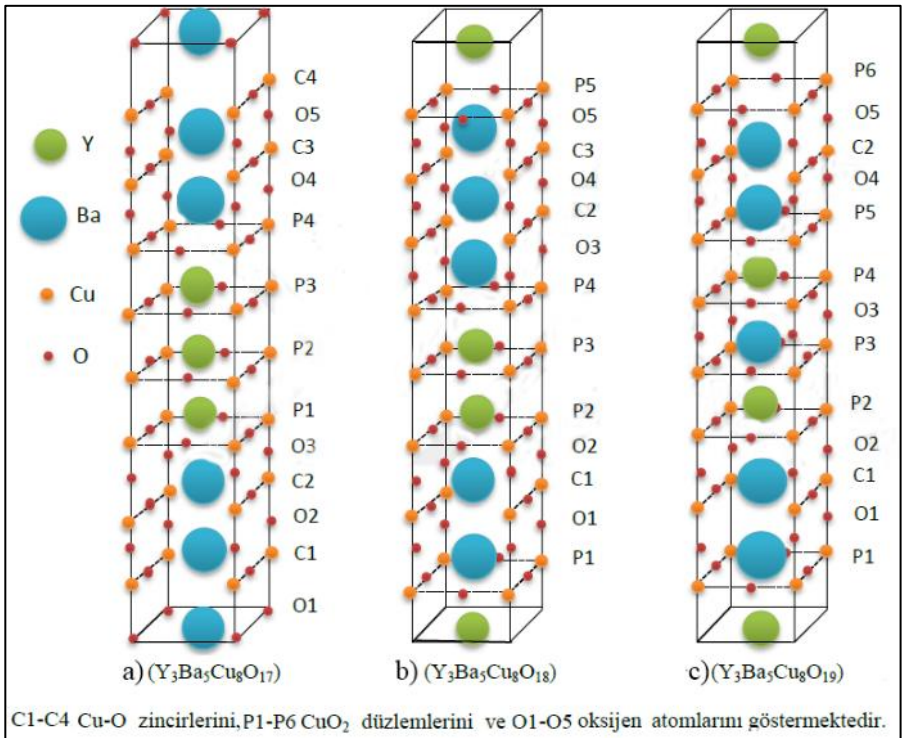
Şekil 2.8. Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminin kristal yapısı

2.7.1. YBaCuO Süperiletken Sistemi

II. tip süperiletkenlerin tümünde olduğu gibi YBaCuO (YBCO) sisteminde de manyetik alanı dışlamak için herhangi bir enerji kullanılması yerine, manyetik alanın süperakımla çevrelenmiş, akı girdapları içine alınması söz konusudur. Zehirli element içermemesi, kolay hazırlanabilmesi daha düşük anizotropiye sahip olması ve yüksek manyetik alanlarda daha yüksek akım yoğunluğu taşıyabilmesi gibi özelliklerinden ötürü tercih sebebi olan YBCO sistemi, Y-123, Y-124, Y-358 gibi farklı fazlara sahiptir [24]. YBCO ailesinin farklı fazlarında farklı sayıda CuO_2 düzlemi ve CuO zinciri bulunmaktadır. Bu düzlem ve zincir sayıları malzemeye has kritik sıcaklık değeri ve fiziksel özeliklerini etkilemektedir. Y-123 fazında bulunan iki CuO_2 düzlemi ve bir adet CuO zinciri sayesinde geçiş sıcaklığı T_c=92-94K civarında olurken, iki CuO_2 düzlemi ve iki CuO zincirine sahip Y-124 fazının geçiş sıcaklığı $T_c \approx 80K$ olarak bilinir.

Y-123 sistemi üzerinde çeşitli uygulamalar yapılarak kritik sıcaklığın yukarıya çekilebileceği görülmüştür. Yapılan çalışmalar doğrultusunda sisteme katkı yapılmaksızın kritik sıcaklığı Y-123 sisteminden daha yüksek kritik sıcaklığa sahip olan yeni bir sistemi keşfedilmiştir. $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ (Y-358) formülüne sahip bu yeni sitemin kritik sıcaklık değeri çalışmalarda Tc≈100K olarak verilmektedir [23, 28, 29]. 2009 yılında keşfedilen bu yeni fazın yapısında beş CuO_2 tabakası ve üç CuO zinciri bulunmaktadır (Şekil 2.9) [31]. Diğer YBCO bileşiklerinden fazla sayıda CuO_2 tabakası ve CuO zinciri bulundurmasının yanı sıra Y-123 fazına benzer bir kristal yapıya sahiptir ve Y-123 fazından daha az boşluk yoğunluğu vardır [28, 32]. Yapısında bulundurduğu CuO_2 düzlemleri iki ve üç adet olarak iki gruba ayrılır ve aralarında BaO tabakası yer alır.

Şekil 2.9'da Y-358 fazının faklı oksijen seviyelerine ait kristal yapıları gösterilmiştir. Burada oksijen sayılarındaki farklılıklar malzemenin kritik sıcaklık değerinde de farklılıklara yol açacaktır. Ayrıca oksijen iyonu sayısındaki bu değişiklikler malzemenin örgü parametrelerinde değişikliğe sebep olmaktadır. Y-358 fazının a ve b örgü parametreleri Y-123 fazına oldukça yakın iken c örgü parametresi Y-123 fazından yaklaşık 3 kat fazladır [33].



Şekil 2.9. Y-358 sisteminin kristal yapısı, a) ($Y_3Ba_5Cu_8O_{17}$), b) ($Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$) ve c) ($Y_3Ba_5Cu_8O_{19}$)

Y-358 fazının 17 oksijen iyonu barındıran yapısındaki P1 ve P2 düzlemleri ile 18 oksijen iyonu barındıran yapısındaki P3 düzlemi dışındaki tüm CuO_2 düzlemlerinde apikal oksijen bulunmaktadır. Apikal oksijen, CuO_2 düzlemleri ile CuO zincirleri arasında yük transferinin gerçekleştirilmesinden önemli rol üstlenirler [34].

3. ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Süperiletken malzemelerin hazırlanma aşaması farklı yöntemler kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık ve oksijen atmosferine ihtiyaç duyan YBCO süperiletken ailesinin üretim aşamasında tavlama sıcaklığı, tavlama süresi ve ortamdaki oksijenin yeterliliği bazı kritik noktalardandır. Bu noktalar üretilen malzemenin tanecik boyutu, elementlerin uygun kristal yapıya girmesi ve ihtiyaç duyulan oksijen seviyesine ulaşılması için gerekli uygulamalardır. Ayrıca aynı malzeme farklı üretim teknikleriyle üretildiği takdirde farklı özellikler gösterebilmektedir.

Süperiletken numunelerin hazırlanmasında çoğunlukla üç yöntem kullanılmaktadır; Katıhal reaksiyon, sol-jel ve cam-seramik yöntemi.

3.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi

Bu yöntem geleneksel olarak bilinen ve üretim aşamasında ham kimyasal tozların karıştırılarak ısıl işleme tabi tutulmasıyla gerçekleştirilir. Bu yöntemde çoğunlukla oksitli bileşikler kullanılır. Üretim aşamasında gerekli tozlar uygun atomik oranlarda agat havanlarda dövülmek suretiyle karıştırılır. Karıştırmayı takiben, elde edilen toz yüksek sıcaklıklarda kalsinasyon adı verilen ilk ısıl işleme tabi tutulur. Kalsinasyon işleminin ardından toz halindeki numune tekrar dövülerek karıştırılır. Kalsinasyon işlemi uygun sayıda yapıldıktan sonra son defa dövülen toz numune uygun kalıpta basınç altında tablet haline getirilir. Süperiletken malzemenin cinsine bağlı olarak uygun sıcaklık, süre ve atmosfer altında sinterleme adı verilen esas ısıl işlem uygulanır. Sinterlemede dikkat edilmesi gereken hususlardan biri de sıcaklığın düşüş hızıdır. Seramik hale gelen süperiletken malzeme hızlı soğutulduğu takdirde mikro çatlaklar oluşabilir.

3.2. Sol-Jel Yöntemi

Bu yöntemde süperiletken malzeme üretmek için genellikle nitrat ya da asetatlı bileşikler kullanılmaktadır. Uygun miktarda bir araya getirilen tozlar solüsyon oluşturmak için doğru çözücü ile birlikte karıştırılır. Karıştırılma işlemi solüsyonun

cinsine çözücüsüne ve sıcaklığına bağlı olarak farklı sürelerde sürdürülür. Karıştırma işlemi ile elde edilen solüsyonun jelleşmesi için sıcaklık arttırılarak karıştırma işlemine devam edilir. Oluşan jel belirli bir sıcaklıkta kalsinasyon işlemine tabi tutularak toz haline getirilir. Kalsinasyon işlemi, toz halindeki numuneden istenilmeyen asetat ya da nitrat bileşiklerinin ortamdan uzaklaştırılması için yapıldığından, gerek duyulduğu takdirde tekrar edilir. Son olarak elde edilen toz numune preslenerek tablet haline getirilir ve süperiletken faz oluşturmak üzere sinterleme işlemine tabi tutulur.

3.3. Cam-Seramik Yöntemi

Bu işlemde katıhal reaksiyon yönteminde olduğu gibi genellikle oksitli bileşikler tercih edilmektedir. Gerekli oranlarda karıştırılan ve ardında havanda dövülen tozlar eritme potasına koyularak yüksek sıcaklıklarda eritilir. Eriyen malzeme soğuk bir plaka üzerine dökülür ve soğuk iki plaka arasında bastırılarak hızlı soğuma gerçekleştirilir. Elde edilen amorf malzeme süperiletken faz oluşumu için gerekli sıcaklıklar uygulanılarak süperiletken hale getirilir [35].

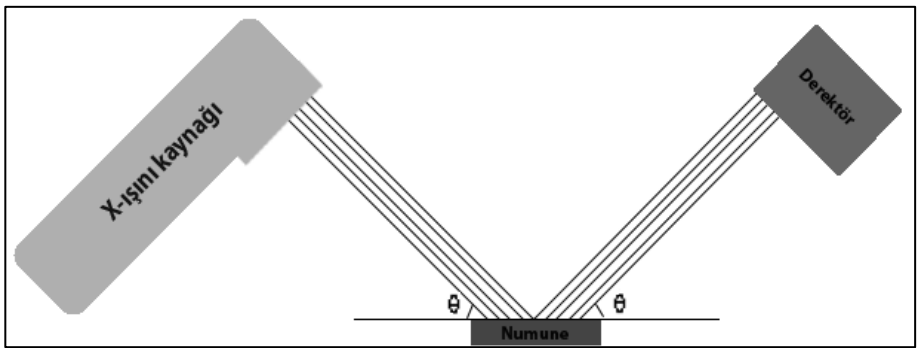
4. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

4.1. X-Işını Kırınımı

Numunenin amorf ya da kristal olduğunun belirlenmesini sağlayan X-ışını analizi, kristal yapının belirlenmesi ve incelenmesinde kullanılan önemli bir karakterizasyon yöntemidir. Bu yöntem temelinde bir X-ışını tüpünden yönlendirilmiş olan ışınların numune üzerine çarptıktan sonra detektör yardımı ile detekte edilmesine dayanmaktadır (Şekil 4.1).

Kristal yapı analizi sonucunda elde edilen kırınım deseni malzemeler için ayırt edici özelliktedir. İlk defa Max van Laue tarafından X-ışınlarının kırınım deseni kullanılarak kristal yapı ve kristal yapıdaki atomların dizilişi incelenmiştir.

X-ışını kırınımı kristal malzemenin yüzeyine gelen ışınlar ile alt düzlemlerden yansıyan ışınların aldıkları yol, dalga boyunun tam katına eşit olması halinde gerçekleşmektedir ($\lambda \leq 2d$, λ X-ışınının dalga boyu ve d düzlemler arası mesafe). Aksi takdirde ışınlar birbirlerini sönümleyeceklerdir. Kırınım demetinin şiddeti, birim hücre içinde bulunan atomların yerleri hakkında bilgi vermektedir.



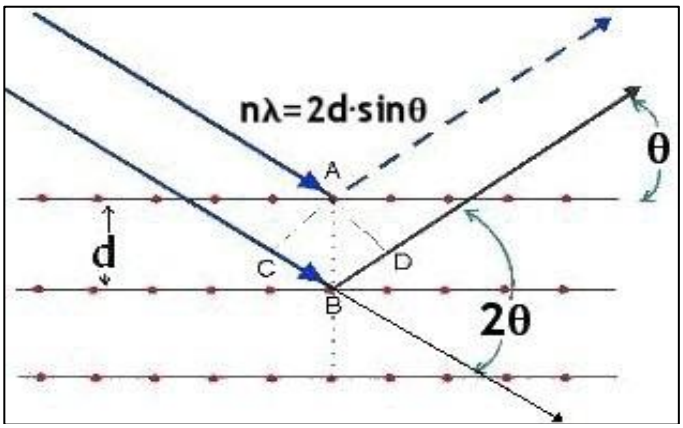
Şekil 4.1. X-ışını oluşumunun şematik gösterimi

Bir kristalin kırınım demeti, gelen ışının kristal içerisindeki atomlara çarpması sonucu oluşmaktadır. Numuneye gönderilen X-ışını demetinin şiddeti ile yansımadan sonra detektöre ulaşan demetin şiddeti birbirinden farklıdır. Bu şekilde yapının jangi kristal yapıya sahip olduğu belirlenebilmektedir.

X ışınlarının kırınımı Bragg yasasına uygun olarak gerçekleşmektedir. Bragg yasasının genel formülü,

$$n\lambda = 2d \sin\theta \tag{4.1}$$

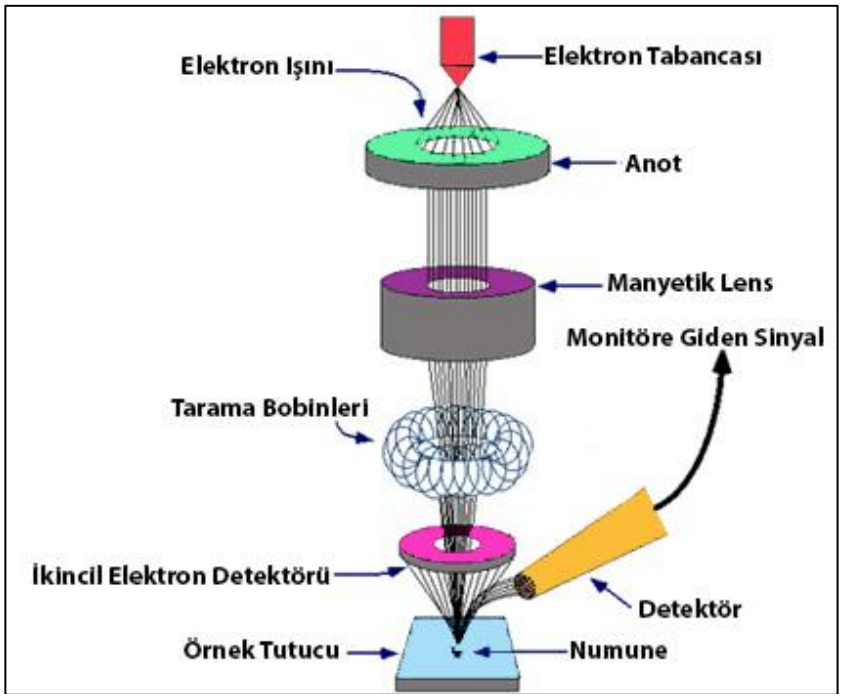
olarak verilir. Burada n kırınım mertebesi ve θ yansıma açısıdır [36].



Şekil 4.2. Bragg yasasının şematik gösterimi

4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), çok küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlar aracılığıyla yüzeyin görüntülenmesini sağlayan bir cihazdır. 1930'lu yıllarda Manfred von Ardenne öncülüğünde geliştirilen bu cihaz yaygın olarak yüzeyden yayılan ikincil elektronları algılanmasıyla yüzeyin görüntülenmesini sağlar (Şekil 4.3).

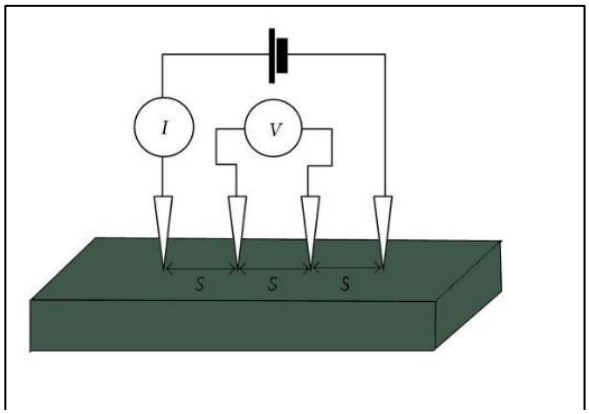


Şekil 4.3. SEM analizinin şematik gösterimi

Yüksek enerjili elektronların numuneye ait atomlarının dış yörüngelerindeki elektronlarla esnek olmayan girişim yapması sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkındaki bilgiyi taşıyarak Auger spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yörünge elektronlarıyla gerçekleşen girişimlerin sonucunda yörüngeden atılan ya da enerjisi azalan elektronlar numune yüzeyine doğru hareket ederek burada toplanırlar. Bu elektronlara ikincil elektron adı verilmektedir. Oluşan bu ikincil elektronlar ikincil elektron detektöründe algılanarak elektron görüntüsünün sinyale dönüştürülmesi gerçekleştirilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm ya da daha düşük derinliklerinden geldikleri için yüzeyin yüksek çözünürlükte görüntüsü alınabilmektedir [36, 37].

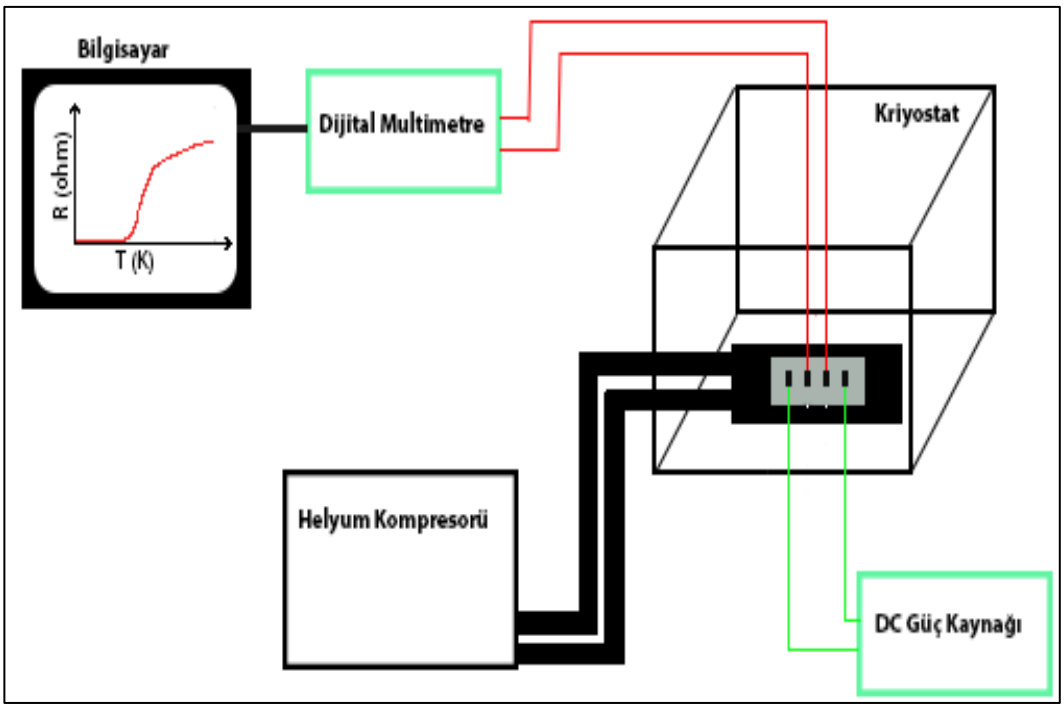
4.3. Elektriksel Direnç Ölçümü

Süperiletken malzemelerin kritik sıcaklıklarının belirlenebilmesi için sıcaklığın bir fonksiyonu olarak direnç ölçümü yapılmaktadır. Bunun yapılabilmesi için ölçümü yapılacak olan numune "dört nokta kontak" adı verilen yöntem ile ölçüme hazırlanır (Şekil 4.4).



Şekil 4.4. Dört nokta kontak yönteminin şematik gösterimi

Numune yüzeyine dört nokta kontak yapıldıktan sonra numune düşük sıcaklıklara indirilebilmesi için kriyojenik sistem içerisine yerleştirilir. Kriyojenik sistem içerisindeki basıncın düşürülmesinin ardından helyum kompresörü yardımıyla malzemenin bağlı bulunduğu bakır blok soğutulur. Böylece numunenin de soğuması sağlanır. Malzemenin minimum sıcaklığa indirilmesinin ardından yavaşça ısıtılan numune yüzeyinden bu esnada akım sürülerek direnç ölçümü gerçekleştirilir. Bilgisayar yardımıyla alınan veriler sıcaklık direnç grafiğini oluşturur. Elektriksel ölçümün yapıldığı sisteme ait şematik gösterim Şekil 4.5'te verilmiştir [37].



Şekil 4.5. Elektriksel ölçüm sisteminin şematik gösterimi

4.4. Mikrosertlik Ölçümü

Mikrosertlik ölçümleri sayesinde malzemenin mekanik özelliklerini belirlemek mümkün olmaktadır. Malzemelerin mikrosertliklerinin belirlenmesinde çentik yönteminin kullanımı oldukça yaygınlaşmıştır. Çentik yöntemi en basit tarifi ile malzemeye, oldukça ince bir ucun batırılıp daha sonra geri çekilmesi olarak ifade edilebilir.

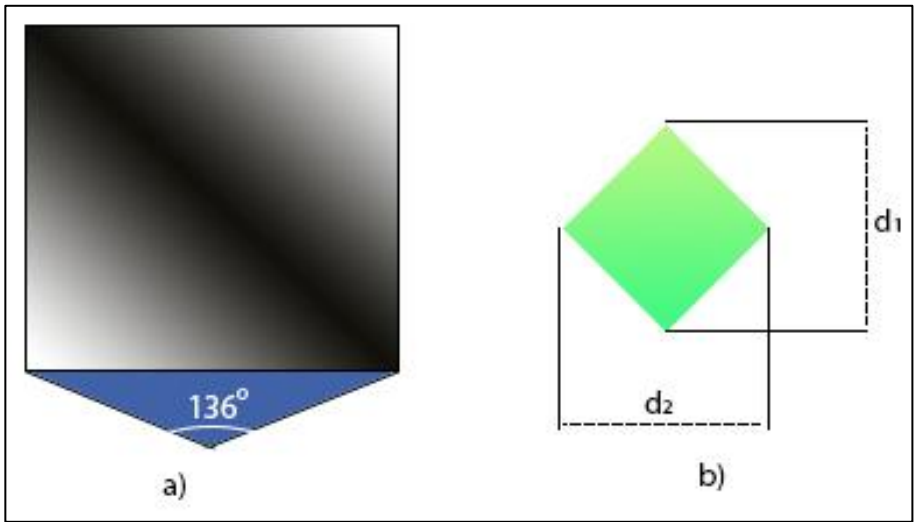
Brinell ilk çentme testini kullanmış olup daha sonraları Vickers, Knoop, Berkovich gibi diğer test yöntemleri gelişmiştir. Bu testlerin temelde yöntemleri aynıdır. Çentici uca uygulanan bir yük numune özerinde bir iz oluşturur ve daha sonra çentici uç kaldırılınca oluşan izin alanı kullanılarak mikrosertlik hesaplanır [36].

4.4.1. Vickers Mikrosertlik Testi

Vickers mikrosertlik testinde, kare tabanlı piramit uca sahip çentici kullanılmaktadır. Elmastan yapılmış olan bu çentici ucun tepe açısı $\theta=136^{o}$dir. Vickers çenticinin izi Şekil 4.6'da verilmiştir [38]. Vickers mikrosertlik değeri, çentici ucun malzeme yüzeyine belirli bir süre uygulandıktan sonra bıraktığı izin köşegen uzunluklarının ortalamasının,

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

formülünde yerine yazılmasıyla hesaplanmaktadır. Burada F çentici uca uygulanan yük (10g, 20g, 30g, …gibi), d çentici ucun malzemede bıraktığı izin köşegen uzunluklarının ortalamasıdır.



Şekil 4.5. a) Vickers mikrosertlik testinde kullanılan piramit uçlu çentici, b) piramit uçlu çenticinin yüzeyde bıraktığı iz

Ortalama köşegen uzunluğu $d = (d_1 + d_2)/2$ şeklinde hesaplanmaktadır. Vickers mikrosertlik ölçümleri mikro ve nano boyuttaki sertlik değerleri için kullanışlıdır.

Mikrosertlik testinin yanı sıra malzemelerin elastik modülü (E) ve gerilme (Y) değerleri,

$$E = 81.9635\ H_V \tag{4.3}$$

$$Y \approx H_V/3 \tag{4.4}$$

bağıntılarıyla verilir. Bunların dışında süperiletken malzemelerde temel mekanik özellik olarak kırılma dayanımı,

$$K_{IC} = \sqrt{2E\gamma} \tag{4.5}$$

formülü kullanılarak hesaplanmaktadır. Burada γ, çentme esnasında oluşan yarıkların neden olduğu yüzey enerjisidir [36, 37].

5. LİTERATÜR İNCELEMESİ

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerde CuO_2 düzlemi üzerinde taşıyıcıların hareket ettiği ve bu tabakanın süperiletkenlikte önemli bir yere sahip olduğu yapılan çalışmalarda görülmektedir [39]. Y-123 fazında CuO_2 düzlemi sayısı bir iken Y-124 fazında iki ve Y-358 fazında ise beştir [40, 34].

Seramik süperiletken yapma işleminde sinterleme yöntemi süperiletken malzeme yapımını kolaylaştırsa da kritik akım dayanımını olumsuz etkilemektedir. Yüksek kritik akım dayanımı için eriyik yönteminin kullanışlı olduğu bazı çalışmalarda ifade edilmiştir. Ayrıca sistemin süperiletken hale geçebilmesi için sinterleme işlemi sırasında oksijen ortamının kullanılması gerektiği de belirlenmiştir [41, 42].

YBCO süperiletkenler ortorombik yapıda olup kristal örgü parametreleri $a = 3.82$, $b = 3.89$ ve $c = 11.68$ Å'dir. Bu malzeme süperiletken olmayan tetragonal yapıdan ortorombik yapıya geçebilmesi için üretim esnasında oksijene ihtiyaç duyar [43]. Oksijen yoğunluğu düşük olduğunda, birim hücrenin altındaki ve üstündeki CuO düzlemlerinde bulunan Cu atomları arasına oksijen atomlarının gelişigüzel dağılımı söz konusu olacaktır ve bu durum tetragonal yapıyı meydana getirecektir. Malzemenin oksijen yoğunluğunun artması kritik sıcaklık değerinin yükselmesine, birim hücre hacminde küçülmeye ve oksijen atomlarının CuO tabakasında Cu atomlarının b eksen yönünde düzenli bir şekilde yerleşmelerini sağlayarak ortorombikliğinin artmasına sebep olmaktadır [44]. Üretim esnasında 11 Kbar seviyesine kadar uygulanan oksijen basıncının düşmesiyle $a - b$ düzleminin direncinin arttığı ve kritik sıcaklık değerinin azaldığı sonucuna varılmıştır [45].

YBCO'ya katkılama işlemi yapılarak sistem üzerinde farklı sonuçlar elde edilebilmektedir. Katkılama, süperiletkenlik özelliklerini iyileştirme ya da malzemenin tanecik yoğunluğu, kırılganlığı gibi mekanik özelliklerinin iyileştirmek amacıyla iki sebeple yapılmaktadır.

YBCO'da Y atomu yerine yapılan toprak elementi katkılarında genellikle antiferromanyetik moment etkileşimlerine ulaşılmıştır. Cu atomları geçiş

sıcaklığında önemli bir rol üstlendiğinden, Tb katkılanmış $Y_{1-x}Tb_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinde geçiş sıcaklığında herhangi bir düşme görülmemiştir. Ancak bu bileşiğin daha büyük tanecik yapısına sahip olduğu belirtilmiştir [46-49]. Baryum ile yapılan Ca yer değiştirme ile sonuçlarda kritik sıcaklığın düştüğü gözlemlenmiştir [50-52]. Bakır ile yapılan Zr, Ta, Ti, Pt, Rh gibi katkılarla süperiletkenlik özellikleri değişmezken, Nb, V, Fe, Co, Ni, Pd ve Ru gibi katkılamalar sonucunda kritik sıcaklığın azaldığı gözlemlenmiştir [53].

Sol-jel yöntemi ile hazırlanan $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ (Y-358) ve $Y_3Ba_5Ca_2Cu_8O_{18}$ (YCa-358) Süperiletkenlerinin özellikleri araştırılmış ve kritik sıcaklık değerinin Ca eklenmesi sonucunda 6K daha düşük olduğu görülmüştür. Ayrıca yapılan katkılamanın kritik akım seviyesini de neredeyse yarı yarıya düşürdüğü elde edilen diğer bir sonuç olmuştur [54].

Katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilen $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ (Y-358) bileşiği 840^{o}C'de 12 saat boyunca kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işleminin ardından 890^{o}C-930^{o}C aralığında 24 saat sinterlenen numune 500^{o}C'ye soğutularak 10 saat oksijen verilmiştir. Sonuçlarda kritik sıcaklık değeri 102K ve $\Delta T = 2.4$K bulunmuştur. Kristal örgü parametreleri $a = 3.888$ Å, $b = 3.823$ Å ve $c = 31.013$ Å olarak kaydedilmiştir. Burada Y-358 fazının c parametresinin Y-123 fazından yaklaşık olarak 3 kat daha büyük olduğu sonucu çıkarılmıştır [28].

$Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ (Y-358) üzerine yapılan bir diğer çalışmada ise 12 saat sabit sürede farklı sinterleme sıcaklıkları ele alınmıştır (850^{o}C, 875^{o}C, 900^{o}C, 925^{o}C ve 950^{o}C). Tüm sinterleme sıcaklıkları 460^{o}C'ye soğutularak 100 saat boyunca oksijen verilmiştir. Bu çalışmada uygulanan sinterleme sıcaklıkları ile kristal örgü parametrelerini $a = 3.862-3.896$ Å, $b = 3.839-3.899$ Å ve $c = 31.067-31.191$ Å aralığında olup kristal yapıda kayda değer bir değişme olmadığı gözlenmiştir. Çalışmada yapılan incelemeler sonucunda 900^{o}C'nin optimum sıcaklık olduğu belirtilmiştir [55].

Gümüş katkısının incelendiği bir çalışmada $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Ag_xO_{18}$ sistemi oluşturulmuş ve x= 0.1 0.2 0.3 0.4, 0.5 olarak belirlenmiştir. Toplamda üç defa 920^{o}C'de 24 saat

kalsine edilen numuneler 970^{o}C'de 50 saat siterlenmiştir. Çalışmada katkılanmamış numunenin kritik sıcaklık değeri 95.6K, 0.1 gümüş katkılı numunenin kritik sıcaklık değeri bu çalışmadaki en yüksek değer olarak 97.4K bulunmuştur [56].

Y-123 ve Y-358 fazlarına $CoFe_2O_4$ katkısının incelendiği çalışmada numuneler katıhal reaksiyon yöntemi ile üretilmiştir. Farklı oranlarda yapılan katkılamanın kritik sıcaklık üzerine etkisine bakıldığında her iki faz için de kritik sıcaklık değerinin katkılama ile azaldığı net bir şekilde görülmektedir. Ancak katkılamanın tanecik boyutunu azalttığı elde edilen bir diğer sonuç olarak da göze çarpmaktadır [57].

6. MATERYAL VE METOT

6.1. Numunelerin Hazırlanması

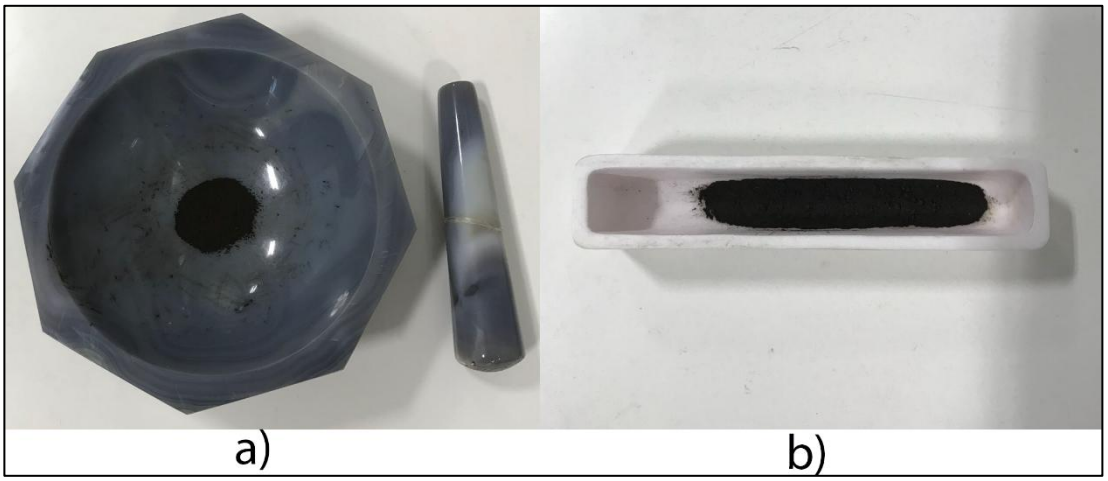
Tez kapsamında YBCO süperiletken ailesine ait Y-358 fazına kobalt (Co) nanoparçacık katkılanmıştır. Katkılama işlemi, yapıda bulunan bakır (Cu) miktarının azaltılarak, azaltılan miktara uygun oranda Co nanoparcıklar eklenmesiyle gerçekleştirilmiştir. $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ genel formülü çerçevesinde gerçekleştirilmiş olup, x=0.05, 0.10, 0.15, 0.20 ve 0.50'dir. Yapılan çalışma kapsamında tüm numuneler katı hal reaksiyon yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır.

Numuneleri hazırlamak için, Y_2O_3 (Yttrium (III) oxide %99.99, Alfa Aesar), $BaCO_3$ (Barium carbonate %99.95, Alfa Aesar) ve CuO (Copper (II) oxide %99.9995, Alfa Aesar) ve Co-nanoparçacık (Cobalt powder-325 mesh %99.5, Alfa Aesar) tozları kullanılmıştır. Numunelerin hazırlanmasında kullanılan formüller hassas bir şekilde hesaplanmış ve Tablo 6.1'de verilmiştir.

Tablo 6.1. *Numune üretiminde kullanılan toz miktarları ve bu miktarlarının belirlenmesinde kullanılan kimyasal formüller*

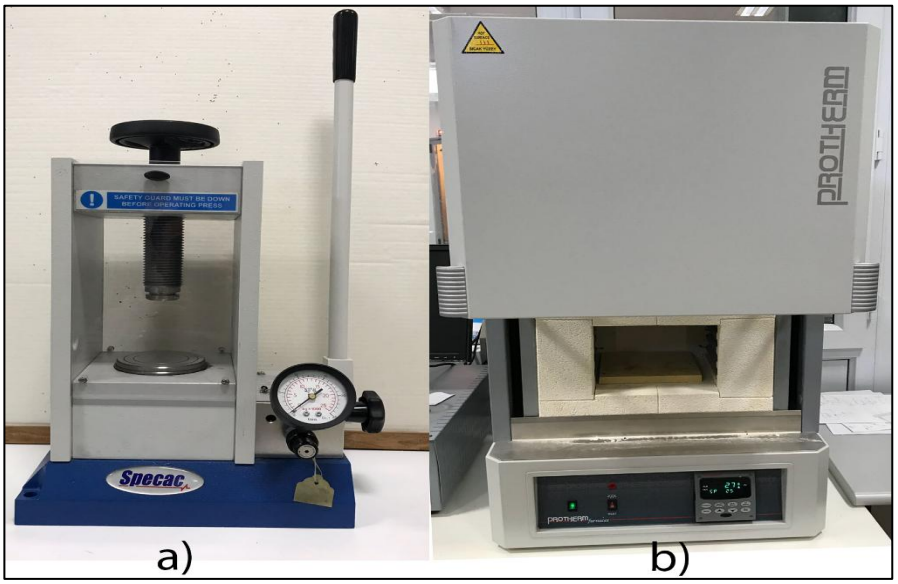
Katkı Oranı	Kimyasal Formül	Kullanılan Toz Miktarları			
		Y_2O_3	$BaCO_3$	CuO	Co
0.0	$6Y_2O_3+20BaCO_3+32CuO+O_2 = 4Y_3Ba_5Cu_8O_{18}+20CO_2$	0.3871g	1.1278g	0.7273g	–
0.05	$3Y_2O_3+10BaCO_3+15.9CuO+0.1Co+0.55O_2 = 2Y_3Ba_5Cu_{7.95}Co_{0.05}O_{18}+10CO_2$	0.3872g	1.1279g	0.7229g	0.0033g
0.10	$1.5Y_2O_3+5BaCO_3+7.9CuO+0.1Co+0.3O_2 = Y_3Ba_5Cu_{7.9}Co_{0.1}O_{18}+5CO_2$	0.3872g	1.1281g	0.7184g	0.0067g
0.15	$3Y_2O_3+10BaCO_3+15.7CuO+0.3Co+0.65O_2 = 2Y_3Ba_5Cu_{7.85}Co_{0.15}O_{18}+10CO_2$	0.3873g	1.1282g	0.7140g	0.0101g
0.20	$1.5Y_2O_3+5BaCO_3+7.8CuO+0.2Co+0.35O_2 = Y_3Ba_5Cu_{7.8}Co_{0.2}O_{18}+5CO_2$	0.3873g	1.1284g	0.7095g	0.0134g
0.50	$1.5Y_2O_3+5BaCO_3+7.5CuO+0.5Co+0.5O_2 = Y_3Ba_5Cu_{7.5}Co_{0.5}O_{18}+5CO_2$	0.3876g	1.1293g	0.6828g	0.0337g

Miktarları belirlenen tozlar katıhal reaksiyon yöntemine uygun olarak agat havanda 1 saat süreyle öğütülmüştür. Öğütülen numuneler kalsinasyon işlemi yapılmak üzere alümina kayıkcıklara konulmuştur. (Resim 6.1).



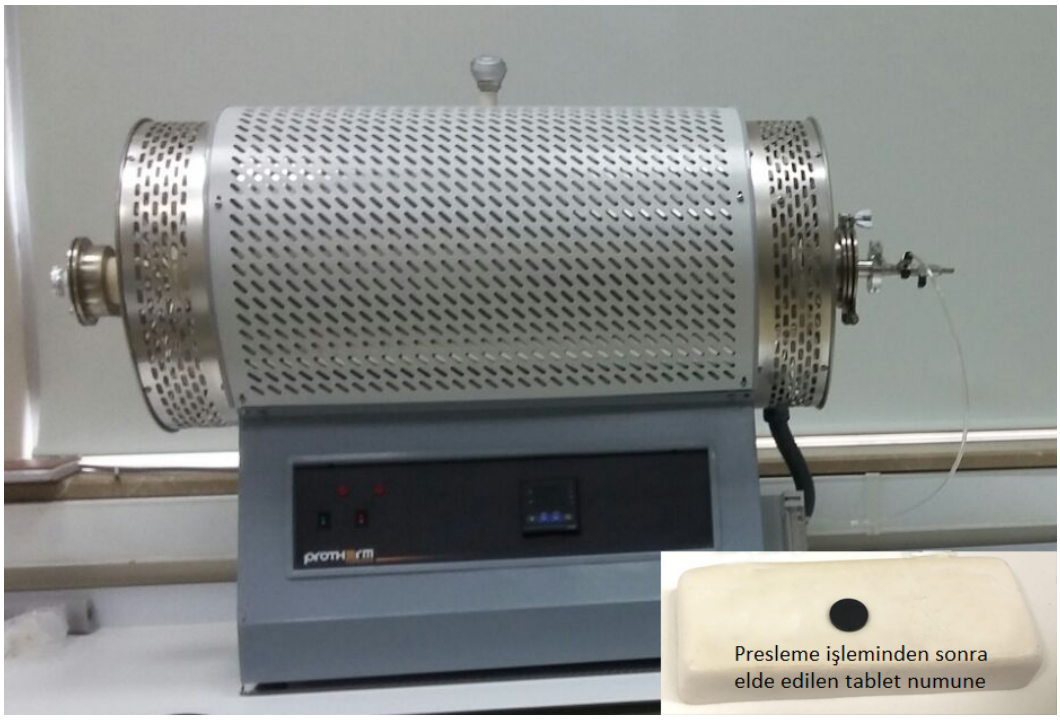
Resim 6.1. a) Tozları karıştırmada kullanılan agat havan ve b) Alümina kayıkcık

Kalsinasyon işlemi için Protherm PLT-120/5 model kül fırına koyulan numuneler 850^{o}C'de 24 saat kalsine edilmiştir Numuneler kalsinasyon işleminin ardından tekrar agat havanda 1 saat öğütülmüştür. Literatürden elde ettiğimiz tecrübelerimize göre kalsinasyon işlemi üç defa tekrarlanmıştır. Üçüncü kalsinasyon işleminin ardından tekrar agat havanda 1 saat dövülen numuneler tablet haline getirilmek üzere soğuk prese alınmıştır (Resim 6.2a). 13mm kalıp içine konulan tozlar hava ortamında 8 ton/cm^2 basınç uygulanarak 2 mm kalınlıkta tabletler haline getirilmiştir (Resim 6.2b).



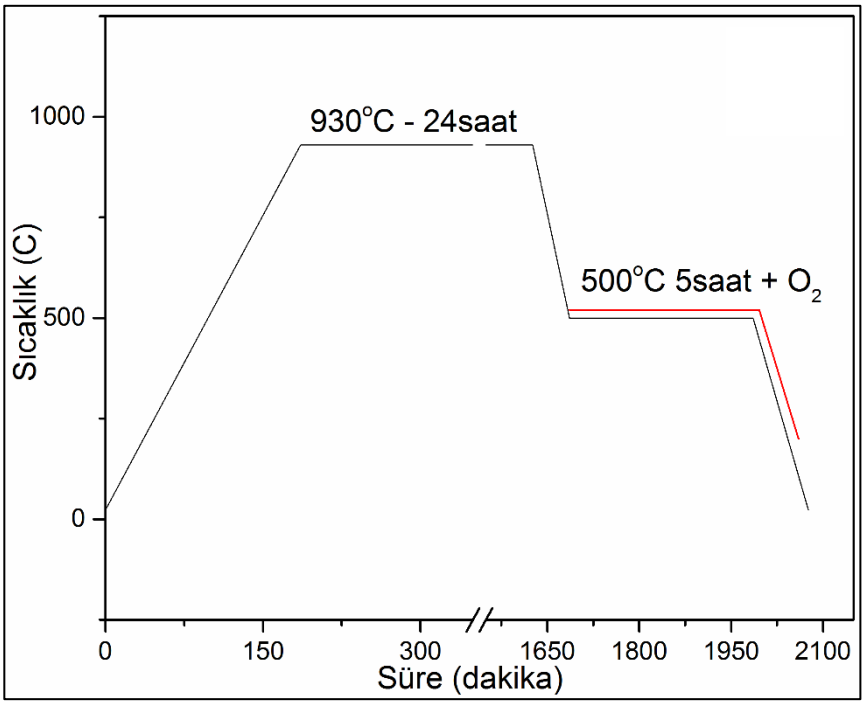
Resim 6.2. a) Protherm PLT-120/5 model kül fırın b) Specac marka pres cihazı

Tablet haline getirilen numuneler alümina kayıkcık yardımıyla Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırına (Resim 6.3) konularak, 5^{o}C/dakika ısıtma hızıyla 930^{o}C'de 24 saat sinterlendikten sonra 60 dakikada 500^{o}C'ye soğutularak oksijen verilmiştir. Isıl işlemin şematik gösterimi Şekil 6.1'de verilmiştir.



Resim 6.3. Sinterlemede kullanılan Protherm PTF-15/45/450 model tüp fırın, iç resimde tablet halindeki numunenin alümina kayıkcık üzerindeki görüntüsü verilmiştir.

Tablet haline getirilen numunelerin sinterlemeden önce dağılma eğilimleri oldukça yüksekken, sinterleme işleminden sonra numuneler artık seramik hale gelmiştir.



Şekil 6.1. Sinterleme işlemine ait grafik

İlk olarak katkısız numune üretilmiş ve ardından sırayla tüm katkılamalar yapılarak numune üretimi tamamlanmıştır. Numune üretimi tamamlandıktan sonra XRD, R-T SEM-EDS ve mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır.

6.2. X-ışını Kırınım Analizi

Malzemelerin kristal yapılarının ve örgü parametrelerinin belirlenmesi için X-ışını kırınım yöntemi kullanılmaktadır. Bragg yasasına göre işleyen bu yöntemde gönderilen ışının malzeme üzerinden yansıması algılanarak bir desen elde edilir. Hazırlanan numunelerin XRD analizleri Kastamonu Üniversitesi Yarıiletkenler ve Süperiletkenler Araştırma Laboratuvarı bünyesindeki Bruker marka D8 Advance model X-ışını difraktometresiyle, CuK_{α} ($\lambda = 1.541Å$) ışını kullanılarak $2\theta = 3 - 90^{o}$ arasında dakikada dört derece tarama hızı ile yapılmıştır (Resim 6.4). Ölçümler, numuneler toz haline getirilmeden tablet halinde yapılmıştır.



Resim 6.4. XRD analizinde kullanılan Bruker D8 Advance model X-ışınları difraktometresi

YBCO ailesi ortorombik kristal yapıya sahip olduğu için elde edilen desenlerden d düzlemler arası mesafe ve a, b, c örgü parametreleri gibi veriler,

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

formülü ve XRD sonuçlarından alınan h, k, l indisleri kullanılarak hesaplanmıştır. Ayrıca tanecik boyutu, D,

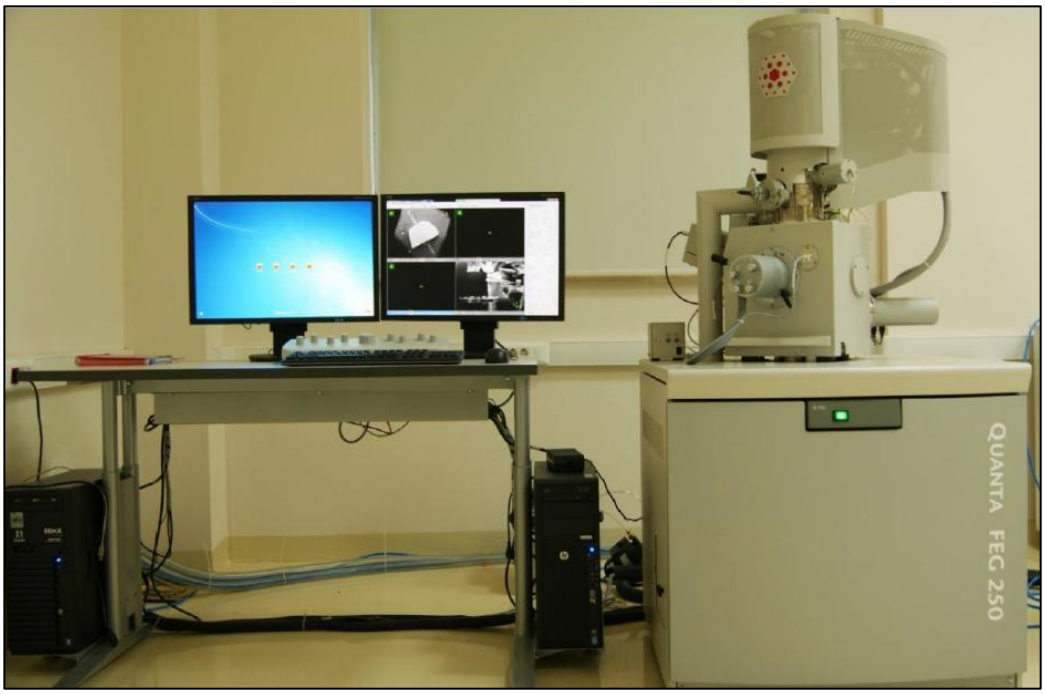
$$D = 0.941\lambda/B\cos\theta \tag{6.2}$$

$$B^2 = B_s^2 - B_m^2 \tag{6.3}$$

formülleri ile hesaplanmıştır. Burada B_s yarı yüksekliğin tam genişliği olarak da bilinen (ful width half of maximum, FWHM) değer ve B_m ise 0,000007 sabit değeridir. Bunların dışında 1'den küçük olması halinde ortorombiklik olarak ifade edilen değer $(a-b)/(a+b)$şeklinde hesaplanmıştır [58].

6.3. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analizi

SEM analizi, malzemenin yüzey morfolojisini, faz oluşumlarını, yapı içinde bulunan taneciklerin konum ve boyutlarını incelemek için kullanılmaktadır. Numunelerin element konsantrasyonunu, yoğunluğunu ve safsızlık olup olmadığını belirlemek için ise EDS analizi yapılmaktadır. SEM ve EDS analizleri Kastamonu Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi bünyesindeki FEI marka QUANTA FEG 250 model elektron mikroskobu ile 10 kV hızlandırma voltajında ve farklı büyütmelerde gerçekleştirilmiştir (Resim 6.5).



Resim 6.5. SEM ve EDS analizinde kullanılan FEI QUANTA FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu

6.4. Sıcaklığa Bağlı Direnç Ölçümü

Bir malzemenin iletken, yalıtkan, yarıiletken ya da süperiletken olduğunu belirlemek için kullanılan en temel analizlerden biri olan sıcaklığı bağlı elektriksel direnç ölçümü, bize malzemenin sıcaklığa karşı gösterdiği davranışı vermektedir. İkinci tip süperiletken malzemelerde kritik sıcaklık değeri keskin bir değer olmadığından bu

analizle, kritik sıcaklık geçişinin başladığını gösteren T_c^{onset} ve kritik sıcaklık geçişinin bittiğini gösteren T_c^{offset} değerleri elde edilmektedir.

Elektriksel direnç ölçümü Janis CCS-450 model düşük sıcaklık elektriksel ölçüm sistemi ile gerçekleştirilmiştir. (Resim 6.6). Ölçüm için, sinterlenen numuneler kıl testeresi ile kesilerek üzerlerine gümüş pasta yardımı ile dört nokta kontak yapılmıştır. Kontak işleminin ardından numuneler 2 saat gümüş pastanın kuruması için bekletilmiştir. Gümüş kontakların kurumasının ardından numuneler kriyojenik sistemin bağlı bulunduğu numune tutucuya dikkatlice yapıştırılmıştır. ±5mA DC akım uygulanan numuneler 5^{o}C/dakika ısıtma hızı ile ısıtılarak 30-100 K aralığında sıcaklığa bağlı direnç grafiği elde edilmiştir.



Resim 6.6. Elektriksel ölçüm için örnek tutucuya yerleştirilmiş numune

6.5. Mikrosertlik Analizi

Herhangi bir malzemenin, uygulanan kuvvete karşı gösterdiği tepkiye mekanik davranış denilmektedir. Bu davranış, farklı zorlamalarla oluşan gerilme ve şekil değiştirmelerini ölçme ve gözlemlemeyle belirlenmektedir. Cisimler öncelikle dış zorlanmalarla şekil değiştirir, sonrasında dayanımını kaybederek kırılır. Düşük gerilmelerde oluşan şekil değiştirmeler elastik şekil değiştirmedir yani tersinirdir.

Gerilme elastik sınırı aşınca tersinirlik özelliği ortadan kalkar ve kalıcı yani plastik şekil değiştirme meydana gelir. Elastik şekil değiştirmeye karşı direnç veya katılık malzemenin elastisite modülüyle belirlenir. Malzemelerin içyapısında kalıcı değişim ya da kırılma ile oluşturan herhangi bir gerilme mukavemet olarak adlandırılır. Bazı mekanik özellikler içyapı ve deney koşullarından bağımsızdır. Elastisite modülü atomlar arası bağlar tarafından belirlenen bu tür bir özelliktir ve içyapıya duyarlı değildir.

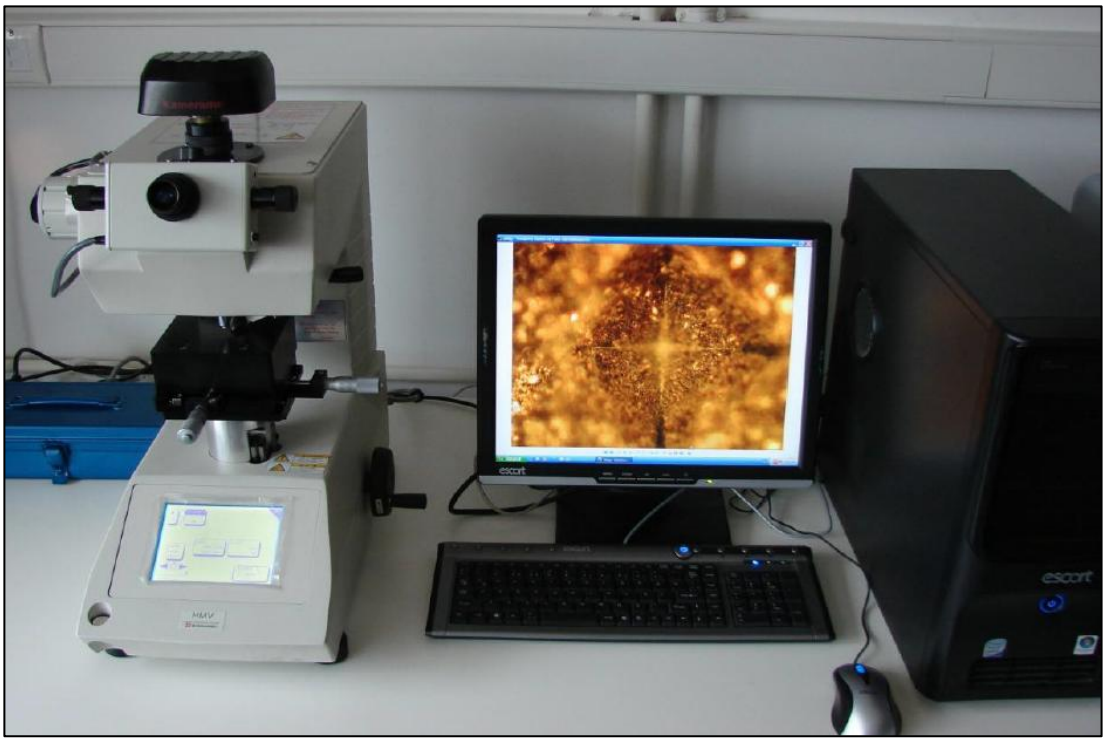
Atomlar arası bağ kuvvetleri mekanik özelliklerin kaynağını oluşturmaktadır. Bununla birlikte içyapıya ve çevre koşullarına büyük ölçüde bağlı olmalarından dolayı, aralarında doğrudan bir bağ kurmak olanaksızdır. Şekil değiştirme esnasında atomların davranışlarının nasıl olduğunu ve içyapıda nasıl değişimler oluştuğunu bilmek gerekir. Özellikler içyapının değişmesiyle birlikte değişir. Bu değişime yol açan etkenler ve uygulama yöntemlerin iyi bilinmesi halinde içyapıda gerekli görülen değişiklikler yapılarak özellikler uygulama amacına uygun hale getirilebilir. Ancak bu değişiklikler sınırlıdır ve bu sınırların bilinmesi gerekir.

Sertlik ölçme işlemi genelde, konik ya da küresel standart bir ucun malzemeye batırılmasına karşı malzemenin gösterdiği direncin ölçülmesiyle gerçekleşir. Seçilen uygun çentici uç, uygulanan bir yükle malzemeye batırılır ve malzeme yüzeyinde bir iz (çentik) bırakır. Genel söylemde malzemenin sertliği, bu izin büyüklüğü ile ters orantılıdır.

Mikrosertlik ölçümleri için temelde aynı prensiple çalışan Brinell Mikrosertlik Test Yöntemi, Knoop Mikrosertlik Test Yöntemi, Rockwell Mikrosertlik Test Yöntemi ve Vickers Mikrosertlik Test Yöntemi gibi farklı yöntemler bulunmaktadır. Bu çalışmada mekanik özelliklerin karakterizasyonu için Vickers mikrosertlik test yöntemi tercih edilmiştir. Ölçümlerde Shimadzu marka HVM-2 model mikrosertlik cihazı kullanılmış ve ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir (Resim 6.7).

Çentici uç ile malzemenin parlak olan yüzeyine 10 saniye boyunca $F = 0.245, 0.490, 0.980, 1.960\ ve\ 2.940\ N$ olmak üzere 5 farklı yük uygulanmıştır. Yüzeyin tam olarak düz olmamasından kaynaklanabilecek sorunları engellemek ve

daha doğru sonuçlar elde edebilmek amacıyla her bir yük için 10'ar değer alınmış ve bu değerlerin ortalamasından gelen d_1 ve d_2 köşegen uzunlukları yardımıyla mikrosertlik değerleri hesaplanmıştır [36].



Resim 6.7. Shimadzu HVM-2 model Vickers mikrosertlik test cihazı

7. TARTIŞMA VE BULGULAR

Bakır tabanlı süperiletken malzemeler için kimyasal katkılama, ekleme ve difüzyon gibi yöntemler malzemelerin kullanım amaçlarına göre farklı özellikler kazandırılması adına oldukça önemlidir. Süperiletken malzemelere katkılama ile yapısal ve mekanik özelliklerini geliştirme üzerine sayısız çalışma mevcuttur [59-64].

Bu tez çalışmasında; $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ fazında biri katkısız, beşi değişik oranlarda Co katkılı altı adet numune için Co/Cu yer değiştirmesinin malzemenin yapısal, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

7.1. Yapısal analiz

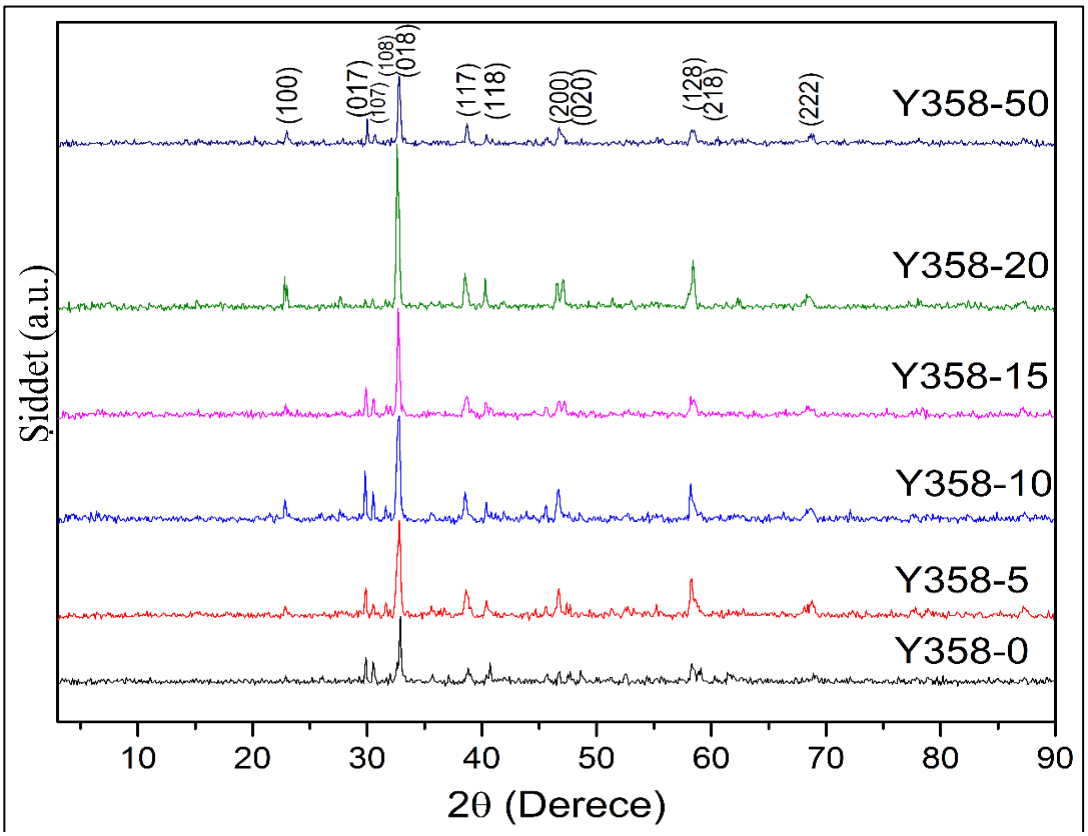
Üretilen malzemelerin yapısal analizleri X-ışını difraktometresi, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılım spektroskopisi ile incelenmiştir.

7.1.1. X-ışınları Kırınımı Analiz Sonuçları

$Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ genel formülünde x=0.05, 0.10, 0.15, 0.20 ve 0.50 katkı oranları için sırasıyla Y358-0, Y358-5, Y358-10, Y358-15, Y358-20 ve Y358-50 şeklinde isimlendirme yapılmıştır. Üretilen tüm numunelerin XRD desenleri Şekil 7.1'de verilmiştir. Şekil 7.1'de verilen XRD desenleri üzerinde miller indislerinin bazıları gösterilmiştir.

Şekil 7.1'de; (100), (017), (107), (108), (018), (117), (118), (200), (020), (128), (218) ve (222) pikleri Y-358 fazına ait karakteristik piklerdir [32]. Bunların dışındaki pikler Y-123 fazından gelen safsızlık pikleridir [29]. Y-358 fazına ait pikler incelendiğinde Co katkısının artmasıyla bu piklerin şiddetlerinin genel olarak artış gösterdiği görülmüştür. Bu sıralamayı bozan yalnızca Y358-50 numunesidir. Bu numunede piklerin şiddetleri azalmıştır. Ortorombik yapıdaki YBCO'da (108) pikinin şiddeti (018) pikinin şiddetinden daha düşüktür ve bu pikler birbirlerine oldukça yakındır. Ayrıca (218) pikinin şiddeti de (128) pikinin şiddetinden daha

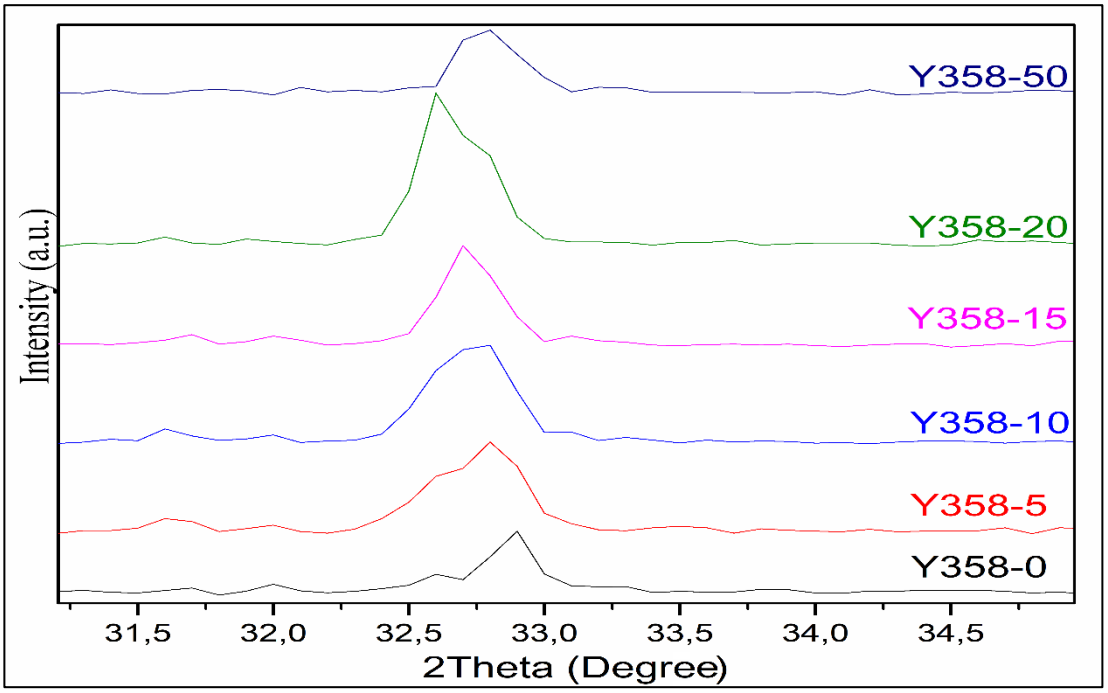
düşüktür. Tetragonal yapıda ise (108) ve (018) pikleri çakışık haldedir [32]. Şekilden de anlaşılabileceği üzere, omuz olarak tabir edilen (108) piki neredeyse (018) piki ile aynı gibi görünmektedir. Birbirlerine çok yakın olsalar da $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ fazında bu iki pik birbirlerinden farklıdır. Ayrıca, (018) pikleri (108) piklerinden daha şiddetlidir. Benzer şekilde $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ fazı için, 60°'deki (128) ve (218) pikleri de birbirlerine oldukça yakın olan karakteristik piklerdir. Y358-50 numunesi hariç tüm numunelerde $2\theta=33°$'de bulunan, Y-358 fazının karakteristik piki, katkılama ile doğru orantılı olarak düşük derecelere doğru kaymaya uğramıştır. Bu kaymalar yapı içerisindeki stres ya da kusurlardan kaynaklanabilmektedir.



Şekil 7.1. Numunelerin XRD desenleri

Tablo 7.1'de a, b ve c örgü parametrelerine ait değerler verilmiştir. XRD sonuçlarından elde edilen tanecik boyutları incelendiğinde, katkısız numunenin en düşük tanecik boyutuna sahip olduğu görülmektedir. Tanecik boyutu katkı oranının artmasıyla düzenli olarak artış göstermektedir. a, b ve c örgü parametrelerine ait değerlerin kayda değer şekilde değişmemesine rağmen katkılama işleminin birim

hücre hacminde artışa sebep olduğu ve bu durumun tanecik boyutundaki artışı desteklediği Tablo 7.1'den açıkça görülmektedir.



Şekil 7.2. (108) ve (018) piklerindeki kaymayı gösteren XRD grafiği

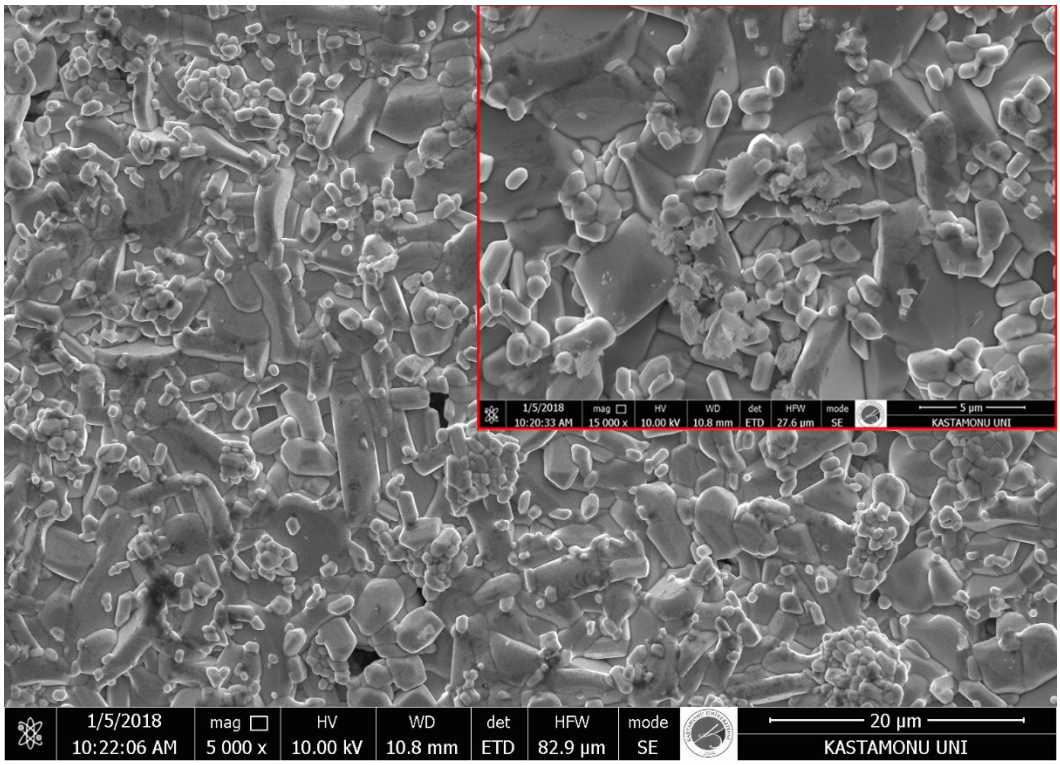
Tablo 7.1. *Numunelere ait tanecik boyutu, örgü parametreleri ve hacim değerleri*

Numune	Tanecik boyutu (Å)	a örgü parametresi (Å)	b örgü parametresi (Å)	c örgü parametresi (Å)	Hacim (V)	Ortorombiklik ($x10^{-2}$)
Y358-0	47.50	3.88	3.84	31.03	462.8	0.555
Y358-5	48.29	3.87	3.85	31.16	464.1	0.242
Y358-10	53.06	3.86	3.85	31.19	464.4	0.143
Y358-15	53.78	3.88	3.86	31.15	466.5	0.248
Y358-20	58.08	3.88	3.87	31.19	468.3	0.010
Y358-50	71.04	3.89	3.89	31.21	473.1	0.040

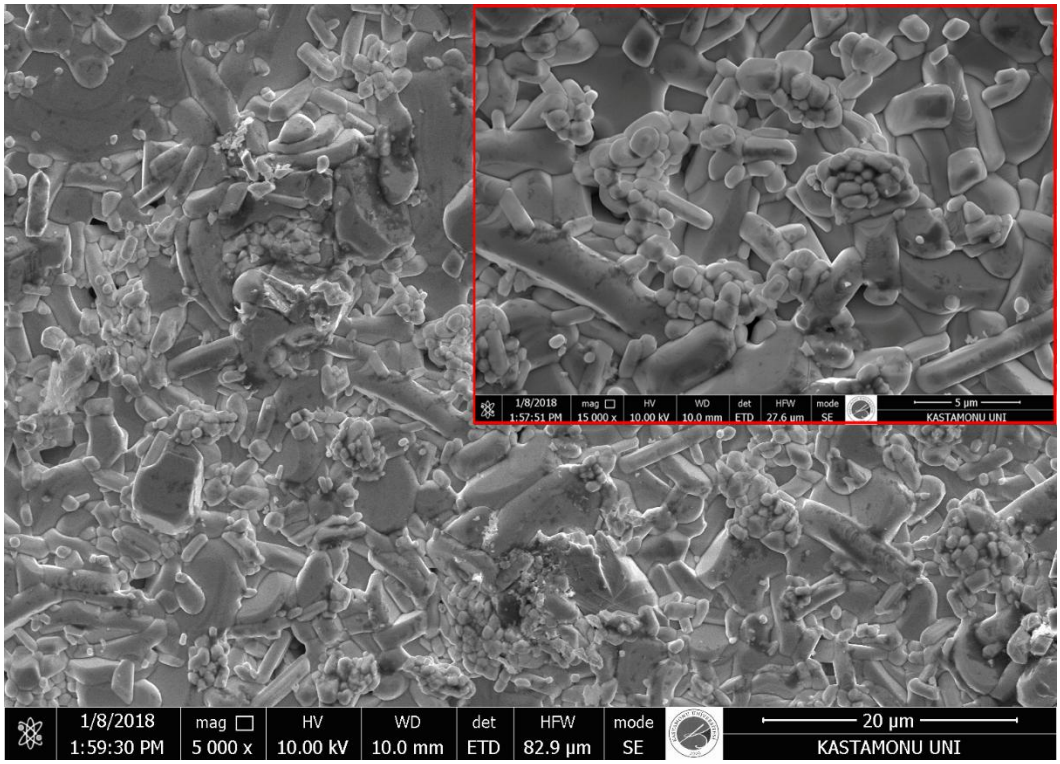
7.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılım Spektroskopisi Analizi Sonuçları

Süperiletken numunelerde yüzey morfolojisinin incelenmesinde SEM analizi önemli bir yere sahiptir. Malzemelerin tanecikli yapıları, tanecikler arası boşluklar ve yüzey katmanları SEM fotoğrafları ile açıkça görülebilmektedir.

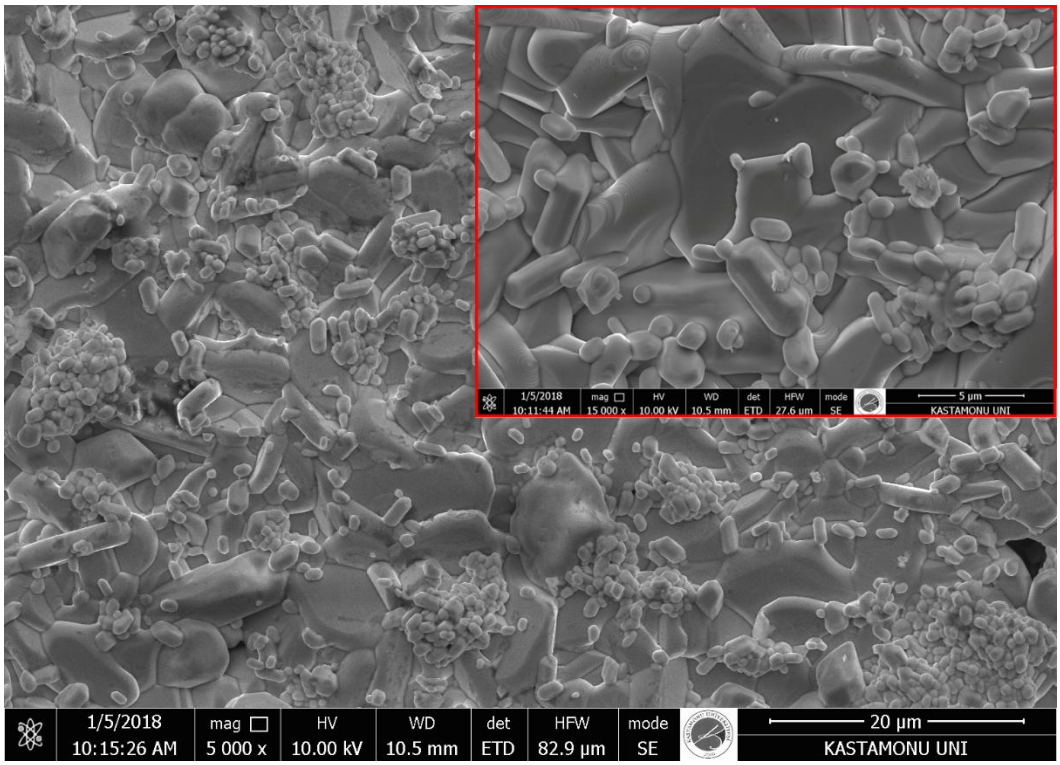
Hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri farklı büyütmelerde alınarak yüzey homojenliği görüntülenmiştir. Şekil 7.3'de verilen SEM görüntülerinde ana fotoğraf 5000 büyütme oranına ve 20µm ölçeğe, iç fotoğraflar ise 15000 büyütme oranına ve 5µm ölçeğe sahiptir.



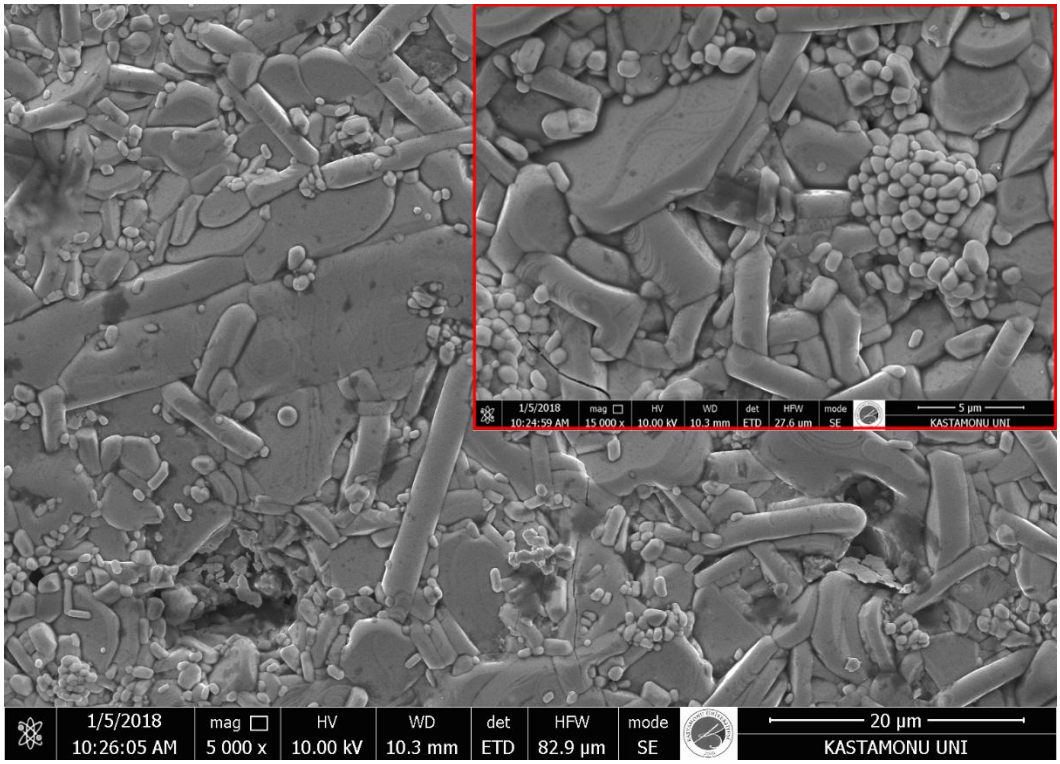
(a)


1/8/2018
1:59:30 PM
mag
5 000 x
HV
10.00 kV
WD
10.0 mm
det
ETD
HFW
82.9 µm
mode
SE
20 µm
KASTAMONU UNI

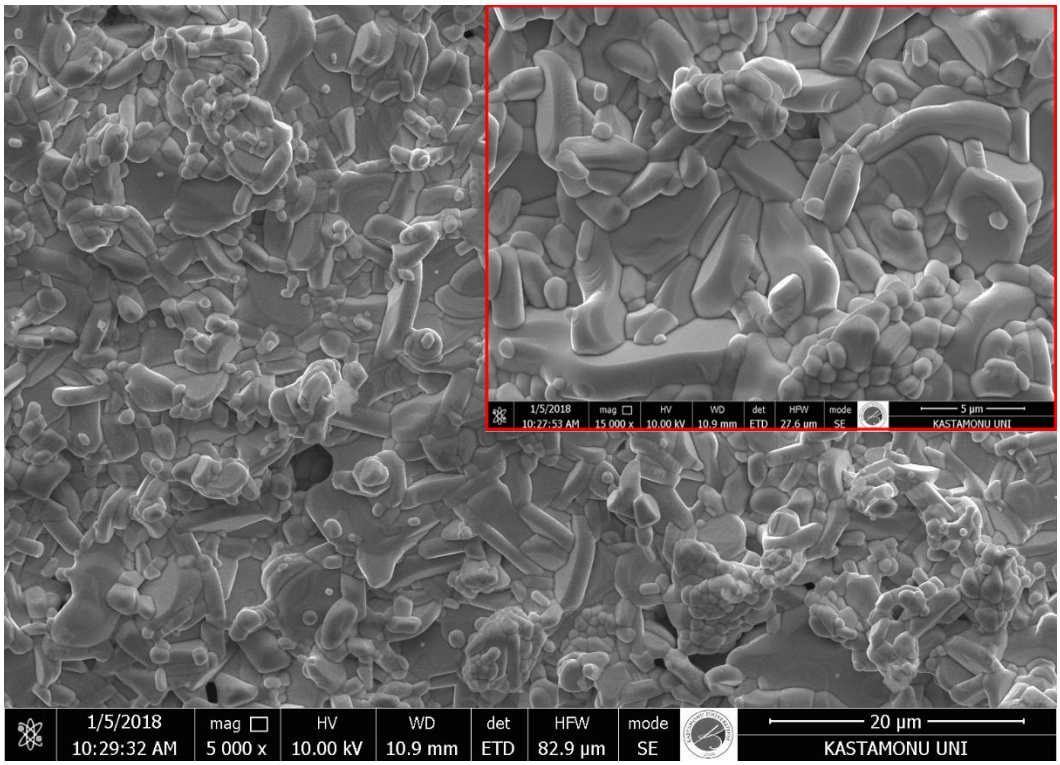
(b)


1/5/2018
10:15:26 AM
mag
5 000 x
HV
10.00 kV
WD
10.5 mm
det
ETD
HFW
82.9 µm
mode
SE
20 µm
KASTAMONU UNI

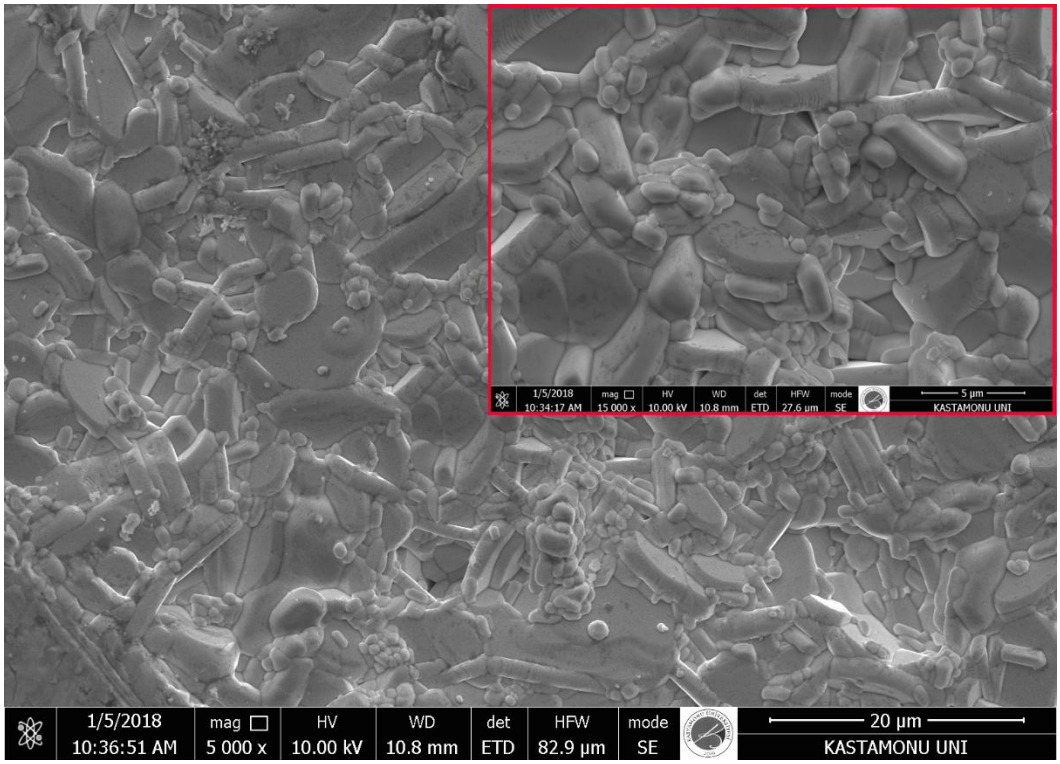
(c)


1/5/2018
10:26:05 AM
mag
5 000 x
HV
10.00 kV
WD
10.3 mm
det
ETD
HFW
82.9 µm
mode
SE
20 µm
KASTAMONU UNI

(d)


1/5/2018
10:29:32 AM
mag
5 000 x
HV
10.00 kV
WD
10.9 mm
det
ETD
HFW
82.9 µm
mode
SE
20 µm
KASTAMONU UNI

(e)



(f)

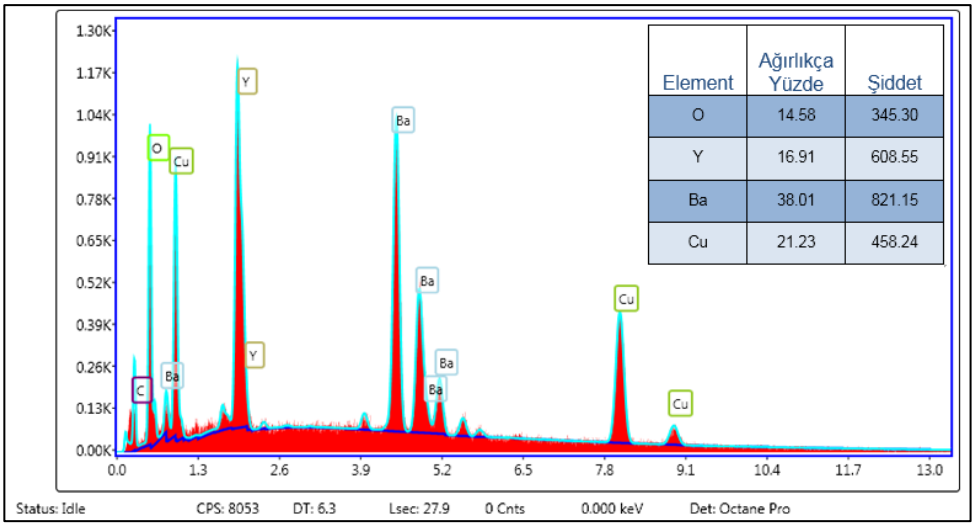
Şekil 7.3. Üretilen numunelerin SEM görüntüleri (a) Y358-0, (b) Y358-5, (c) Y358-10, (d) Y358-15, (e) Y358-20, (f) Y358-50

SEM görüntüleri incelendiğinde Y-358 fazının yassı tanecik (plate-like) olarak bilinen katmanlı tanecik yapısına sahip olduğu görülmektedir. Bu yapılarda tanecikler tüm yönelimlerde rastgele büyürler. Bu durumun iki boyutlu büyümenin daha hızlı gerçekleşmesinden ve taneciklerin incelmesinden daha az enerji gerektirmesinden kaynaklandığı belirtilmektedir. Y-123 fazı gibi tanecikli yapılarla kıyaslandığında yassı tanecikli yapılarda süperiletken tanecikler arasında daha iyi bağlar olduğu literatürde verilen bir diğer bilgidir [57, 65].

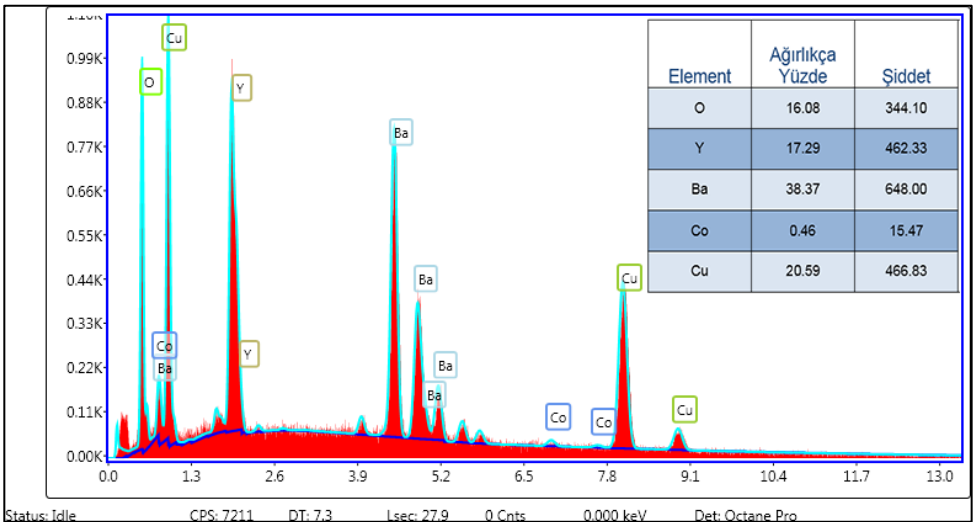
SEM görüntülerinde katkılamanın artmasıyla tanecik boyutlarının değiştiği açıkça görülmektedir. Co katkılanmasıyla birlikte katkısız numuneye göre tanecik boyutu artış göstermiştir. Bu sonuç XRD verilerinden elde edilen tanecik boyutu sonuçları ile uyumludur. Ayrıca katkı oranının artması, tanecikler arasındaki mesafenin azalmasına ve daha yoğun numunelerin oluşmasına sebep olmuştur. Ayrıca yüzey gözenekliliğinin katkı ile değiştiği görülmüştür.

EDS analizi ile malzemeyi oluşturan elementler, varsa safsızlıklar ve katkı oranları görülebilmektedir. Üretilen numuneler için EDS sonuçları ve atomların ağırlıkça

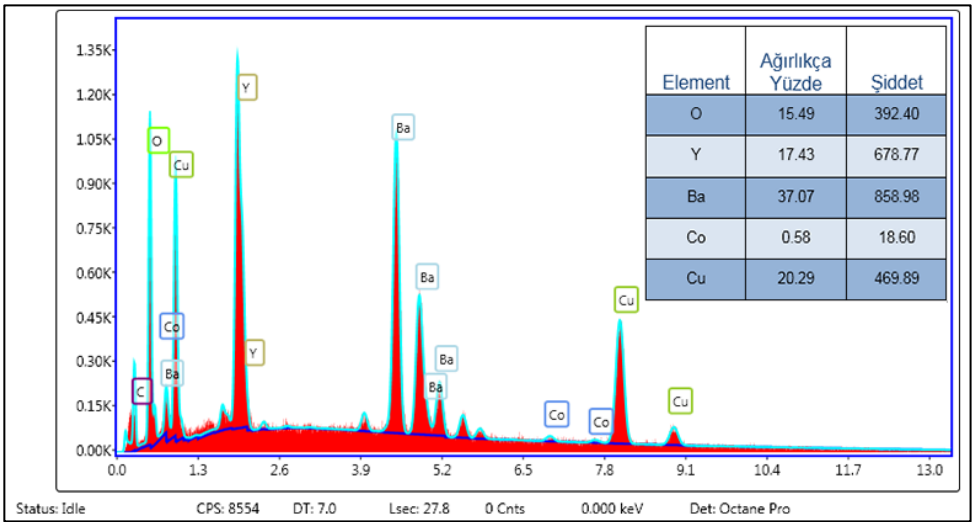
yüzdeleri Şekil 7.4'te verilmiştir. EDS spektrumundaki pikler, atomların K ve L yörüngelerindeki elektronlardan kaynaklı X-ışınlarından meydana gelmektedir. Enerjiye karşılık şiddet ölçeğinde alınan EDS sonuçlarında, atom miktarı ile şiddet arasında doğrusal bir ilişki söz konusudur. Yüksek şiddetteki pikler EDS taramasının yapıldığı bölgedeki atomların ağırlıkça yüzdelerinin de fazla olacağını göstermektedir. EDS sonuçlarında katkı oranın arttığı görülmektedir. Böylece katkılama işleminin başarıyla gerçekleştirildiği söylenebilir. Bu sonuç XRD piklerindeki kayma ile de desteklenir. Ayrıca Co oranı artarken Cu oranında azalma olduğu görülmektedir. Böylece Co atomları ile Cu atomlarının yer değiştirdikleri sonucuna ulaşılabilir. Sonuç grafiklerinde göze çarpan C (karbon) piki ise ölçüm için numunelerin örnek tutucuya karbon bant yardımıyla yapıştırılmasından gelen safsızlık pikidir.



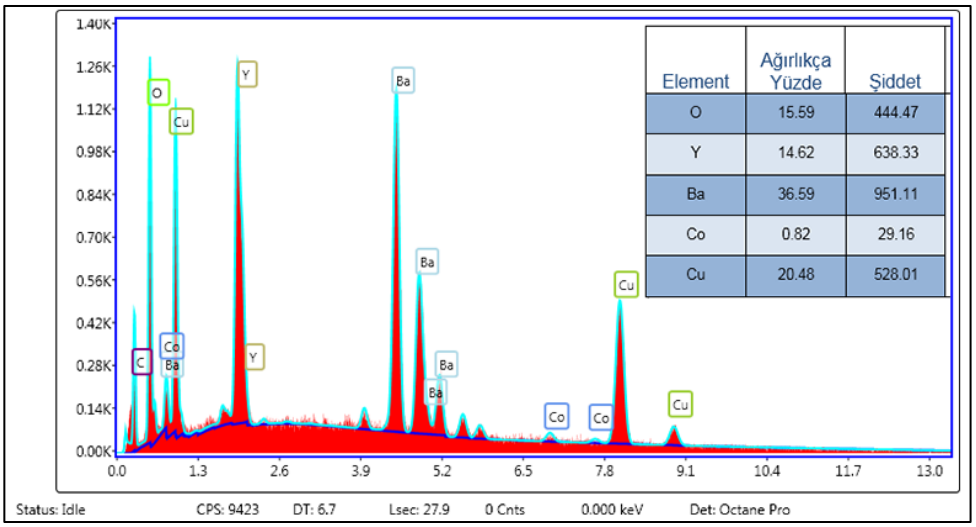
(a)



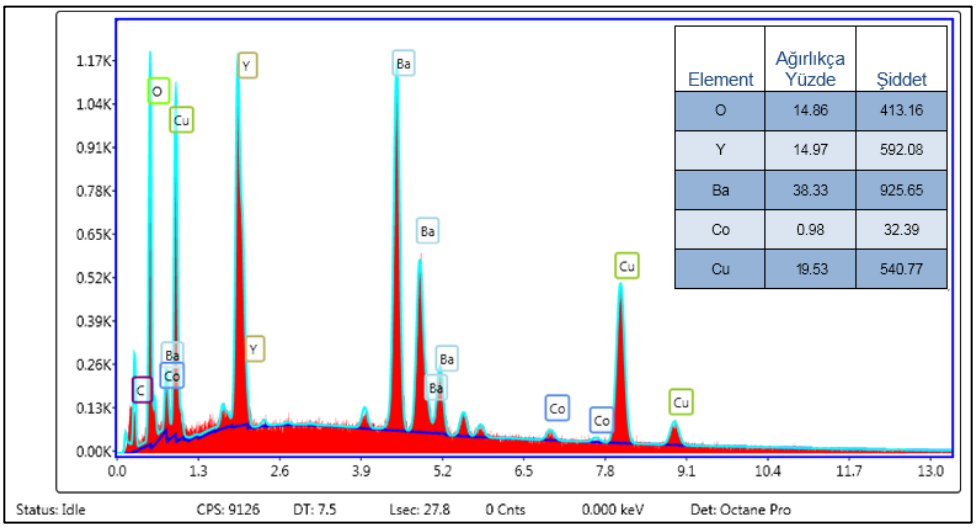
(b)


Element | Ağırlıkça Yüzde | Şiddet
O | 15.49 | 392.40
Y | 17.43 | 678.77
Ba | 37.07 | 858.98
Co | 0.58 | 18.60
Cu | 20.29 | 469.89
Status: Idle CPS: 8554 DT: 7.0 Lsec: 27.8 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro

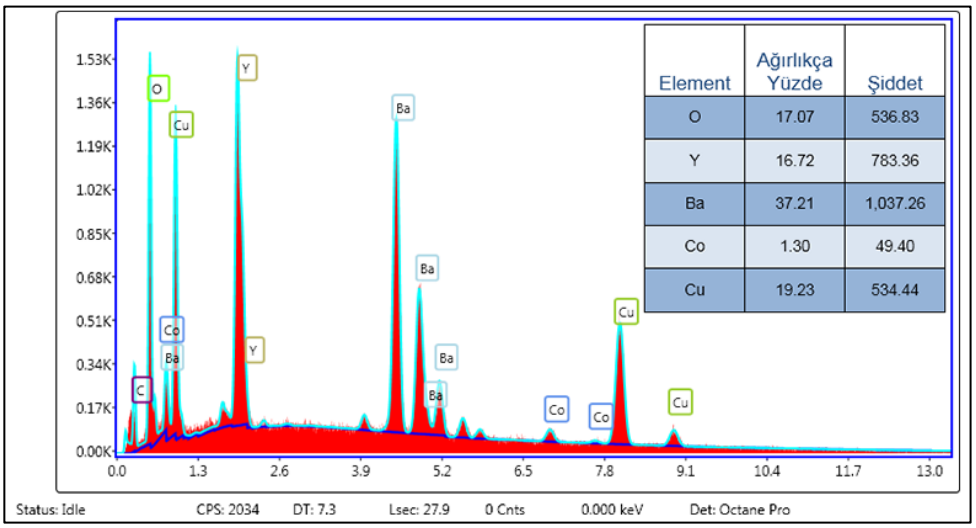
(c)


Element | Ağırlıkça Yüzde | Şiddet
O | 15.59 | 444.47
Y | 14.62 | 638.33
Ba | 36.59 | 951.11
Co | 0.82 | 29.16
Cu | 20.48 | 528.01
Status: Idle CPS: 9423 DT: 6.7 Lsec: 27.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro

(d)


Element | Ağırlıkça Yüzde | Şiddet
O | 14.86 | 413.16
Y | 14.97 | 592.08
Ba | 38.33 | 925.65
Co | 0.98 | 32.39
Cu | 19.53 | 540.77
Status: Idle CPS: 9126 DT: 7.5 Lsec: 27.8 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro

(e)



(f)

Şekil 7.4. Üretilen numunelerin EDS sonuçları (a) Y358-0, (b) Y358-5, (c) Y358-10, (d) Y358-15, (e) Y358-20, (f) Y358-50

7.2. Elektriksel Direnç Ölçümleri

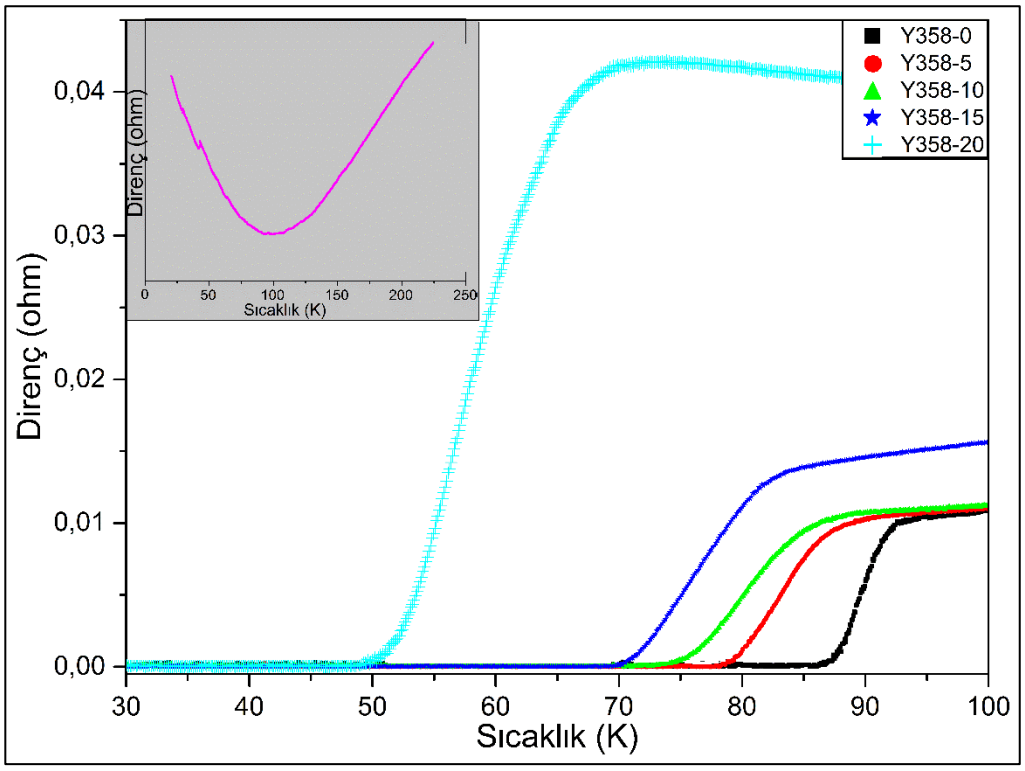
Bir süperiletken malzemenin en önemli özelliği düşük sıcaklıklarda elektriksel direncin yok denecek kadar az olmasıdır. Üretilen malzemenin süperiletkenlik özellikleri incelenirken, sıcaklığa bağlı direnç ölçümü ile malzemenin kritik sıcaklık değerinin, yani normal fazdan süperiletken faza geçiş sıcaklığının belirlenmesi amaçlanmaktadır. Bu ölçümle kritik sıcaklığın başladığı ve bittiği (T_c^{onset}-T_c^{offset}) değerler belirlenmektedir. Standart dört nokta kontak yöntemi ile yapılan ölçümlerin sonuçları Şekil 7.5'te verilmiştir.

Şekilde 7.4'te görüldüğü üzere Y358-50 numunesi süperiletken özellik göstermemiştir. Bu sonuç XRD analizi kısmında (110) ve (108) piklerinin çakışmasından yola çıkılarak da öngörülmüştü. XRD sonuçlarının açıklandığı bölümde (110) ve (108) piklerinin çakışmış olmasının, yapının ortorombiklikten çıkıp tetragonale kayması anlamına geldiğinden bahsedilmişti. Y358-50 numunesi klasik bir metal-yalıtkan geçiş özelliği göstermektedir. Böylece, Y-358 fazındaki süperiletkenin Co katkı oranı ağırlıkça %50 olması halinde malzemenin süperiletkenlik özelliği göstermediği görülmüştür. Buna bağlı olarak, sonraki çalışmalarda yapılacak muhtemel katkılama işlemlerinde bu durumun göz ardı

edilmemesi gerektiği söylenebilir. Y358-50 numunesi dışında süperiletken özellik gösteren numunelerin kritik sıcaklık değerleri Tablo 7.2'de verilmiştir.

Tablo 7.2. *Süperiletken özellik gösteren numunelerin kritik sıcaklık değerleri*

Numune	Kritik Sıcaklık T_c^{onset}	T_c^{offset}	ΔT_c (K) T_c^{onset}-T_c^{offset}
Y358-0	92.48	86.20	6.28
Y358-5	88.22	78.24	9.98
Y358-10	85.62	72.84	12.78
Y358-15	83.53	69.81	13.72
Y358-20	68.55	49.02	19.53



Şekil 7.5. Üretilen numunelerin RT sonuçları, iç grafik Y358-50 numunesine aittir

En yüksek geçiş sıcaklığına sahip olan katkılanmamış Y358-0 numunesi aynı zamanda da süperiletkenlik geçiş aralığı (ΔT_c) değeri en düşük olan numunedir. Katkı oranı arttıkça geçiş sıcaklığı düşerken ΔT_c değeri artmaktadır. Bu durumun

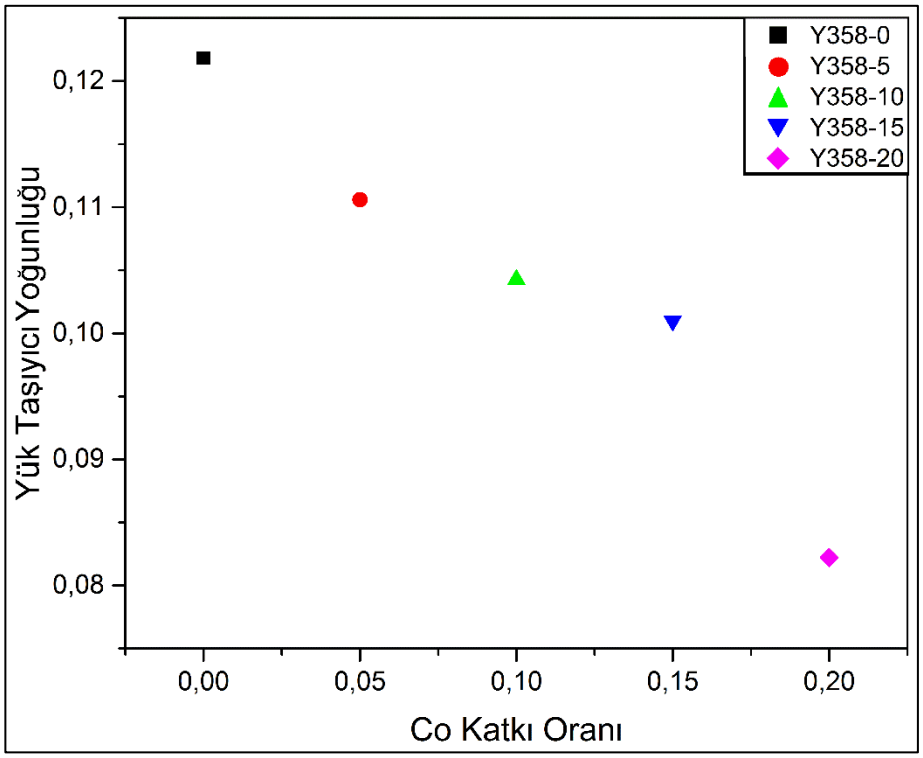
yapıda oluşan safsızlıklardan kaynaklandığı söylenebilir. Aynı zamanda oda sıcaklığı direnç değeri de Co katkısıyla doğru orantılı olarak artış göstermektedir. Bu durumun, yapıya giren Co atomlarının tanecik sınırları direncini arttırmasından kaynaklandığı söylenebilir [56]. Bir başka yorum olarak oda sıcaklığı direncindeki artışın numunedeki katkı oranının artmasıyla birlikte, kusurlara ve homojenliğe bağlı olarak gevşeme süresinin azalmasıyla da açıklanabilir [57]. Böylece Co nanoparçacık katkısının Y-358 fazlı süperiletken malzemenin kritik sıcaklık değerini katkı ile doğru orantılı olarak azalttığı, oda sıcaklığı direncini ise arttırdığı açıkça görülmektedir.

7.2.1. Taşıyıcı Yoğunluğunun Hesaplanması

Değerliği +3 olan Co atomu ile +2 değerlikli Cu atomunun yer değiştirilmesi işlemi sonucunda malzeme içerisinde 1 elektron serbestliği oluşmaktadır. Meydana gelen bu fazladan elektronlar boşlukların dolmasına sebep olacak ve böylece taşıyıcı yoğunluğunda azalma meydana gelecektir. Taşıyıcı yoğunluğu ile sıcaklık arasındaki bağıntı,

$$\frac{T_C}{T_C^{max}} = 1 - 82.6(p - 0.16)^2 \qquad (7.1)$$

şeklinde verilmektedir. Burada; p taşıyıcı yoğunluğu, T direncin sıfır olduğu sıcaklık ve T_C^{max} YBCO-358 maksimum sıcaklığını ifade etmektedir [43].



Şekil 7.6. Taşıyıcı yoğunluğunun Co katkısı ile değişimi

Sisteme yapılan Co katkılaması, taşıyıcı yoğunluğunun katkı oranı ile azalmasına neden olmuştur. Bu çalışmada, taşıyıcı yoğunluğunun optimum değeri katkısız numunede elde edilen değer olarak karşımıza çıkmıştır. Katkılama işleminin Cu atomları ile yer değiştirme şeklinde yapıldığı göz önüne alınırsa, yapıya fazladan elektron girdiği söylenebilir. Bunun sonucu olarak da Cu-O_2 düzlemlerinin taşıyıcı yoğunluğunda azalma olmuştur. Taşıyıcı yoğunluğundaki azalma kritik sıcaklık değerlerindeki azalmanın sebebi olarak karşımıza çıkmaktadır.

Tablo 7.3. *Süperiletken özelliği gösteren numunelere ait taşıyıcı yoğunluğu değerleri*

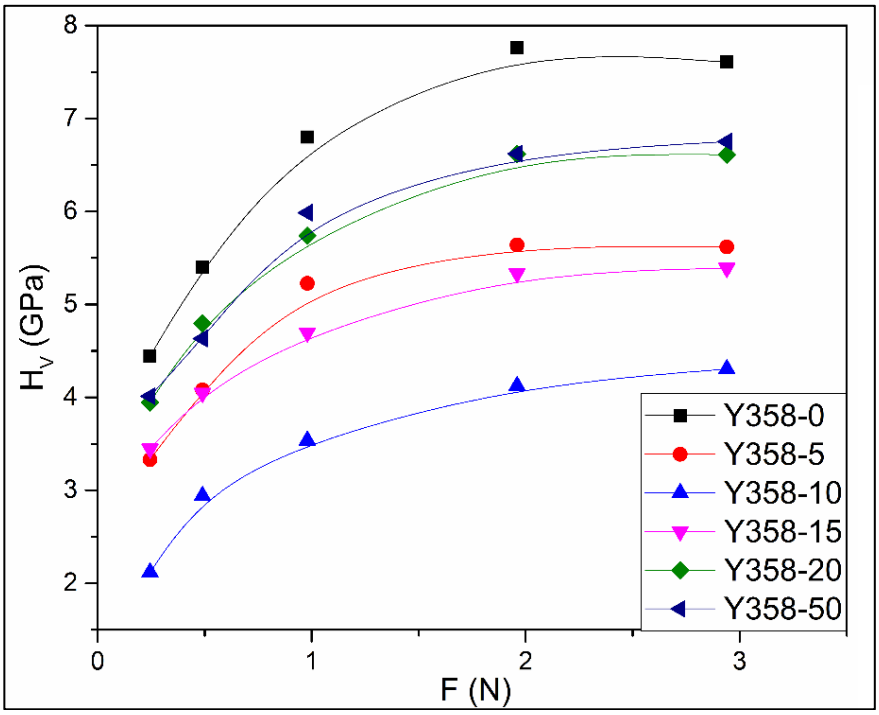
Numune	Yük Taşıyıcı Yoğunluğu (p)
Y358-0	0.122
Y358-5	0.111
Y358-10	0.104
Y358-15	0.101
Y358-20	0.082

7.3. Mekanik Karakterizasyon Sonuçları

Süperiletken malzemelerin ticari amaçlı kullanımları için geçiş sıcaklığı kadar mekanik özelliklerinin de önemli olduğu açıktır. Sertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı gibi özelliklerin belirlenmesi ve optimize edilmesi önemli bir adımdır. Mekanik özelliklerin belirlenmesinde en yaygın kullanılan yöntem Vickers mikrosertlik testidir.

Bir malzemenin sertliği, uygulanan kuvvete karşı malzemenin gösterdiği direnç olarak tanımlanabilir. Bir malzemenin sertliği üretim yöntemi ve üretim parametrelerine bağlı olarak değişkenlik gösterebilir. Bu çalışmada farklı oranlarda Co katkılanmış olan numunelere Vickers mikrosertlik testi uygulanmıştır. Uygulama kolaylığı, süresi ve numuneye zarar vermemesinden dolayı Vickers mikrosertlik testi tercih sebebi olmaktadır. Bunun yanı sıra Vickers mikrosertlik testinde kullanılan piramit uçlu çentici küresel uçlara göre daha hassas sonuç vermektedir [36].

Yapılan Vickers mikrosertlik testi, çentici uç numune yüzeyine 10 saniye süreyle beş farklı yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir ($F = 0.245, 0.490, 0.980, 1.960$ ve $2.940\ N$). Çentici ucun yüzeyden ayrılmasının ardından 40X'lik optik mikroskop yardımıyla çentici ucun yüzeyde bıraktığı izin köşegen uzunlukları ölçülmüş ve ölçülen uzunlukların ortalaması alınarak Vickers mikrosertlik değerleri hesaplanmıştır. Yüzeyin homojen olmaması ihtimaline karşı her yük için, numune yüzeyinin farklı bölgelerinden 10'ar adet ölçüm yapıldı. Sertlik ölçümü sonucunda elde edilen değerler $H_V - F$ grafiğinde verilmiştir (Şekil 7.7).



Şekil 7.7. Üretilen numunelerin uygulanan kuvvete karşı sertlik grafiği

Hesaplanan sertlik (H_V), elastik modülü (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı (K_{IC}) sonuçları Tablo 7.3'te verilmiştir. Burada tüm numunelerin uygulanan yüke bağlı olarak sertlik değerinin arttığı görülmektedir. Numunelerin sergilediği bu davranış literatürde Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE) olarak isimlendirilmektedir. Verilen tablo incelendiğinde, katkısız numunenin sertlik değerinin katkılı numunelerden daha yüksek olduğu görülmektedir. Katkı oranının artmasıyla %10 katkıya kadar sertlik değerleri azalma göstermiştir. %10 katkıdan sonra gelen katkılamalarda ise sertlik değeri artış eğilimine girmiştir.

Tabloda verilen elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı verileri incelendiğinde kırılma dayanımı en yüksek numune olan Y358-0'ın aynı zamanda en yüksek elastik modülüne sahip olduğu görülmektedir. Ancak en düşük kırılma dayanımına sahip olan Y358-15 numunesi en düşük elastik modülü değerine sahip değildir. Bunun sebebi olarak malzemelerin yüzey yapılarının farklı olması gösterilebilir. Y358-20 ve Y358-50 numunelerinin sertlik değerleri oldukça yakındır. Bu durum SEM görüntülerinde bu iki numunenin yüzeylerinin birbirlerine oldukça yakın olması ile de uyum içindedir.

Tablo 7.4. *Tüm numuneler için mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri*

	F (N)	d (nm)	H_V (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K_{IC} (Pa/m1/2) x10^{-3}
Y358-0	0.245	10.11	4.441	363.964	1.480	-457.136
	0.490	12.97	5.400	442.618	1.800	-504.116
	0.980	16.35	6.800	557.318	2.267	-565.676
	1.960	21.64	7.763	636.256	2.588	-604.411
	2.940	26.77	7.607	623.477	2.536	-598.310
Y358-5	0.245	11.68	3.330	272.963	1.110	-350.273
	0.490	14.93	4.078	334.253	1.359	-387.608
	0.980	18.65	5.226	428.322	1.742	-438.773
	1.960	25.39	5.640	462.241	1.880	-455.816
	2.940	31.15	5.618	460.490	1.873	-454.952
Y358-10	0.245	14.64	2.119	173.654	0.706	-312.144
	0.490	17.58	2.940	240.935	0.980	-367.673
	0.980	22.67	3.535	289.777	1.178	-403.222
	1.960	29.69	4.123	337.899	1.374	-435.417
	2.940	35.59	4.304	352.789	1.435	-444.908
Y358-15	0.245	11.48	3.445	282.393	1.148	-336.234
	0.490	14.99	4.046	331.597	1.349	-364.351
	0.980	19.67	4.695	384.788	1.565	-392.487
	1.960	26.11	5.333	437.110	1.778	-418.321
	2.940	31.80	5.391	441.832	1.797	-420.575
Y358-20	0.245	10.73	3.947	323.513	1.316	-407.980
	0.490	13.77	4.795	393.020	1.598	-449.676
	0.980	17.80	5.737	470.253	1.912	-491.879
	1.960	23.43	6.619	542.554	2.206	-528.341
	2.940	28.72	6.611	541.848	2.204	-527.997
Y358-50	0.245	10.64	4.013	328.891	1.338	-421.537
	0.490	14.01	4.632	379.663	1.544	-452.907
	0.980	17.43	5.985	490.562	1.995	-514.821
	1.960	23.43	6.621	542.713	2.207	-541.495
	2.940	28.42	6.751	553.357	2.250	-546.779

Literatürde numunelerin uygulanan yüke karşılık gösterdikleri ÇBE ve TÇBE davranışlarının incelenmesi için bazı yöntemler kullanılmıştır. Bunlardan Meyer kanunu, Hays-Kendall modeli (HK) ve çentici kaynaklı yarılma (IIC) modeli numunelerin davranışlarını incelemek üzere uygulanmıştır.

7.3.1. Meyer Kanunu

Meyer kanunu, temelde numunenin ÇBE davranışını açıklamak üzere geliştirilmiş basit deneysel bir ifadedir. Bu kanuna göre uygulanan yün ile oluşan çentiğin köşegen uzunluğu arasında,

$$F = A_K d^n \tag{7.1}$$

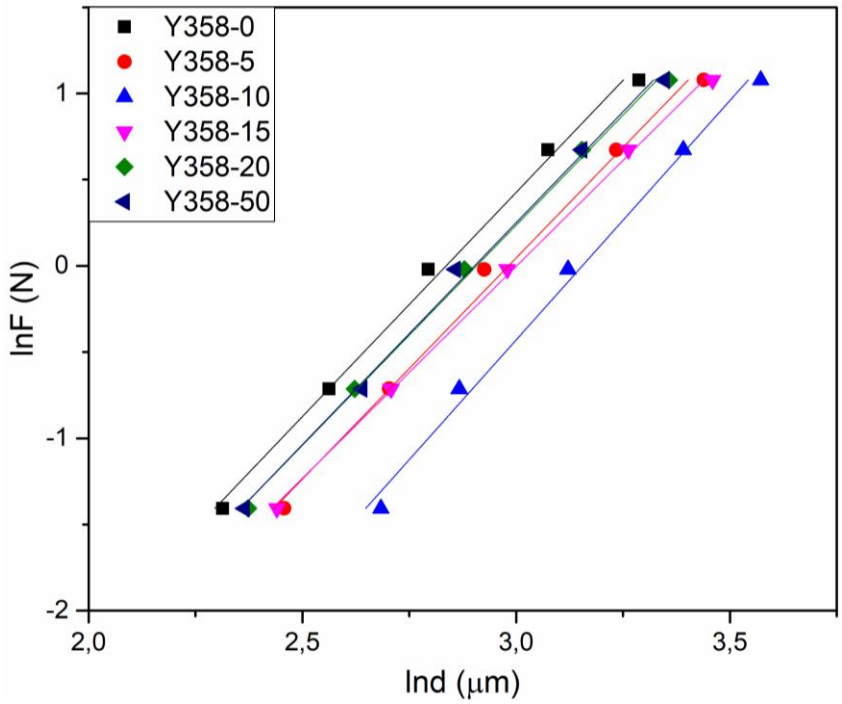
ifadesiyle verilen bir ilişki olup, burada A sabit iken n boyut etkisi üssü olarak da bilinen Meyer indisidir. Meyer indisinin 2'den küçük olması (n<2) durumunda malzeme davranışının ÇBE olduğu, 2'den büyük olması (n>2) durumunda ise malzeme davranışının TÇBE olduğu sonucuna varılır. n=2 durumunda ise malzeme ÇBE davranışı göstermez ve bu duruma Kick's yasası denir.

$$F = A_K d^2 \tag{7.2}$$

Meyer yasasının uygulanması için Denklem 7.1'in logaritması alınarak,

$$\ln F = \ln A_K \, n \ln d \tag{7.3}$$

elde edilen formül yardımıyla grafik çizilir.



Şekil 7.8. Numunelerin Meyer kanununa göre $\ln F - \ln d$ grafiği

Grafiğin eğimi Meyer indisini verirken, düşey ekseni kestiği nokta A_K sayısını verir. Şekil 7.8'den elde edilen değerler Tablo 7.5'te verilmiştir.

Tablo 7.5. *Numunelerin Meyer kanununa göre elde edilen n ve A değerleri*

Numuneler	**Meyer indisi (n)**	**ln A_K (GPa)**
Y358-0	2.58636	-7.33623
Y358-5	2.54726	-7.59739
Y358-10	2.75733	-8.6996
Y358-15	2.45607	-7.37172
Y358-20	2.54625	-7.40398
Y358-50	2.56482	-7.44581

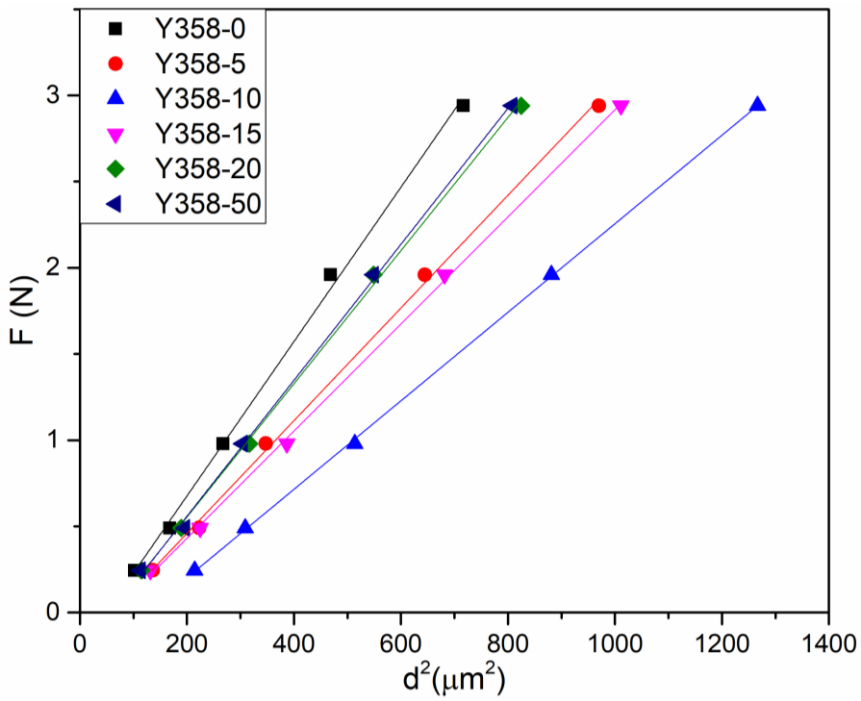
Elde edilen tüm numunelerin Meyer indisi değerleri 2'den büyük çıkarak malzemenin TBÇE davranışı gösterdiğini teyit etmişlerdir.

7.3.2. Hays-Kendall Modeli

Hays-Kendall (HK) modeli, bir malzemede kalıcı deformasyon oluşturulabilmesi için bir minimum yük (W) değeri olması gerektiğini ileri süren bir modeldir. Malzemeye uygulanan yükün W değerini aşmaması durumunda malzemede plastik deformasyon gerçekleşmeyip yalnızca elastik deformasyon gerçekleşmiş demektir. Kısaca bir test yükü W ile belirlenen limit değerinin altında yalnızca elastik deformasyon oluşturabilirken, bu limit değerinin üzerinde hem elastik hem de plastik deformasyon oluşturabilmektedir.

$$F = W_{HK} - A_{HK} d^2 \tag{7.4}$$

Burada A_{HK} değeri yükten bağımsız bir sabit ve W ise iz oluşturmak için gerekli olan minimum yük miktarıdır. Bu değerler F–d^2 grafiğinden hesaplanır.



Şekil 7.9. HK modeline göre numunelerin F–d^2 grafiği

Şekil 7.9'den elde edilen eğim bize A_{HK} değerini vermektedir. Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri:

$$H_{HK} = 1854.4\ A_{HK} \quad (7.5)$$

formülü ile hesaplanmaktadır. Şekil 7.9'den elde edilen veriler ve hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri Tablo 7.6'da verilmiştir.

Tablo 7.6. *HK modeline göre elde edilen veriler ve hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri*

Numuneler	**Ax10^{-4} (GPa)**	**W (N)**	**H_{HK} (GPa)**	**H_V(GPa)**
Y358-0	44.7	-0.217	8.289	6.800-7.607
Y358-5	32.6	-0.193	6.045	5.226-5.618
Y358-10	25.7	-0.313	4.766	3.535-5.618
Y358-15	31.0	-0.190	5.749	4.695-5.391
Y358-20	38.6	-0.221	7.158	5.735-6.611
Y358-50	39.4	-0.230	7.306	5.985-6.751

Tablo 7.6'da verilen W_{HK} değerinin negatif olması, uygulanan yükün plastik deformasyon oluşturmak için yeterli ancak elastik deformasyon için yetersiz olduğu şeklinde yorumlanabilir. Hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri plato bölgesinden uzaktır. Böylece HK modelinin bu numuneler için gerçek sertlik değerini belirlemede yetersiz olduğu görülmüştür.

7.3.3. Çentici Kaynaklı Yarılma (IIC) Modeli

Çentici kaynaklı yarılma (IIC) modeli, malzemelerdeki TBÇE etkisini açıklamak üzere geliştirilmiş bir yöntemdir [36]. IIC modeline göre, uygulanan test yükü maksimum derinlikte toplam numune direnci tarafından dengelenir. Bu direnç ise; ara yüzeylerde ucun ya da numunenin kayması, elastik deformasyon, plastik deformasyon ve numune yarıkları gibi dört bileşenden oluşur. IIC modelinde hesaplanan sertlik değeri,

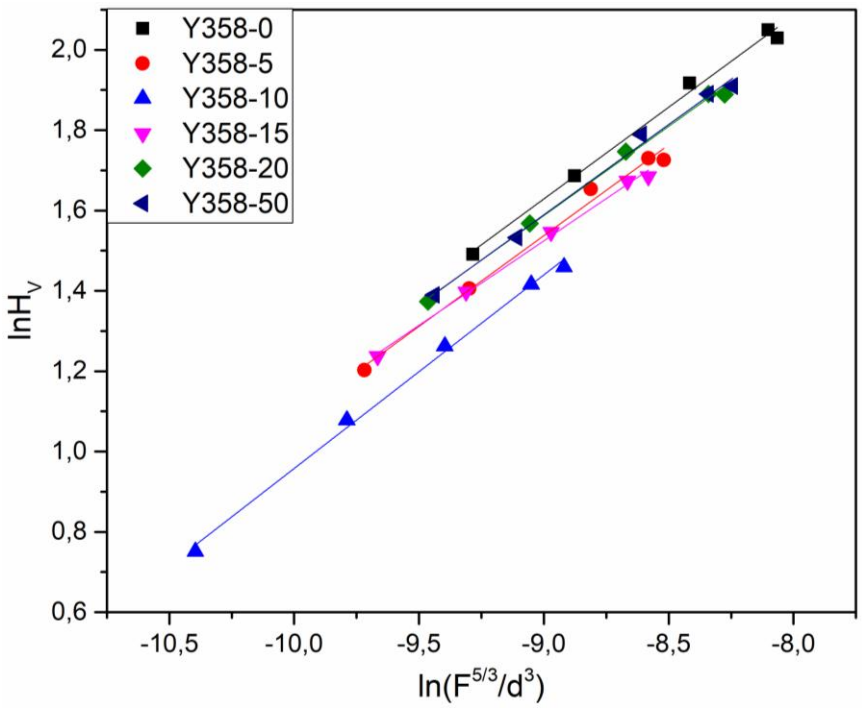
$$H_v = \lambda_1 K_1 (F/d^2) + K_2 (F^{5/3}/d^3) \quad (7.6)$$

şeklinde verilir. Burada λ_1; sabiti belirtirken, d; girinti boyutunu temsil etmektedir. K_1; girintinin geometrisiyle ilişkili iken, K_2; uygulanan yüke bağlıdır. İdeal bir

plastik malzeme için $H_v = K_1(F/d^2)$, $\lambda_1 = 1$ ve $K_2(F^{5/3}/d^3) = 0$ şeklindedir. Mükemmel gevrek katılar için $H_v = K_2(F^{5/3}/d^3)$ ve $\lambda_1 = 0$ şeklindedir. IIC modelinde yükten bağımsız sertlik değeri ise

$$H_v = K\left(F^{5/3}/d^3\right)^m \tag{7.7}$$

Burada K ve m değerleri yükten bağımsız sabitlerdir ve $ln(H_v)$-$ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiğinden elde edilirler (Şekil 7.10). m sayısı ÇBE davranışını açıklamak için kullanılır. m>0,6 ise malzeme ÇBE davranışı sergilemektedir, m<0,6 olduğunda ise malzeme TÇBE davranışı sergilemektedir.



Şekil 7.10. Numunelerin $ln(H_v)$-$ln(F^{5/3}/d^3)$grafiği

Şekil 7.10'dan elde edilen veriler Tablo 7.7'de verilmiştir.

Tablo 7.7. *IIC modeline göre elde edilen m, K ve H_{IIC} değerleri*

Numuneler	**m**	**$Kx10^2$ ($N^{(3-5m)/3}/\mu m^{(2-3m)}$)**	**H_{IIC} (GPa)**	**H_V (GPa)**
Y358-0	0.457	3.102	7.576	6.800-7.607
Y358-5	0.452	2.707	5.638	5.226-5.618
Y358-10	0.482	3.226	4.075	3.535-5.618
Y358-15	0.421	2.026	5.344	4.695-5.391
Y358-20	0.444	2.659	6.528	5.735-6.611
Y358-50	0.450	2.801	6.612	5.985-6.751

Tablo 7.7'den de görüldüğü üzere elde edilen m değerleri tüm numuneler için 0,6 değerinden küçüktür. Bu durumda bütün numunelerin TÇBE davranışı sergilediği sonucuna varılmıştır. Bu durum deneysel veriler ışığında varılan sonuçla da uyuşmaktadır. Ayrıca IIC modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri de deneysel olarak elde edilen plato bölgesinde yer almaktadır. Sonuç olarak IIC modeli bu çalışmadaki numunelerin sertlik değerlerini açıklamada uygulanan en doğru yöntem olmuştur.

8. SONUÇLAR

Yapılan bu çalışmada yüksek sıcaklık süperiletken numune üretiminde yaygın olarak kullanılan katıhal reaksiyon yöntemi kullanılmıştır. Katkılama elementi olarak Cu ile yakın atomik yarıçapa sahip Co nanoparçacık seçilmiştir (Atomik yarıçap; Cu:1.57 Å, Co:1.67 Å). $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Co_xO_{18-\delta}$ temel formülünde, ağırlıkça katkılama x=0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.5 oranlarında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen numuneler 930^oC'de 24 saat sinterlendikten sonra 500^oC'de 5 saat oksijen ortamında bırakılarak üretilmiştir. Üretilen numunelerin süperiletkenlik özellikleri sıcaklığa bağlı direnç ölçümü, mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik testi ve yapısal özellikleri XRD ve SEM analizleri ile yapılmıştır. Bunun yanında EDS ölçümü ile katkı oranları belirlenmiştir. Yapılan bu işlemlerden elde edilen sonuçlar ise şu şekildedir,

- XRD sonuçlarında numunelerin en şiddetli piki olan $2\theta=33^o$ pikinin katkı ile doğru orantılı olarak düşük açı değerlerine kaydığı görülmüştür. Bu durumun yapıya giren katkının ortorombik yapıyı bozma eğiliminden kaynaklanabileceği öngörülmüştür,
- a, b, c örgü parametrelerinde kayda değer değişiklik olmamasına rağmen birim hücre hacminin katkılama ile doğru orantılı olarak arttı net bir şekilde görülmüştür,
- XRD analizinden hesaplanan tanecik boyutu değerlerinin SEM sonuçlarını destekler nitelikte olduğu sonucuna varılmıştır,
- SEM sonuçlarından faydalanarak yüzey morfolojisi incelenmiş ve katkı oranı ile yüzeydeki gözenekliliğin değiştiği görülmüştür,
- EDS sonuçlarından, yapılan katkılamaların oranlarının hedeflediğimiz oranda olduğu belirlenmiştir,
- T_c^{onset} değeri katkısız numunede 92.48K iken Y358-5, Y358-10, Y358-15, Y358-20 numunelerinde sırasıyla 88.22K, 85.62K, 83.53K ve 68.55K olarak ölçülmüştür,
- T_c^{offset} değeri katkısız numunede 84.20K iken Y358-5, Y358-10, Y358-15, Y358-20 numunelerinde sırasıyla 78.24K, 72.84K, 69.81K ve 49.02K olarak ölçülmüştür,

- Süperiletkenlik geçiş değeri olan ΔT_c değerinin katkı ile doğru orantılı olarak arttığı ve bu durumun katkılı numunelerde katkısız numuneye kıyasla daha fazla safsızlık ve yapı kusurundan kaynaklandığı yorumuna ulaşılmıştır,
- Yapılan katkılamanın artması ile kritik sıcaklık değerinin düştüğü belirlenmiştir,
- En yüksek kritik sıcaklığa sahip numunenin katkısız numune (Y358-0) olduğu, en düşük kritik sıcaklık değeri ise Y358-20 numunesinde görülmüştür,
- x=0.5 oranında yapılan Co katkısı sonucunda numunenin süperiletken davranış sergilemediği görülmüştür,
- Taşıyıcı yoğunluğunun, artan katkı oranı ile azaldığı görülmüş ve bu durumun kritik sıcaklık değerlerindeki düşüşün sebeplerinden biri olduğu saptanmıştır,
- Numunelerin mikrosertlik (H), elastik modülü (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı (K_{IC}) değerleri Vickers mikrosertlik testi ile elde edilmiştir,
- Tüm numuneler için sertlik davranışının Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE) olduğu görülürken en yüksek sertlik değerine katkısız Y358-0 numunesinin, en düşük sertlik değerine ise %10 (x=0.1) katkılı Y358-10 numunesinin sahip olduğu belirlenmiştir,
- Sertlik değerlerindeki azalmanın nedeninin güçlü bağların zayıflamasına sebep olan safsızlık oranı ve tanecik sınırlarındaki düzensizlik olabileceği öngörülmüştür,
- Meyer kanunu, Hays-Kendall modeli ve çentici kaynaklı yarılma modelleri tüm numunelere uygulanarak TÇBE etkisinin hangi modelle daha iyi açıklanabileceği araştırılmıştır. Sonuçta IIC modelinin bu çalışmadaki numuneler için en uygun model olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

[1] Onnes, H. K., 1911. Commun Phys Lab. Leiden, No:119b.

[2] Müller, P., Ustinov, A.V., 1997. The Physics of Superconductors, Springer-Verlag Berlin Heidelberg Newyork.

[3] Poole, C. P., 2000. Handbok of Superconduvtivity, Academic Press, USA.

[4] Alfeev, V.N., Gorbik, P.P., Dyakin, V.V., Zaitov, F.A., Openko, V.M. and Shalyapina, G.M., 1991. Solid State Com., 77, 49-51.

[5] Seeber, B., 1998. Handbook of Applied Superconductivity, 1.Cilt, Institute of Physics Publishing, Bristol, UK.

[6] Zhou, S-A., 1999. Electrodynamics of Solids and Microwave Superconductivity. John Wiley&Sons, Inc.

[7] Galperin, Y. M., 2001. Introduction to Modern Solid State Physics, Oslo.

[8] Barden, J., Cooper, L.N., Schrieffer, J.R., 1986. Theory of Superconductivity, Physical Review B, 108,5,1175-1204.

[9] Vanderah, T.A., 1992. Chemistry of Superconductor Materials, Noyes Publication, New Jersey, USA.

[10] Isacsson, A., Gorelik, L.Y., Shekhter, R.I., Galperin, Y.M., Jonson1, M., 2002. Mechanical Cooper Pair Transportation as a Source of Long-Distance Superconducting Phase Coherence, *Physical Review Letters*, Vol:89-27.

[11] Özmen, S., F., 2008. Karbon katkısının $YBa_2Cu_3O_{7-d}$ süperiletkeninin yapısal ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya.

[12] Sullivian, M.C., 2004. The Normal Superconducting Phase Transition of YBCO in Zero Magnetic Field, *Maryland University*, USA.

[13] Roberts, B.W., 1976. Survey of Superconductive Materials and Critical Evolution of Selected Properties, *Physical and Chemical Reference Data*, 5:581-821.

[14] Strachan, D.R., 2002. The Superconducting Transition of YBCO, Maryland University, USA

[15] Murakami, M., 1992. Processing of Bulk YBCO, *Supercond. Sci. Technol*. 185-203

[16] Kış, E. 2005. BiPbSrCaCuO Seramik süperiletkenlerde onset sıcaklığının katkı oranlarına göre değişimi, Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir.

[17] Öztürk, A., G., 2010. Pb, Ag ve Sb katkı atomlarıyla hazırlanmış YBaCuO süperiletken sistemlerin elektriksel parametrelerinin saptanması, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir.

[18] Rose-Innes, A.C. ve Rhoderick, E.H., 1980. Introduction to Superconductivity, İkinci baskı, Pergamon Press Ltd., İngiltere.

[19] Omar M. A., 1974. Elementary Solid State Physics: Principles and Applications, Addison-Wesley Publishing Comp., Boston, USA.

[20] Josephson, B. D., 1962. Possible new effects in superconductive tunnelling, *Phys. Lett*. 1, 251

[21] Demirel, İ., 2006. Cu ve Co katkılanmış MgB_2 süperiletkenlerin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Kayseri.

[22] Schmidt, H., Campman, K.L., 1997. Tunneling induced transparency: Fano interference in intersubband transitions, *Appl. Phys. Lett. 70, 3455*.

[23] Ekizler, A., 2013. $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ süperiletken bileşiğinin yapısal özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya.

[24] Bilgeç G., 2004. Sb_2O_3 katkılı YBCO süperiletken seramiklerin karakterizasyonu, Yayınlanmamış Yüksek Lisans Tezi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir.

[25] Dzhafarov, T.D., 1996. Diffusion in high-temperature superconductors, *Review Article, Phys. Stat. Sol.* (a) 158, 335.

[26] Düz, I., 2008. $YBa_2Cu_3O_7$ süperiletkenlerinin yapısal özellikleri üzerine basınç etkisinin araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Konya.

[27] Çelik, Ş., 2006. $(Y_{1-X}Yb_{X/2}Gd_{X/2})Ba_2Cu_3O_{7-d}$ ve $(Yb_{1-X}Gd_X)Ba_2Cu_3O_{7-d}$ Süperiletkenlerinin yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *Karadeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Trabzon.

[28] Aliabadia, A., Akhavan Farshchi, Y., Akhavan, M., 2009. A new Y-based HTSC with Tc above 100K. *Physica C*, 469, 2012-2014.

[29] Çelik, Ş., 2006. YBCO (358) süperiletken sisteminin katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanması ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Malatya.

[31] Tavana, A., Akhavan M., 2009. How *Tc* can go above 100 K in the YBCO family. *Eur. Phys. J. B.*

[32] Gholipour, S., Daadmehr, V., Rezakhani, A. T., Khosroabadi, H., Tehrani, F.S. ve Akbarnejad, R. H., 2011. Y358 against Y123 structural phase in a Y-Based superconductor, arXiv preprint arXiv: 1110.0893

[33] Khosroabadi, H., Rasti, M. and Akhavan, M., 2014. Structural analysis of Y3Ba5Cu8O19-δ High-Tc superconductor by ab initio density functional theory, *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 497, 84-88.

[34] Metin, T., 2016. Y3Ba5Cu8Oy bileşiğinin süperiletkenlik özelliklerine Ag katkısının etkisinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* İzmir.

[35] Aksan, M. A., 2003. Bi-bazlı *HTc* süperiletkenlerde fiziksel özelikler ile birlikte termoelektirik güç ve termal iletkenlik karekteristiklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Malatya.

[36] Kaya, Ş., 2013. Farklı argon basıncında ve farklı ısıl işlem sürelerinde üretilen MgB2 süperiletkeninin mikroyapı, elektriksel ve mekanik özelliklerinin karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kastamonu.

[37] Aşıkuzun, E., 2010. Pr katkılanmış Bi- 2212 süperiletkeninin elektriksel ve mekaniksel özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kastamonu.

[38] Emeksiz, C. 2007. BSCCO süperiletkeninin mekaniksel özelliklerinin dinamik mikrosertlik yöntemi ile incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Tokat.

[39] Cava, R. J., 2000. Oxide superconductors, *J. Am. Ceram. Soc.* 83(1), 5-28.

[40] Nakajima, S., Kikuchi, M., Syono, Y., Oku, T., Shindo, D., Hiraga, K., Kobayashi, N., Iwasaki, H., Muto, Y., 1987. Synthesis of bulk high Tc superconductors of $TlBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$ ($n = 2 - 5$) *Physica C*, 158, 471p.

[41] Okumuş, S., 2004. Preparation conditions and characterization on YBCO based superconductors, *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İzmir.

[42] Murakami, M., 1999. Melt processed high-temperature Superconductors, *Superconductivity Research Laboratory*, Tokyo

[43] Yıldız, Ö., 2012. Lutesyum (Lu) katkılanmış Bi-2212 süperiletkeninin vickers mikrosertlik ölçümleri ve bazı fiziksel özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, *Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kastamonu.

[44] Çevik, U., 1998. Demir ve kobalt difüzyonunun $YBa_2Cu_3O_7$ süperiletkeninin yapısal ve süperiletken özellikleri üzerine etkisi. Doktora Tezi, *Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,* Trabzon.

[45] Vovk, R.V., Obolenski, M.A., Zavgoradniy, A.A., Bandarenko, A.V., Goulatis, I.L., Samoilov, A.V., Chroneas, A., 2007. Effects of high pressure on the fluctuation conductivity and the gharge transfer of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ single crystals, *Journal of Alloys and Compounds*, 453, 69-74p.

[46] Xiao, G., Streitz, F.H., Gavrin, A., Chien C.L., 1987. Magnetic characteristic of superconducting $RBa_2Cu_3O_{6+y}$ (R = Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm, Yb), *Solid State Communications,* 63 (9), 817-820p.

[47] Hor, P. H., Meng, R. L., Wang, Y. Q., Gao, L., Huang, Z. J., Bechtold, J., Forster, K., Chu, W., 1987. Superconductivity above 90 *K* in the square-planar compound system $ABa_2Cu_3O_{6+x}$ with A = Y, La, Nd, Sm, Eu, Gd, Ho, Er, and Lu, *Physical Review Letters*, 58, No;18, 1891-1894p

[48] Nakabayashi, Y., Kubo, Y., Manako, T., Tabuchi, J., Ochi, A., Utsumi, K. , 1988. The orthorhombic-tetragonal phase transformation and Oxygen deficiency in LnBa2Cu3O7-x, *Japanese Journal of Applied Physics,* 27(1), 64-66p.

[49] Garbaukas, M., F., Green, R., W., Arendt, R., H., Kasper, J., S., 1988. X-ray investigation of barium yttrium cuprate ($Ba_2YCu_3O_6$). Inorg., Chem., 27, 871.

[50] Zhang, H., Zhao, X. Y., Zhao, Y., Liu, S. H., Zhang, Q. R., 1989. Oxygen content is not the predominant factor for high *Tc* superconductivity in Y---Ba---Cu---O system, *Solid State Communications,* 72(1), 75-79p.

[51] Zhao, Y., Zhang, H., Zhang, T., Sun, S. F., Chen Z. Y., Zhang, Q. R., 1988. Doping effect of Sr or Ca on single phased $YBa_2Cu_3O_{7-y}$, *Physica C: Superconductivity*, 152(5), 513-517p.

[52] Baldha, G. J., Jotania, R. B., Joshi, H. H., Pandya, H. N., Kulkarni, R. G., 1989. Superconductivity in the system $YBa_{2-x}Ca_xCu_3O_{7-\delta}$, *Solid State Communications*, 71 (10), 839-841p.

[53] Skakle, J.M.S., 1998. Crystal Chemical substitutions and doping $YBa_2Cu_3O_x$ and related superconductors, *Material Science and Engineering,* 23, 1-40.

[54] Ekicibil, A., Çetin, S., Ayas, A.O., Coşkun, A., Fırat, T., Kıymaç, K., 2011. Exploration of the superconducting properties of $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ with and without Ca doping by magnetic measurements. *Solid State Sciences*, 13 (11), 1954-1959p.

[55] Pavan Kumar Naik, S., Santosh, M., Swarup Raju, P., M., 2017. Structural and thermal validations of $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ composites synthesized via citrate sol-Gel spontaneous combustion method. *J Supercond Nov Magn.*, 31(5), 1279-1286.

[56] Metin, T., Tepe, M., 2016. The effect of Ag doping on the sıperconducting properties of $Y_3Ba_5Cu_{8-x}Ag_xO_{18-\delta}$ ceramics. *J Supercond Nov Magn.*, 30(4), 1083-1087.

[57] Slimani, Y., Hannachi, E., Ben Salem, M., K., Hamrita, A., Varilci, A., Dachraoui, W., Ben Salem, M., Ben Azzouz, F., 2014. Comparative study of nano-sized particles $CoFe_2O_4$ effects on superconducting properties of Y-123 and Y-358. *Physica B*, 450 (2014) 7–15.

[58] Ayaş, A., O., Ekicibil, A., Kılıç Çetin, S., Coşkun, A., Er, A., O., Ufuktepe, Y., Fırat, T., Kıyma., K., 2011. The structural, superconducting and transport properties of the compounds $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ and $Y_3Ba_5Ca_2Cu_8O_{18}$. *J Supercond Nov Magn*, 24, 2243–2252

[59] Terzioglu, C., Yılmazlar, M., Öztürk, Ö., Yanmaz, E., 2005. Structural and physical properties of Sm-doped $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ superconductors. *Physica C*, 423, 119.

[60] Khalil, S.M. 2005. Role of rare-earth Ba+2 doping in governing the superconducting and mechanical characteristics of Bi-Sr-Ca-Cu-O. *Smart Mater. Struct.*, 14, 804.

[61] Yılmazlar, M., Cetinkara, H.A., Nursoy, M., Öztürk, Ö., ve Terzioglu, C. 2006. Thermal Expansion and Vickers Hardness of $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_{2-x}$ $Sm_xCu_3O_y$ superconductors. *Physica C*, 442, 101.

[62] Öztürk, Ö., Akdogan, M., Aydın, H., Yılmazlar, M., Terzioglu, C., Belenli, I. 2007. Substitution of Sm at Ca site in $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ superconductors . *Physica B*, 399, 94-100.

[63] Yılmazlar, M., Öztürk, Ö., Görür, O., Belenli, I., ve Terzioglu, C. 2007. Role of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au. *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 365-371.

[64] Terzioglu, C., Öztürk, Ö., Belenli, I. 2008. The effect of Au diffusion on some physical properties of $Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu_3O_y$ superconductors. *J. Alloys and Compd.*, 471, 142-146.

[65] Slimani, Y., Hannachi, E., Ben Azzouz, F., Ben Salem, M., 2018. Comparative study of electrical transport and magnetic measurements of $Y_3Ba_5Ca_2Cu_8O_{18\pm\delta}$.and $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ compounds: intragranular and intergranular superconducting properties. *Applied Physics A*, 124, 91.

ÖZGEÇMİŞ



Adı Soyadı	: Ryad Arebat
Doğum Yeri ve Yılı	: 1987, Al-komes/Libya
Medeni Hali	: Evli
Yabancı Dili	: İngilizce
E-posta	: riadalhadearebat@gmail.com

Eğitim Durumu

Lise	: High School 23 October (2001-2005)
Lisans	: AL-Merghib Üniversitesi Fizik Bölümü (2006-2009)