

KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FARKLI ARGON BASINCINDA VE FARKLI ISIL İŞLEM SÜRELERİNDE
ÜRETİLEN MgB₂ SÜPERİLETKENİNİN MİKROYAPI, ELEKTRİKSEL VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

ŞEYDANUR KAYA

FİZİK ANABİLİMDALI

Temmuz 2013

KASTAMONU

Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

Şeydanur KAYA tarafından hazırlanan “**Farklı Argon Basıncında ve Farklı Isıl İşlem Sürelerinde Üretilen MgB₂ Süperiletkeninin Mikroyapı, Elektriksel ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu**” adlı YÜKSEK LİSANS tez çalışmasının uygun olduğunu onaylarım.

Doç.Dr. Özgür ÖZTÜRK
Tez Danışmanı, Fizik Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Fizik Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. M.Atıf ÇETİNER
Fen Edebiyat Fakültesi, KÜ

Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Fen Edebiyat Fakültesi, KÜ

Doç. Dr. Ahmet KILIÇ
Fen Fakültesi, AÜ

Tarih: 08.07.2013

Bu tez ile K.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu YÜKSEK LİSANS DERECESİNİ onamıştır.

Doç. Dr. Ömer KÜÇÜK
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER DİZİNİ.....	iv
TABLolar DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
1.GİRİŞ.....	1
1.1. Süperiletkenliğin Kronolojik Tarihçesi.....	1
2. MAGNEZYUM DİBORAT.....	7
2.1. MgB ₂ 'ın Keşfi.....	7
2.2.MgB ₂ 'nin Kristal Yapısı.....	8
2.3. MgB ₂ 'nin Fiziksel Özellikleri.....	9
2.3.1. Anizotropik Özellikleri.....	9
2.3.2. Tanecik Bağlantısı.....	10
2.3.3. Basıncın Etkisi.....	11
2.3.4. Sıcaklığın Etkisi.....	12
2.4. MgB ₂ 'nin Süperiletkenlik Özellikleri.....	13
2.4.1.Kritik Sıcaklık (T _c).....	13
2.4.2. Kritik akım Yoğunluğu (J _c).....	13
2.4.3. İzotop Etkisi	14
2.4.4. Eş Uyum (Koherens) Uzunluğu.....	15
2.4.5 Nüfuz Etme Derinliği.....	17
2.5.MgB ₂ Bileşiği Üzerine Yapılan Çalışmalar.....	20
2.6.Mekanik Özellikler.....	25
2.6.1. Sertlik.....	25
2.6.1.1. Vickers Mikrosertliği.....	26
2.6.1.2. Sertliğin Yükle Değişimi.....	28
2.6.1.3. MgB ₂ 'nin Mekanik Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar.....	29
3. MgB ₂ ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KARAKTERİZASYONU.....	32
3.1. MgB ₂ Süperiletkeni Üretme Yöntemleri.....	32
3.1.1. Katıhal Tepkime Yöntemi.....	32
3.1.1.1. In-Situ Ve Ex-Situ Reaksiyon Yöntemi.....	32

3.1.2. Mg Difüzyon Yöntemi.....	33
3.1.3. Powder In Tube (PIT) Yöntemi.....	34
3.1.4. İnce Film Üretme Yöntemleri.....	35
3.1.5. Kalın Film Üretme Yöntemleri.....	35
3.1.6. Sıcak İzostatik Presleme (HIP).....	36
3.2. Numunelerin Üretilmesi.....	37
3.2.1. Farklı Atmosfer ve Farklı Basınç Değerlerinde Isıl İşlem.....	38
3.3. Karakterizasyon Teknikleri.....	39
3.3.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi.....	39
3.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi.....	40
3.3.3. Manyetik Alan Altında Özdirenç- Sıcaklık Ölçümleri.....	40
3.3.4. Vickers Mikrosertlik Ölçümleri.....	41
4.BULGULAR ve TARTIŞMA.....	43
4.1. Yapısal Analiz.....	43
4.1.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizleri.....	43
4.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri.....	48
4.1.3. Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) Analizi.....	53
4.2. Manyetik Karakterizasyon.....	61
4.2.1. Magnetoresistivity Ölçümleri.....	61
4.2.2. Aktivasyon Enerjisi.....	70
4.3. Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu.....	78
4.3.1. Vickers Mikrosertlik Testi.....	78
4.3.1.1. Meyer Kanununa Göre Analiz.....	88
4.3.1.2. PSR Modeline Göre Analiz.....	91
4.3.1.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Analiz.....	94
4.3.1.4. Elastik/ Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz.....	97
4.3.1.5. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz.....	99
4.3.1.6. Çentici Kaynaklı Yarıлма (IIC) Modeline Göre Analiz.....	103
5.SONUÇLAR.....	107
KAYNAKLAR.....	111
EKLER.....	124
EK 1 Tüp Fırın İçin Sıcaklık Bölgesinin Belirlenmesi.....	128
ÖZGEÇMİŞ.....	128

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

FARKLI ARGON BASINCINDA VE FARKLI ISIL İŞLEM SÜRELERİNDE ÜRETİLEN MgB₂ SÜPERİLETKENİNİN MİKROYAPI, ELEKTRİKSEL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

Şeydanur Kaya

Kastamonu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK

MgB₂ süperiletkenleri, ex-situ reaksiyon yöntemiyle vakum ortamında, Ar atmosferinde 0 Bar, 10 Bar ve 20 Bar'lık basınç altında olmak üzere 0,5 ve 1 saatlik ısıtma işlem sürelerinde üretildi. Bulk formunda üretilen numunelerin mikroyapısal, elektriksel ve mekanik özellikleri üzerine; basıncın ve ısıtma işlem süresinin etkilerini incelemek için XRD, SEM, EDS, Magnetoözdirenç, Vickers Mikrosertlik ölçümleri gerçekleştirildi. Vakum ortamında üretilen numunelerin hesaplanan a ve c örgü parametreleri ile tanecik boyutu değerleri en yüksek değerlerde olup uygulanan basıncın artmasıyla azalmıştır. Basıncın, atomlar arasındaki bağ mesafesini kısaltmasıyla tanecik boyutu azalmıştır. Daha küçük tanecik boyutu daha sıkı bir tanecik bağlantısına neden olarak; taşınabilecek kritik akım yoğunluğunun (J_c) artmasına yol açar. SEM görüntüleri, üretilen numunelerin MgB₂'nin karakteristik morfolojisi olan tanecikli bir yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca uygulanan basıncın artmasıyla tanecik boyutunun küçüldüğü ve dolayısıyla tanecik bağlantısının güçlendiği SEM görüntüleriyle teyit edilmiştir. Magnetoözdirenç ölçümlerine göre, vakum ortamında üretilen numunelerin T_c değerleri en yüksek değerdedir ve basıncın artmasıyla azalmıştır. Bu çalışmada özellikle üretilen MgB₂ numunelerinin mekanik özellikleri detaylı olarak incelenmiştir. Vickers mikrosertlik değerleri hesaplanmış ve bu değerlerin yüke bağlı olduğu görülmüştür. Uygulanan basıncın artmasıyla numunelerin sertlik değerleri azalmıştır. 0,5 saatte 20 Bar basınç altında üretilen numune ÇBE davranışı gösterirken, diğer tüm numuneler TÇBE davranışı göstermiştir. Tüm numuneler için Meyer kanunu, PSR Modeli, MPSR modeli, EPD modeli, HK modeli ve IIC modelleri analiz edilmiştir. ÇBE davranışı gösteren numune için en uygun model HK, TÇBE davranışı gösteren numuneler için ise IIC modeli olarak belirlenmiştir.

2013, 130 sayfa

Anahtar kelimeler: Süperiletkenlik, MgB₂, XRD, SEM, Aktivasyon Enerjisi, Magneto Özdirenç, Mikrosertlik.

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

Characterization Of Microstructural, Electrical And Mechanical Properties Of MgB_2 Superconductor Fabricated By Different Argon Pressure And Different Annealing Time

Seydanur KAYA
Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Adviser: Assoc. Prof. Dr. Ozgur Ozturk

MgB_2 superconductors were produced in a vacuum ambient, in Ar atmosphere, under 10 Bar and 20 Bar Ar pressure by ex-situ reaction method and annealed at 850 °C for 0,5 and 1 hour. XRD, SEM, EDS, Magnetoresistivity, Vickers microhardness measurements were performed in order to investigate the effects of pressure and different annealing times on microstructural, electrical and mechanical properties of bulk samples produced. a and c lattice parameters of the samples that annealed in vacuum ambient have the maximum values and both of them decreased with increasing applied pressure. The grain size of the samples decreased owing to decreasing bond distance between the atoms with pressure. Smaller grain size caused high J_c values in the samples by providing strong grain connectivity. SEM images show that the samples produced have the characteristic morphology of granular MgB_2 . It is also confirmed decreasing grain size and so that enhanced grain connectivity between grains by SEM images. T_c of the samples produced in vacuum ambient have the maximum values and they decreased with increasing pressure. In this study, particularly, the mechanical properties of MgB_2 samples produced were examined in detail. Vickers Microhardness values of all the samples were calculated and it is seen that these values are load dependent. Microhardness values of the samples decreased with increasing pressure. The sample that produced under 20 Bar for 0,5 hour shows ISE behavior while rest of them show RISE behavior. All the samples were analyzed by using the some models such as the Meyer's law, EPD Model, PSR Model, HK approach and IIC model. HK approach best explains the ISE behavior of sample produced under 20 Bar for 0,5 hour and IIC model best explains the RISE behavior of rest of them.

2013, 130 Pages

Keywords: Superconductivity, MgB_2 , XRD, SEM, Activation Energy, Magnetoresistivity, Microhardness.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması Kastamonu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) fonu tarafından, KÜBAP-03/2012-03 no'lu proje kapsamında desteklenmiştir.

Yüksek Lisans ders dönemi ve tez çalışması süresince, bilgi birikimini ve tecrübelerini benimle paylaşan, maddi ve manevi destek olan danışman hocam Doç. Dr. Sayın Özgür ÖZTÜRK' e en derin saygılarımla teşekkür ederim.

Yüksek Lisans tezi savunma sınavıma jüri üyesi olarak katılarak beni onurlandıran değerli hocalarım Prof. Dr. Sayın M.Atif ÇETİNER ve Doç. Dr. Sayın Ahmet KILIÇ'a şükranlarımı sunarım.

Yine tüm tez çalışmam sürecinde hiçbir konuda yardımını esirgemeyen arkadaşım, hocam Arş. Gör. Elif AŞIKUZUN' a,

SEM ve Magnetoresistivity ölçümlerimi gerçekleştirmemde yardımcı olan arkadaşım Uzman Nevin SOYLU' ya ve bana bu imkânları sağlayan Prof. Dr. Sayın Cabir TERZİOĞLU ve Prof. Dr. Sayın Ahmet VARILCI'ye,

Yüksek Lisansa başlama ve eğitim sürecinde her zaman destekleriyle yanımda olan Doç. Dr. Sayın M. Serhat YILMAZ ve Yrd. Doç. Dr. Sayın Seyhan YILMAZ'a,

Her zaman yanımda olan ve beni destekleyen aileme,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Şeydanur KAYA
Kastamonu, Temmuz 2013

SİMGELER DİZİNİ

<i>Nb</i>	Niyobyum
<i>Ge</i>	Germanyum
<i>La</i>	Lantan
<i>Cu</i>	Bakır
<i>O</i>	Oksijen
<i>Ba</i>	Baryum
<i>Bi</i>	Bizmut
<i>Sr</i>	Stronsiyum
<i>Hg</i>	Civa
<i>Mg</i>	Magnezyum
<i>B</i>	Bor
<i>C</i>	Karbon
<i>Al</i>	Alüminyum
<i>Si</i>	Silisyum
<i>Fe</i>	Demir
<i>Ar</i>	Argon
<i>Ta</i>	Tantal
<i>Ti</i>	Titanyum
<i>K</i>	Kelvin
λ_L	Nüfuz etme derinliği
ξ	Eş uyum uzunluğu
T_C	Kritik sıcaklık
α	Anizotropi katsayısı
v_F	Fermi elektronlarının hızı
\hbar	Planck sabiti
U_0	Aktivasyon enerjisi
J_c	Kritik akım yoğunluğu
H_V	Vickers sertliği
H_c	Kritik manyetik alan
H_{c1}	Alt kritik manyetik alan
H_{c2}	Üst kritik manyetik alan
<i>BCS</i>	Bardeen, Cooper ve Schrieffer
<i>MgB₂</i>	Magnezyum Diborat
<i>HTSC</i>	Yüksek sıcaklık süperiletkeni
<i>ÇBE</i>	Çentik boyutu etkisi
<i>TÇBE</i>	Ters çentik boyutu etkisi
<i>XRD</i>	X ışınları kırınımı
<i>SEM</i>	Taramalı elektron mikroskobu
<i>EDS</i>	Enerji dağılım spektrometresi
<i>PSR</i>	Orantılı numune direnci
<i>MPRS</i>	Geliştirilmiş orantılı numune direnci
<i>HK</i>	Hays-Kendall
<i>EPD</i>	Elastik/Plastik deformasyon
<i>IIC</i>	Çentici kaynaklı yarıлма
<i>LRC</i>	Lineerlikten sapma katsayısı

TABLolar DİZİNİ

Tablo 2.1. Farklı formlardaki MgB ₂ süperiletkeni için koherens uzunlukları.....	16
Tablo 2.2. MgB ₂ 'nin bazı süperiletkenlik parametreleri.....	19
Tablo 4.1. Numunelere ait a ve c örgü parametreleri ve tanecik boyutları.....	47
Tablo 4.2. Şekil 4.5 (a) grafiğine ait veriler.....	53
Tablo 4.3. Şekil 4.5 (b) grafiğine ait veriler.....	54
Tablo 4.4. Şekil 4.5 (c) grafiğine ait veriler.....	55
Tablo 4.5. Şekil 4.5 (d) grafiğine ait veriler.....	56
Tablo 4.6. Şekil 4.6 (a) grafiğine ait veriler.....	57
Tablo 4.7. Şekil 4.6 (b) grafiğine ait veriler.....	58
Tablo 4.8. Şekil 4.6 (c) grafiğine ait veriler.....	59
Tablo 4.9. Şekil 4.6 (d) grafiğine ait veriler.....	60
Tablo 4.10. Numunelere ait T _c ^{onset} değerleri.....	67
Tablo 4.11. Numunelere ait T _c ^{offset} değerleri.....	67
Tablo 4.12. 0,5 ve 1 saatte üretilen numunelerin aktivasyon enerjileri.....	76
Tablo 4.13. Numunelerin uygulanan yüke bağımlı H _v , E, Y ve K _{IC} değerleri.....	80
Tablo 4.14. Meyer kanununa göre elde edilen n _k . In _{A1k} ve LRC değerleri.....	90
Tablo 4.15. W, a ₂ , LRC, (H _{PSR}) ve (H _V) değerleri.....	92
Tablo 4.16. Uygulanan yükten bağımsız hesaplanan E ₀ , Y ₀ ve K _{IC} değerleri.....	93
Tablo 4.17. F – d grafiğine göre hesaplan. a ₀ , a ₁ , a ₂ , H _{MPSR} ve LRC değerleri.....	96
Tablo 4.18. EPD modeline göre hesaplanan A ₂ ^{1/2} , d _e , LRC, H _{EPD} değerleri.....	99
Tablo 4.19. Hays-Kendal kanununa göre hesaplanan A ₁ , H _{HK} , W _{HK} , n _{HK} değerleri.....	101
Tablo 4.20. IIC modeline göre hesaplanan m, K ve H _{ICC} değerleri.....	105
Tablo 4.21. Tüm modellere göre hesaplanan sertlik ve H _v değerleri.....	106

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzemede $\rho - T$ değişimi.....	1
Şekil 1.2. Meissner Etkisi.....	2
Şekil 1.3. I. Tip ve II. Tip süperiletken için $H_c(T)$ bağımlılığı.....	4
Şekil 2.1. MgB_2 'nin hekzagonal kristal yapısı	8
Şekil 2.2. MgB_2 için izotop etkisi grafiği.....	14
Şekil 2.3. Nüfuz etme derinliğinin manyetik alanla değişimi	17
Şekil 2.4. Farklı geometrik şekillerdeki çentici uçları.....	26
Şekil 2.5. (a) Vickers çentici (b) İzin diagonal boyu.....	27
Şekil 2.6. Mikrosertliğin uygulanan yükü değişimi.....	28
Şekil 2.7. Mg difüzyon yöntemiyle bulk MgB_2 süperiletkeni üretimi	33
Şekil 2.8. In-situ ve Ex-situ reaksiyon metotları için PIT yöntemi.....	34
Şekil 2.9. (a) HIP'in şematik gösterimi (b) Sıcak izostatik pres cihazı.....	36
Şekil 3.1 (a) Malzemelerin üretiminde kullanılan hassas terazi (b) manuel hidrolik pres.....	37
Şekil 3.2 MgB_2 üretim düzeneği.....	38
Şekil 3.3. Bruker D8 Advance model difraktometre.....	39
Şekil 3.4. JEOL JSM-6390LV SEM ve EDS Ölçüm Sistemi.....	40
Şekil 3.5. Kryostat sistemi.....	41
Şekil 3.6. Shimadzu HVM-2 Mikrosertlik cihazı.....	42
Şekil 4.1. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen MgB_2 numunelerine ait x-ışını kırınım desenleri.....	43
Şekil 4.2. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerinin düzlemine ait x-ışını kırınım pikleri.....	45
Şekil 4.3. 0,5 saatte üretilen numunelere ait SEM fotoğrafları (a) MgB_2 -05-V (b) MgB_2 -05-0B (c) MgB_2 -05-10B (d) MgB_2 -05-20B.....	50
Şekil 4.4. 1 saatte üretilen numunelere ait SEM fotoğrafları (a) MgB_2 -1-V (b) MgB_2 -1-0B (c) MgB_2 -1-10B (d) MgB_2 -1-20B.....	52
Şekil 4.5. 0,5 saatte üretilen numunelere ait EDS grafikleri (a) MgB_2 -05-V (b) MgB_2 -05-0B (c) MgB_2 -05-10B (d) MgB_2 -05-20B.....	56
Şekil 4.6. 1 saatte üretilen numunelere ait EDS grafikleri (a) MgB_2 -1-V (b) MgB_2 -1-0B (c) MgB_2 -1-10B (d) MgB_2 -1-20B.....	60

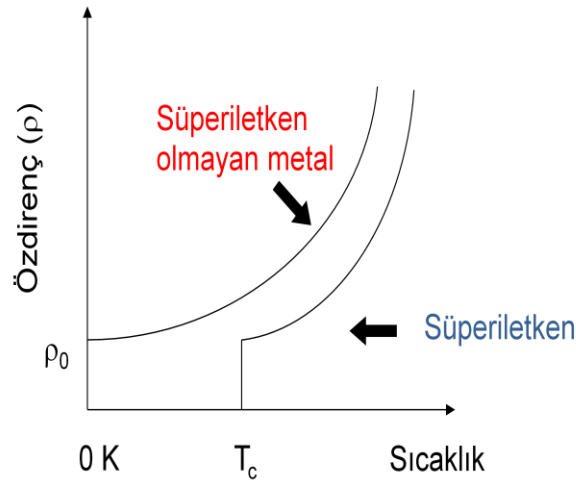
Şekil 4.7. 0,5 saatte üretilen numunelerin $\rho - T$ grafikleri (a) MgB-05-V (b) MgB-05-0B (c) MgB-05-10B (d) MgB-05-20B.....	63
Şekil 4.8. 1 saatte üretilen numunelerin $\rho - T$ grafikleri (a) MgB-1-V (b) MgB-1-0B (c) MgB-1-10B (d) MgB-1-20B.....	65
Şekil 4.9. 0,5 saatte üretilen numunelerin 0 T manyetik alan altında $\rho - T$ grafikleri.....	68
Şekil 4.10. 1 saatte üretilen numunelerin 0 T manyetik alan altında $\rho - T$ grafikleri.....	68
Şekil 4.11. MgB-05-V ve MgB-05-20B numunelerinin $\rho - T$ grafikleri.....	69
Şekil 4.12. MgB-1-V ve MgB-1-20B numunelerinin $\rho - T$ grafikleri.....	70
Şekil 4.13. 0,5 saatte üretilen numunelerin $\ln \rho/\rho_0 - 1/T$ grafikleri(a) MgB-05-V (b) MgB-05-0B (c) MgB-05-10B (d) MgB-05-20B.....	73
Şekil 4.14. 1 saatte üretilen numunelerin $\ln \rho/\rho_0 - 1/T$ grafikleri (a) MgB-1-V (b) MgB-1-0B (c) MgB-1-10B (d) MgB-1-20B.....	75
Şekil 4.15. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelerin (U_0) - H (T) grafikleri.....	77
Şekil 4.16. 0,5 saatte üretilen numunelerin 2,940 N yük altında optik iz fotoğrafları (a) MgB-05-V b) MgB-05-0B c) MgB-05-10B d) MgB-05-20B.....	79
Şekil 4.17. 1 saatte üretilen numunelerin 2,940 N yük altında optik iz fotoğrafları a) MgB-1-V b) MgB-1-0B c) MgB-1-10B d) MgB-1-20B	79
Şekil 4.18. (a) 0.5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı değişimi.....	82
Şekil 4.19. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin mikrosertliklerinin basınçla değişimi.....	83
Şekil 4.20. (a) 0.5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin elastik modülünün (E) uygulanan yüke bağlı olarak değişimi.....	85
Şekil 4.21. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelere ait Elastik modülü (E) Basınç grafikleri	86
Şekil 4.22. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelere ait Y-Basınç grafikleri.....	87
Şekil 4.23. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin Meyer kanununa göre $\ln F - \ln d$ grafiği.....	89
Şekil 4.24. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $F/d - d$ grafiği.....	92

Şekil 4.25. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin F – d grafiği.....	96
Şekil 4.26. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerde plastik deformasyonun (d_p) uygulanan yükün karekökü ($F^{1/2}$) ile değişimi.....	98
Şekil 4.27. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin F-d ² grafiği.....	101
Şekil 4.28. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $\ln(F - W_{HK})$ - $\ln d$ grafii.....	102
Şekil 4.29. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $\ln H_v - \ln(F^{5/3}/d^3)$ grafikleri.....	105
Şekil E1. Set sıcaklığı 800 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği.....	124
Şekil E2. Set sıcaklığı 840 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği.....	125
Şekil E3. Set sıcaklığı 900 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği.....	126
Şekil E4. Set sıcaklığı 950 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği.....	127

1.GİRİŞ

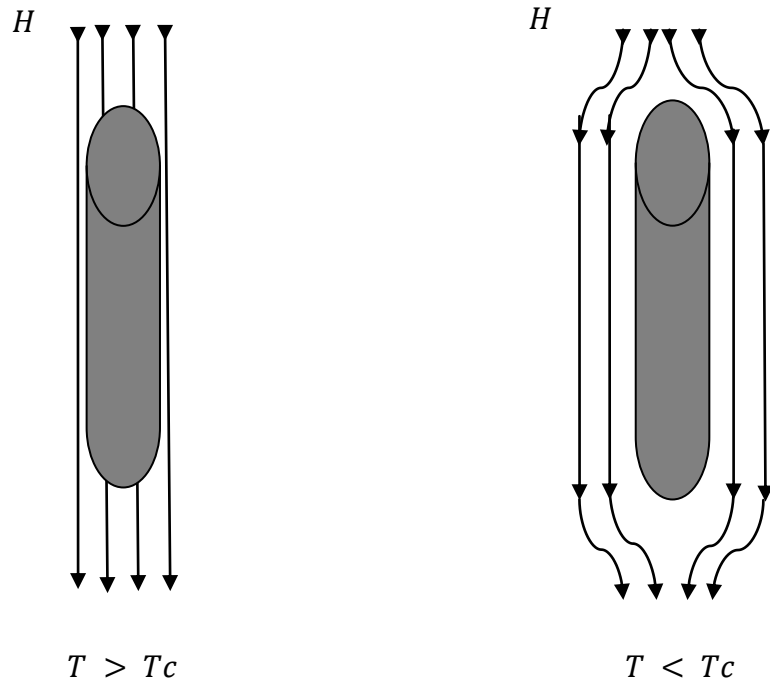
1.1. Süperiletkenliğin Kronolojik Tarihçesi

1900'lü yılların başında birçok araştırmacı, gazları yüksek basınç altında çok düşük sıcaklıklara kadar soğutarak sıvılaştırma çabası içerisindeydi. Bu çabaların bir sonucu olarak Hollandalı düşük-sıcaklık fizikçisi Heike K. Onnes helyumu – 268 (4,2 K) °C'de sıvılaştırmayı başardı. Ve çok düşük sıcaklıklarda gözlenen süperiletkenlikle ilgili çalışmalar başlamış oldu. Bu keşfin akabinde Onnes ve ekibi sıvı helyum içine batırılan metallerin davranışını incelemeye başladı ve sıvı helyum kullanılarak soğutulan cıva telden ilerleyen elektrik akımının hiçbir elektriksel dirençle karşılaşmadığını keşfettiler (Onnes, 1911). Metallerin aksine Cıva telin direncinin sıfır olması demek elektrik akımının hiçbir kayıp olmadan sonsuza kadar akması demektir. Üstelik bu direnç, öngörülenin aksine yavaş yavaş değil, Şekil 1.1'de gösterildiği gibi aniden sıfıra düşmekteydi. Materyalin kendine özgü bir kritik sıcaklığın altında elektriksel direncinin tamamen ortadan kalkması "süperiletkenlik", bu davranışı gösteren malzemeler de "süperiletken" olarak adlandırıldı (1913).



Şekil 1.1. Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzemedeki $\rho - T$ değişimi

1933 yılında süperiletkenlerin manyetik özelliklerini inceleyen alman arařtırmacılar Walther Meissner ve öđrencisi Robert Ochsenfeld; süperiletken durumda malzemelerin uygulanan bir dıř manyetik alana eřit ve zıt yönde bir i manyetik alan üreterek net alanı sıfırladıklarını keřfetti (Meissner ve Ochsenfeld 1933). Yani süperiletken durumda malzeme uygulanan dıř manyetik alanın malzeme iine nüfuz etmesine izin vermez. Süperiletken malzeme bir H_c deđerine kadar mükemmel bir iletken davranıřı olan diamanyetik özellik göstermektedir. Süperiletkenliđin diđer bir karakteristik bir özelliđi olan bu durum, ‘‘Meissner Etkisi’’ olarak adlandırıldı.



řekil 1.2. Meissner Etkisi

1934 yılında C.J Gorter ve H.B.Casimir, süperiletkenliğin bazı termodinamik ve termoelektrik özelliklerini *iki akışkan modeli* ile açıklamışlardır. Buna göre bir süperiletkendeki elektronlar; süperelektronlar ve normal durum elektronları olmak üzere iki akışkan gruba ayrılmaktadır.

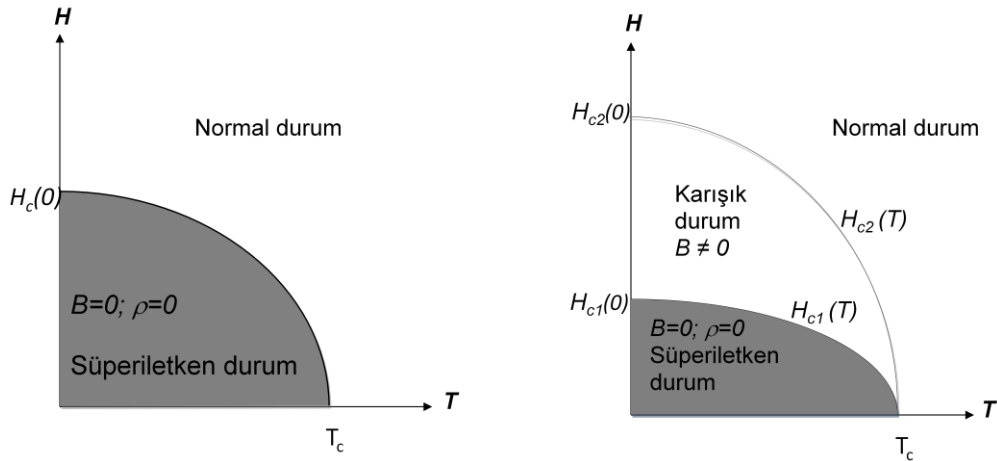
1935 yılında ise Heinz ve Fritz London kardeşler, iki akışkan modelini göz önüne alarak Meissner etkisini teorik olarak açıklamışlardır. Maxwell denklemlerinden yola çıkarak, London denklemlerini geliştirmişlerdir. Maxwell denklemleri sadece normal durum elektronlarının davranışını açıklarken London denklemleri süperelektronları da açıklamaktadır. Ayrıca London kardeşler manyetik akının süperiletken malzemeye belli bir mesafeye kadar sızabileceğini açıklayarak *nüfuz etme derinliği* (λ_L) kavramını da tanımlamışlardır (London et al., 1935).

1950 yılında Vitaly Ginzburg ve Lev Landau tarafından süperiletkenliği termodinamik yaklaşımla ele alan "*Ginzburg-Landau Teorisi*" geliştirilmiştir (Ginzburg et al., 1950). V.L. Ginzburg ve L.D. Landau, London denklemleriyle aynı ifadeye sahip olan sıcaklığa bağlı *nüfuz etme derinliğini* (λ) ve sıcaklığa bağlı eş *uyum uzunluğunu* (ξ) teorik olarak elde etmişlerdir. GL parametresi olarak bilinen κ iki uzunluk arasındaki orandır ($\kappa = \lambda/\xi$). Bu oran daha sonra Abrikosov tarafından kullanılarak malzemeler manyetik alandaki davranışlarına göre sınıflandırılmıştır. Aynı yıl içerisinde *izotop etkisi* olarak adlandırılan saf metaller için izotopik kütle arttıkça geçiş sıcaklığının düşeceği, E. Maxwell tarafından deneysel olarak (Maxwell, 1950), H. Frölich tarafından da teorik olarak gösterilmiştir (Frohlich, 1950).

Süperiletkenlik mekanizmasıyla ilgili ilk mikroskobik teori, keşfinden neredeyse 50 yıl sonra John Bardeen, Leon Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından gelmiştir (Bardeen et al., 1957). *BCS teorisi* olarak adlandırılan bu teoriye göre bir süperiletkende elektronlar fononlar aracılığıyla etkileşip çiftler halinde hareket ederler. Yani süperiletkende yük taşıyıcılar normal bir elektrondaki gibi ferdi elektronlar (e) değil; *Cooper çiftleri* ($2e$) olarak adlandırılan süperelektronlardır. BCS teorisi ilk olarak süperiletkenliği düşük sıcaklık ve düşük manyetik alanlarda

açıklamıştır fakat daha sonra teori geliştirilerek yüksek sıcaklık ve manyetik alanlar için uygun hale getirilmiştir (Gorkov et al., 1962).

Alexei Alekseevich Abrikosov ise bir dış manyetik alanda süperiletken davranışını teorik olarak incelemiştir. Ginzburg-Landau teorisinden yola çıkarak, 1957 yılında, süperiletken malzemeleri *I. Tip* ve *II. Tip* süperiletken olarak iki gruba ayırdı (Abrikosov, 1957). Buna göre G-L parametresi $k < 1/\sqrt{2}$ ise malzeme *I. Tip*; $k > 1/\sqrt{2}$ ise malzeme *II. Tip* süperiletken davranışı göstermektedir. Bu iki tip süperiletken arasındaki ana fark; uygulanan dış manyetik alana verdikleri tepkidir. *II. Tip* süperiletkenlerde *alt kritik manyetik alan* (H_{c1}) ve *üst kritik manyetik alan* (H_{c2}) olmak üzere iki kritik alanın varlığını tespit edilmiştir. Bir süperiletkene uygulanan dış manyetik alan (H_{c1}) değerinden küçükse, malzeme *I. Tip* süperiletken davranışı göstererek uygulanan manyetik alanın tamamını dışarılar. Manyetik alanın H_{c2} değerine artırılmasıyla manyetik akının bir kısmı malzeme içine sızar *vörteks* (*karma*) durumu oluşur. Alan (H_{c2}) değeri yukarısına kadar arttırılmaya devam ederse manyetik akı tamamen malzeme içine nüfuz eder ve malzeme normal duruma geçer.



Şekil 1.3. *I. Tip* ve *II. Tip* süperiletken için $H_c(T)$ bağımlılığı

BCS teorisinden sonra süperiletkenliğe ikinci mikroskopik yaklaşım 1962 yılında Brian D. Josephson tarafından gelmiştir. Josephson, süperiletken iki levha arasına ince yalıtkan bir tabaka konulursa, levhalar arasına voltaj uygulanmaksızın Cooper elektron çiftlerinin bir süperiletkenden diğerine kuantum tünelleme yaparak geçebileceğini ve doğru akım meydana getirebileceğini öngörmüştür (Josephson, 1962). Ertesi yıl, deneysel olarak da doğrulanan bu durum *Josephson Etkisi* olarak bilinmektedir. Bu prensipten yola çıkarak *Josephson eklemeleri* geliştirildi. Süperiletkenlik uygulamalarında bu sistem baz alınarak *SQUID* adı verilen cihazlar üretildi ve halihazırda tıp, jeoloji, metroloji ve elektronik alanlarında kullanılmaktadır.

Süperiletkenlik mekanizmasını hem teorik hem de deneysel olarak açıklama çabası devam derken diğer yandan birçok yeni süperiletken de keşfediliyordu. 1970'lerde ve 1980'lerde birçok süperiletken keşfedilmiştir. Fakat bilim insanları yüksek sıcaklıklarda süperiletken olan malzeme arayışı içindeydiler. Tüm bu süperiletkenlerin arasında geçiş sıcaklığı en yüksek olan 23,2 K ile Nb₃Ge idi.

1986 yılı o zamana kadar düşük sıcaklıkta gözlenen süperiletkenlik için bir dönüm noktası olmuştur. Johanne George Bednorz ve Karl Alexander Müller LaBaCuO elementlerinden oluşan bir seramiğin 35 K'de süperiletken olduğunu keşfettiler (Bednorz ve Müller 1986). Bu sıcaklık değeri BCS teorisinin öngördüğü sıcaklık değerinden çok daha yüksekti. Ertesi yıl Bednorz ve Müller'e Nobel getiren bu keşifle birlikte, yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle ilgili çalışmalar da başlamış oldu. Bu seramik sistemde La yerine Y katkılayarak elde ettikleri Y-Ba-Cu-O kompozisyonunda geçiş sıcaklığını 92 K olarak gözlendi (Chu et al., 1987). Bu keşiflerle birlikte soğutucu olarak helyumun yerine temini daha ucuz ve kolay olan sıvı nitrojen kullanılmaya başlanmıştır. Mitchel C.W, (1987); 20 K'lik T_c 'ye sahip Bi-Sr-Cu-O sistemini keşfetti. Maeda ve arkadaşları ise bu sisteme Ca ekleyerek geçiş sıcaklığı 85-110K aralığında değişen, Bi₂SrCuO_x (Bi-2201), Bi₂Sr₂CaCu₂O_x (Bi-2212) ve Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_x (Bi-2223) olmak üzere 3 farklı faza sahip BSCCO adı verilen seramik bileşiklerini sentezledi (Maeda et al., 1988).

Yüksek sıcaklık süperiletkenliği üzereine çalışmalar 120 K'lik T_c 'ye sahip Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminin keşfiyle devam etti (Hongbao et al.,1989 ; Kaneko et al.,1990) . 1993 yılında ise 5 farklı faza sahip ve normal şartlar altında geçiş sıcaklığı 134 K, yüksek basınç altında ise 164 K olan $HgBa_2Ca_n-1Cu_nO_{2n+\delta}$ sistemi keşfedilmiştir (Schilling et al 1993). Günümüzde en yüksek kritik sıcaklık Hg temelli süperiletkenlerde olup yüksek basınç altında bu değerler artırılabilir. Bilim adamlarının ise oda sıcaklığında süperiletken malzeme elde etme çabası devam etmektedir.

Tüm bu keşfedilen yüksek sıcaklık süperiletkenler tabakalı ve kompleks yapıya sahip malzemelerdir; dolayısıyla çoğu özelliğinin anlaşılması ve düzenlenmesi bir o kadar da zordur. 2001 yılında ise yüksek sıcaklık süperiletkenlik tarihinde yeni bir sayfa açacak olan MgB_2 'nin süperiletkenliği Akimitsu tarafından açıklandı (Akimitsu et al. 2001). Bu keşifle birlikte 1950'li yılların başından beri bilinen ve deneysel anlamda kullanılan MgB_2 'nin gecikmeli süperiletkenliği araştırmacılar tarafından heyecanla karşılandı. Hg temelli kompleks süperiletkenlerle karşılaştırılınca 39 K'lik nispeten düşük bir geçiş sıcaklığına sahip bu malzeme; hem tabakalı olup hem de sadece 3 atomdan oluşan basit elektronik yapısıyla vaad ettiği uygulamalar yüzünden ilgi odağı olmuştur. Ayrıca yapılan çalışmalara göre bu malzemede 20 K'de, her cm^2 'den bir milyondan fazla amperlik elektrik akımı akabilmekteydi (Takano, et al. 2001). Bu kadar yüksek akım yoğunluğunun maliyeti düşük bir malzemedan elde edilmesi teknolojik uygulamaları için büyük bir avantajdır. Ayrıca sıvı He yerine çok daha ucuz olan sıvı azot veya hidrojen bu malzeme için soğutma aşamalarında kullanılabilir. Tüm bunlara ek olarak yüksek koherens uzunluğu, düşük anizotropisi, güçlü tanecik bağlantısı bu malzemeyi pratik uygulamaları için elverişli kılar. Günümüzde hala tam olarak açıklanamayan ve geliştirilemeyen özellikleri bulunan MgB_2 üzerine çalışmalar yoğun bir şekilde devam etmektedir.

2. MAGNEZYUM DİBORAT

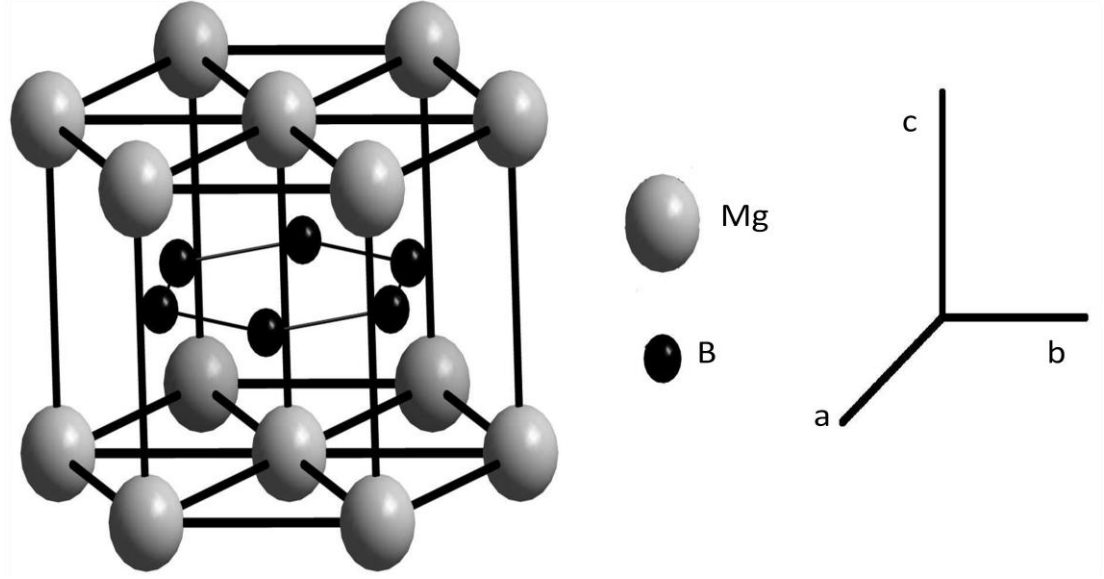
2.1. MgB₂' nin Keşfi

MgB₂ bileşiği, ilk kez 1954'te X-ışınları kırınım yöntemiyle gözlenmiştir ve aynı yıl Kaliforniya Teknoloji Enstitüsünde ilk kez sentezlenmiştir (Jones, 1954). Bu tarihten itibaren bu bileşiğin kimya alanında deneysel araştırmalarda kullanılmasına rağmen süperiletkenliği yaklaşık 50 yıl sonra ancak "kazara" keşfedilebilmiştir. Jun Akimitsu, 10 Haziran 2001'de MgB₂'nin 39 K'de süperiletken hale geçtiğini Japonya'daki "Transition Metal Oxides" sempozyumunda açıkladı (Akimitsu, 2001). MgB₂' in ferromanyetik özelliklerini incelerken tesadüfen keşfettikleri bu durum MgB₂' taki süperiletkenliğin neden 50 yıl boyunca keşfedilemediğini akıllara getirmiştir.

Günümüzde süperiletkenliğinin keşfiyle birlikte fizikçi araştırmacıların ilgi odağı haline gelen MgB₂, 50 yıl önce kimya alanında deneysel araştırmalarda kullanılıyordu. 1957'te New York'taki Syracuse Üniversitesi'nden Robinson Swift ve David White adlı iki kimyacı; diğer tabakalı yapılarda olduğu gibi MgB₂'nin özgül ısısının T^2 'ye bağlı olup olmadığını belirlemek için ölçümler gerçekleştirdiler. Elde ettikleri sonuçlara göre MgB₂'nin özgül ısısı T^2 'ye bağlılık göstermedi. Deneysel sonuçlar Journal of the American Chemical Society'de grafik olarak değil tablo olarak yayınlandı. Bu sonuçlar Akimitsu'nun 2001'deki bildirisinden sonra yeniden analiz edildiğinde 38-39 K yakınında süperiletkenliği gösteren küçük bir özgül ısı saptandı. Tüm bunlara bakarak Syracuse' deki kimyacıların verilerini grafik formunda fizikçilere gösterebilirlerdi; süperiletkenliğin tarihinin bugünkünden çok daha farklı olabileceğini söyleyebilir. Amerikalı fizikçi Paul Micheal Grant'a göre ise, CERN'deki Büyük Hadron çarpıştırıcısında niyobiyum titanyum alaşımına ihtiyaç olmayacaktı bunun yerine MgB₂ kullanılacaktı. Belki de bu malzemeden yapılan süperiletken kabloları ve rotarları kullanımda olacaktı.

2.2. MgB₂'nin Kristal Yapısı

MgB₂, diğer yüksek sıcaklık süperiletkenleri gibi tabakalı yapıya sahip bir metaldir. Kristal yapısında Mg ve B atomlarının oluşturduğu tabakalar, *c* eksenini boyunca dönüşümlü olarak sıralanmıştır. MgB₂, çoğu bor alaşımının uyduğu P6/ mmm uzay grubuna ait AlB₂ tipi basit hekzagonal yapıya sahiptir (Bueza, 2001).



Şekil 2.1. MgB₂'nin hekzagonal kristal yapısı (Larbalestier et al., 2001)

Şekil 2.1; MgB₂'nin kristal yapısını göstermektedir. Her bor tabakası grafitinkine benzer şekilde hekzagonal bir örgüye sahiptir. Sıkı paketlenmiş her bir Mg atomu ise elektronlarını bor düzlemlerine vererek bu hekzagonların (altıgenlerin) merkezine yerleşmiştir. Birim hücrede Mg için atom pozisyonları (0,0,0), bor atomları için $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{2})$ ve $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2})$ 'dir (Ivanovski, 2003; Tzeli et al., 2005). Oda sıcaklığında ölçülen örgü parametreleri ise yaklaşık

$$a = b = 3.086 \text{ \AA}$$

$$c = 3.524 \text{ \AA}$$

olarak belirlenmiştir (Bueza et al., 2001).

Hekzagonal örgüdeki bor atomları kovalent bağlıdır. Magnezyum atomları ise elektronlarını bor tabakasına verir ve böylece bor ve Mg arasında güçlü bir iyonik bağ meydana gelir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden bakır oksitlerle benzer olarak B tabakaları, malzemenin süperiletkenliğinde önemli rol oynar. *ab* düzlemindeki B atomları arasındaki mesafe *c* yönündeki mesafeden daha kısadır. Bu da anizotropik özellikleri ortaya çıkarır fakat MgB₂'de anizotropik özellikler HTSC malzemelerdeki kadar etkili değildir.

2.3. MgB₂' nin Fiziksel Özellikleri

2.3.1. Anizotropik Özellikleri

Malzemeler için farklı kristal eksenler boyunca ölçülen fiziksel parametrelerin tüm yönlerde aynı olması *izotropi*, farklı olması ise *anizotropi* olarak tanımlanır. Yani anizotropik malzemede kristografik yönlere bağımlı özelliklerin gözlenmesi beklenir.

Diğer yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde olduğu gibi MgB₂'de de tabakalı yapıdan dolayı anizotropik özellikler gözlenmesi beklenir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin çoğunda gözlenen anizotropi, tabakalı kristal yapıdan kaynaklanmaktadır. Buna karşılık düşük sıcaklık süperiletkenlerinin neredeyse tamamı izotropik davranış sergiler.

MgB₂'nin anizotropik özellikleri, bu bileşiğin süperiletkenliğinin keşfinden 50 yıl önce de biliniyordu (Russel et al., 1953; Jones et al., 1954). Yapılan çalışmalar MgB₂'nin elektronik, manyetik ve süperiletkenlik özelliklerinde bir anizotropiye sahip olduğunu gösterdi. Fakat bu bileşiğin anizotropi değerleri diğer yüksek sıcaklık süperiletkenlerine nazaran daha düşük değerdedir.

MgB₂' nin üst kritik manyetik alanı, H_{c2} değerlerinin anizotropisi üzerine yapılan ilk ölçümler sonucunda anizotropi değeri, $\gamma = \frac{H_{c2}^{ab}}{H_{c2}^c} \sim 1.7$ olarak bulunmuştur. Fakat

bu değer ölçülen malzemenin çeşidi (ince film, toz v.b), saflığı, üretim tekniklerine ve koşullarına göre değişiklik göstermektedir. Bu yüzden farklı araştırmacılar farklı sonuçlar elde etmişlerdir (Buzea et al., 2001; Angst et al., 2003).

MgB₂' nin nüfuz etme derinliği λ , koherens uzunluğu ξ , kritik akım yoğunluğu J_c gibi süperiletkenlik özellikleri ve sıkıştırılabilirlik, termal genişleme gibi normal durum özelliklerinin anizotropisi de incelenmiştir. Literatürdeki sonuçlara göre; MgB₂'nin nüfuz etme derinliği düşük sıcaklıklarda neredeyse izotropiktir ve sıcaklığın artmasıyla $\gamma_\lambda \sim 2.6$ değerine ulaşır (Kogan et al., 2002). Koherens uzunluğu ise tek kristalde *ab* düzlemi yönünde, $\xi_{ab}=68\text{\AA}$ ve *c*-ekseni yönünde $\xi_c = 23\text{\AA}$ olarak bulunmuştur (Eltsev et al., 2002). Kritik akım yoğunluğu anizotropisi ise $J_c^{ab}/J_c^c = 1.5$ olarak hesaplanmıştır (Lima et al., 2002).

MgB₂'nin örgü parametrelerinin de anizotropik olduğu bilinmektedir. Oda sıcaklığında uygulanan basıncın bir fonksiyonu olarak örgü parametrelerindeki değişim incelendiğinde, *c*-ekseni boyunca meydana gelen sıkışma, *ab* düzleminden yaklaşık olarak % 64 daha fazladır (Parassides et al., 2001; Jorgensen et al., 2001), bu da *c*-ekseni boyunca olan Mg-B bağlarının zayıflığına işaret eder. *c*-ekseni yönündeki termal genişleme (11K-279K) ise *ab* düzlemi yönündeki termal genişlemenin yaklaşık iki katıdır (Jorgensen et al., 2001). Bu durum *AlB₂-tipi* diboridler için normaldir fakat bu diboridlerin çoğu MgB₂'inki gibi yüksek anizotropi göstermez. MgB₂'deki bu anizotropi bağ kuvvetlerindeki farklılıktan kaynaklanır. B-B bağları, Mg tabakaları ile B atomlarını bir arada tutan Mg-B bağlarından çok daha güçlüdür. Bu da bu malzemede nispeten uzun bir *c*-ekseni, *c*-ekseni boyunca daha büyük bir genişleme, sıkışma ve daha yüksek bir titreşim genliğini MgB₂'nin karakteristik özelliği olarak karşımıza çıkarır.

2.3.2. Tanecik Bağlantısı

MgB₂ bileşiğinin keşfinden beri mikroyapısının tanecikli bir yapılaşma gösterdiği biliniyordu. Bu tanecikli yapı diğer metal alaşımlar arasında da yaygın olan karakteristik bir özelliktir. Böyle tanecikli yapılarda ortaya çıkan en büyük problemlerden biri; tanecik gruplarının birbirinden uzak konumlanarak tanecikler arası zayıf bağlanma özelliklerini ortaya çıkarmasıdır. Tanecik sınırlarında gözlenen zayıf bağlar süperakımın geçmesini engelleyerek malzemenin performansını etkileyen düşük J_c özelliklerini ortaya çıkarır. Diğer yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde ciddi bir sorun olarak ortaya çıkan tanecikler arası zayıf

bağlanma özellikleri MgB₂ süperiletkeninde gözlenmemektedir. MgB₂'de tanecikler, süperakımın geçmesine olanak verecek şekilde güçlü bir bağlanma sergiler (Larbalestier, et al. 2001; Kambara, et al. 2001). Bu durum, diğer yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle karşılaştırıldığında MgB₂'de gözlenen nispeten yüksek J_c 'nin nedenleri arasında sayılabilir.

MgB₂ süperiletkeninde tanecikler arası bağlantıyı etkileyen birçok parametre vardır. Düşük yoğunluğa neden olan yüksek gözenekliliğin, tanecikler arası bağlantıyı azalttığı bilinmektedir (Collings et al., 2008). Muranaka et al. 2005, malzeme yoğunluğunun artırılmasıyla tanecikler arası bağlantının arttığını ve böylece yüksek J_c elde edildiğini kaydetmiştir. MgB₂ üretiminde tanecik sınırlarında sıkça gözlenen MgO ve diğer safsızlıklar tanecik bağlantısını zayıflatarak J_c 'yi düşürür (Bueza et al., 2001; Jiang et al., 2006; Collings et al., 2008). Varilci v.d, 2009, tavlama sıcaklığının 650 °C'den 850 °C'ye artmasıyla tanecik bağlantısının ve dolayısıyla J_c 'nin arttığını kaydetmişlerdir. Kimyasal katkılamalarla da tanecikler arası bağlantının arttırılabileceği gösterilmiştir. MgB₂' ye C ve Cu katkısıyla tanecik morfolojisinin iyileştiği kaydedilmiştir (Ahn et al., 2009). Basınç ve üretim koşulları da tanecikler arası bağlantıyı etkileyen bir diğer faktördür. Sıcak izostatik presleme (HIP) (Serquis et al., 2002; Handstein et al., 2001; Gumbel et al., 2001) ve yüksek basınçta tavlama (Pradhan et al 2001; Takano et al., 2001) işlemleriyle malzeme sıkıştırılarak, tanecikler arası bağlantının artması sonucu malzemenin J_c değeri arttırılabilir.

2.3.3. Basıncın Etkisi

Basınçla, malzemelerin atomlar arası mesafeleri kısaltılarak elektronik bağlanma durumlarının değiştirilmesi suretiyle fiziksel özellikleri düzenlenebilir. Basınç, MgB₂ süperiletkeni üretme aşamasında da büyük bir öneme sahiptir. Üretim esnasında Mg'nin buharlaşmasını ve oksidasyonunu engeller ve mekanik açıdan daha yoğun yapı oluşumunu tetikler. Yüksek basınçta üretilen malzeme daha yoğundur ve genellikle daha yüksek homojenite, güçlü tanecik bağlantısı ve dolayısıyla yüksek J_c gösterir (Sinha et al., 2010; Huang et al., 2005; Serquis et al., 2001; Hsieh et al., 2006).

Yapılan deneyler MgB_2 'nin hekzagonal kristal yapısının yüksek basınçta bile değişmediğini göstermiştir (Bordet et al., 2001). Daha önce de bahsedildiği üzere; örgü parametrelerinin basınçla değişimi anizotropiktir. Basınçla c eksenini örgü parametreleri a eksenini örgü parametrelerinden %64 daha hızlı azalır. Bunun nedeni a-ekseni boyunca olan B-B bağlarının c-ekseni boyunca olan Mg-B bağlarından daha güçlü olmasıdır (Bueza et al., 2001). Basınç ile MgB_2 'nin T_c değerinin değişimi birçok grup tarafından incelenmiştir T_c üzerine basıncın pozitif bir etkisi bulunamamıştır. Çoğu çalışmada artan basınç değerleriyle T_c azalmıştır (Tissen et al., 2001; Tomita et al., 2001; Saito et al., 2001; Vogt et al., 2001; Monteverde et al., 2001; Lorenz et al., 2001; Prassides et al., 2001).

2.3.4. Sıcaklığın Etkisi

Daha önce de değinildiği üzere bir yapının fiziksel özellikleri basınç, sıcaklık, kimyasal katkı gibi süreçlerle farklı şekillerde düzenlenebilir. Yüksek kaliteli MgB_2 kristali sentezi için ısı işlem ve sinterleme sıcaklıkları önem arz etmektedir. MgB_2 için optimum ısı işlem süreci sonucu daha yoğun, optimize olmuş tanecik boyutu, daha güçlü tanecik bağlantısı gösteren dolayısıyla daha homojen bir yapı elde edilebilir. Bu da nispeten yüksek bir J_c elde edilmesini sağlar.

Her metal gibi MgB_2 metal alaşımı da sıcaklığa tepki vermektedir. MgB_2 'ye ısı verildiğinde atomlar arası bağ uzunluklarının artması sonucu kristal örgü parametrelerinde artma gözlenir. (Jorgensen et al., 2001) Sıkıştırılabilirliğe benzer olarak, termal genleşme de bir anizotropi gösterir. MgB_2 için c-ekseni boyunca gözlenen termal genleşme miktarı a-ekseni boyunca gözlenen değerinden neredeyse iki katıdır (Bueza et al., 2001). Bu durum yine düzlemler arası Mg-B bağlarının düzlem içi B-B bağlarından daha zayıf olması ile açıklanır.

2.4. MgB₂'nin Süperiletkenlik Özellikleri

2.4.1. Kritik Sıcaklık (T_c)

Bir malzemenin süperiletken olmaya başladığı sıcaklığa geçiş sıcaklığı denir. 39 K'lik geçiş sıcaklığıyla MgB₂, diğer yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle kıyaslandığında düşük; alaşımlar, saf metaller ve diğer bor alaşımlarıyla kıyaslandığında yüksek bir geçiş sıcaklığına sahiptir. Fakat intermetalik bileşikler arasında en yüksek T_c'ye sahip olan süperiletkendir. Bu yüksek T_c'nin nedeninin hafif bor atomlarının titreşim frekansı olduğu düşünülmektedir. Bu da MgB₂'de güçlü elektron-fonon etkileşiminin olduğunu doğrular.

Teknolojik ve endüstriyel uygulamaları için MgB₂'nin kritik sıcaklığının daha yüksek sıcaklıklara çekilmesi önemlidir. Bunun için yapılan kimyasal katkılar olumlu bir sonuç vermemiş aksine çoğu katkılamayla birlikte T_c'de düşüş gözlenmiştir. Mg alanına Al katkısı ve B alanına C katkısı T_c'de bir düşüş meydana getirmiş ve daha yüksek katkı oranlarında süperiletkenlik ortadan kalkmıştır (Kazakov et al., 2005; Slusky et al., 2001; Mickelson et al., 2002).

2.4.2. Kritik akım Yoğunluğu (J_c)

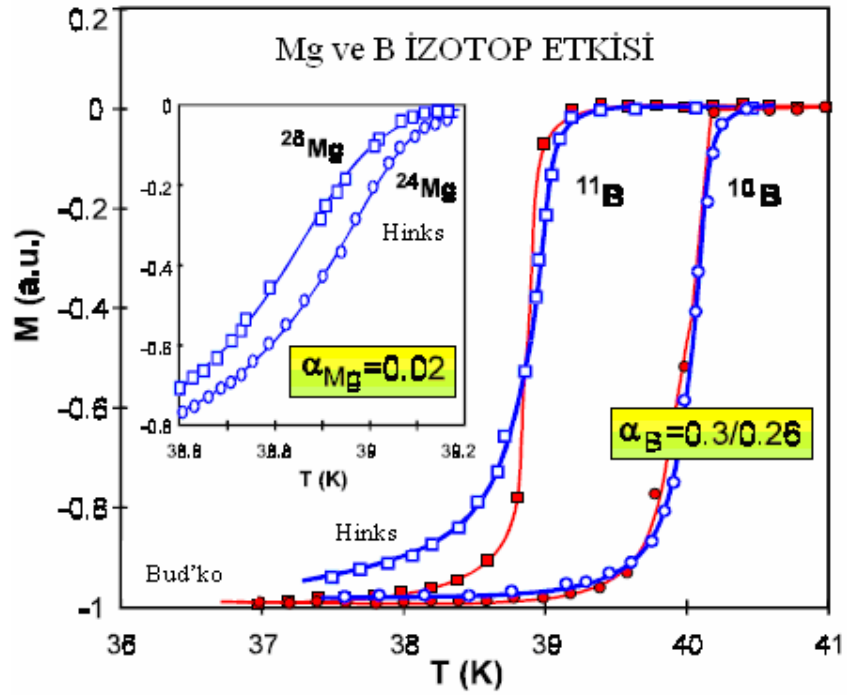
Süperiletken bir malzemenin kesit alanı başına taşıyabileceği maksimum akım değerine kritik akım yoğunluğu denir. Çoğu yüksek sıcaklık süperiletkeninde akım taşıma kapasitesini düşüren zayıf bağların MgB₂ taneciklerinde gözlenmemesi bu malzemedeki yüksek J_c'nin nedenleri arasında gösterilebilir (Larbalestier et al, 2001; Kawano et al., 2001). MgB₂'nin nispeten yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olmasına karşın, J_c manyetik alanın artmasıyla ani bir düşüş gösterir. Bunun nedeni malzemenin düşük H_{c2} değeri ve manyetik alan altında gösterdiği zayıf çivileme kuvvetidir. Bunun üstesinden gelebilmek için MgB₂'nin akı çivileme özelliklerinin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. MgB₂'nin kritik akım yoğunluğu, taneciklerin boyutu, tanecikler arası bağlantı, tavlama sıcaklığı ve süresi gibi birçok parametreye bağlıdır. Bunların dışında yapılan kimyasal katkılarının da J_c'yi büyük oranda arttırdığı çeşitli çalışmalarda kaydedilmiştir.

2.4.3. İzotop Etkisi

Teorik altyapısı ilk olarak Frönlich tarafından oluşturulan izotop etkisi çalışmalarına son halini, deneysel gözlemlerle Maxwell ve Reynolds vermiştir. *İzotop etkisi*, bir elementin farklı izotoplarının farklı kritik sıcaklıklara sahip olması olarak ifade edilir. İzotop etkisinin ölçüsü

$$T_c M^\alpha = \text{sabit} \quad (1.1)$$

olarak formülize edilmiştir. Burada T_c , kritik sıcaklık, M izotop kütlesi ve α ise izotop etkisi katsayısıdır. Bu ifadeye göre düşük kütleli elementlerde yüksek T_c gözlenmesi beklenir. Buna göre MgB_2 'de gözlenen T_c 'de Mg ve B izotoplarının kütlelerinin etkisi gözlenmesi beklenir. Yapılan çalışmalara göre B'nin izotop etkisi katsayısı $\alpha = 0,26$ (Bud'ko et al., 2001) ve $\alpha = 0,3$ (Hinks et al., 2001) olarak bulunmuştur. Mg için ise bu değer $\alpha = 0,02$ (Hinks et al., 2001) olarak elde edilmiştir. Buna göre Magnezyum atomlarının titreşimlerinin T_c 'ye etkisi, Bor atomlarınınkinin yanında çok küçüktür. Şekil 2.2; Mg ve B'nin farklı izotopları için MgB_2 'nin geçiş sıcaklığı değişimini göstermektedir.



Şekil 2.2. MgB_2 için izotop etkisi grafiği (Buzea et. al., 2001)

Grafiğe göre, B elementinin farklı izotopları T_c 'de yaklaşık 1 K'lik kayma oluştururken Mg elementinin farklı izotopları sadece 0,1'lik bir kayma meydana getirmiştir. Buradan yola çıkarak MgB_2 'de yüksek kritik sıcaklığın nedeninin Bor atomlarının düşük kütlesi olduğunu söylenebilir. Bu atomlar daha yüksek titreşim frekanslarına sahip olduklarından (izotop etkisinden dolayı), kritik sıcaklığın yükselmesine neden olurlar. Özellikle B izotopunun T_c 'ye etkisi; atom titreşimlerinin, elektronlar arasındaki etkileşimi oluşturduğunun bir göstergesidir

İzotop etkisi, süperiletkenlik mekanizması için temel testlerden biridir. Cooper çiftleniminin fononlar aracılığıyla olduğu BCS tipi süperiletkenlikte, izotop etkisi üssü 0,5 veya daha düşük olmalıdır. Yapılan çalışmalara göre MgB_2 'deki toplam izotop etkisi katsayısı, $\alpha_T = \alpha_B + \alpha_{Mg}$, yaklaşık olarak 0,3 olarak elde edilir. Bu değer 0,5'ten küçük olması MgB_2 'de süperiletkenliğin fonon etkileşimli BCS tipi olduğunu doğrulamaktadır.

2.4.4. Eş Uyum (Koherens) Uzunluğu

Eş uyum uzunluğu en genel haliyle bir süperiletkende Cooper çiftlerinin bir arada bulunabileceği mesafe olarak tanımlanabilir. Buradan yola çıkılarak bu kavram malzemede süperiletkenliğin oluşturulabildiği en küçük boyut olarak da düşünülebilir. Başka bir yaklaşım olarak konumla birlikte değişen bir manyetik alanın varlığında süperiletkenlerin enerji band aralığının (E_g) değişmemesinin bir sonucu olarak; bu bandın genişliği şeklinde ifade edilir (Cava et al., 1987). Yani normal ve süperiletken faz arasındaki bir ara seviyenin minimum genişliğinin bir ölçüsüdür. BCS teorisi çerçevesinde uyum uzunluğu ve enerji aralığı $T = 0$ 'da birbirleriyle ilişkilidir. Bu durum

$$\xi_0 = \frac{\hbar v_F}{\pi \Delta(0)} \quad (1.2)$$

Bağıntısıyla ifade edilir. Burada v_F fermi yüzeyindeki elektronların hızı, Δ enerji aralığı, \hbar Planck sabitidir. ξ_0 ise *Pippard öz uyum uzunluğu* olarak da adlandırılır ve sıcaklıktan bağımsızdır. *Ginzburg-Landau teorisine* göre ise, sıcaklık bağımlı uyum uzunluğu ile öz uyum uzunluğu arasında

$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{\ell} \quad (1.3)$$

şeklinde bir bağlantı vardır. Burada ℓ bir elektronun ortalama serbest yoludur. Eş uyum uzunluğu malzemenin saflığıyla alakalı bir parametredir. Çünkü elektronun çarpışmadan önce aldığı yol olarak ifade edilen *ortalama serbest yol* safsızlıklar yüzünden azalır bu da eş uyum uzunluğunun azalmasına neden olur. Dolayısıyla daha saf malzemelerin uyum uzunluğunun daha büyük olması beklenir.

Birçok süperiletkende olduğu gibi MgB_2 ' de de uyum uzunluğu hem ab düzlemi boyunca hem de c eksenini boyunca ölçüldüğü için anizotropiktir. MgB_2 için ab düzlemi boyunca ölçülen uyum uzunluğu $\xi_{ab} = 37 - 128 \text{ \AA}$ arasında, c- eksenini boyunca ise $\xi_c = 16 - 50 \text{ \AA}$ olarak elde edilmiştir (Handstein et al.,2001). Uyum uzunluğu değerleri malzemenin saflığına ve formuna bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Tablo 2.1'de farklı üretim koşullarında ve farklı formlarda üretilen MgB_2 süperiletkeninin ab düzlemi ve c-ekseni yönündeki koherens uzunlukları verilmiştir.

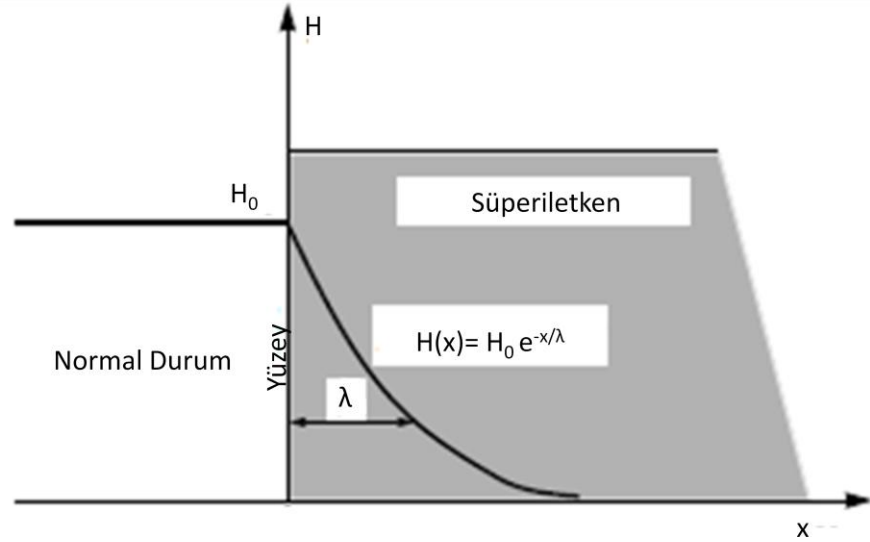
Tablo 2.1. Farklı formlardaki MgB_2 süperiletkeni için koherens uzunlukları

Form	$\xi_{ab}(0)$ (nm)	$\xi_c(0)$ (nm)	Kaynak
Bulk	5,5	5,0	(Handstein, 2001)
Yönlenmiş kristal	7,0	4,1	(de Lima, 2001)
İnce film	3,7	3,0	(de Lima, 2001)
	5,0	2,8	(Patnaik, 2001)
	5,0	2,6	(Patnaik,2001)
Tek kristal	6,1	3,7	(Jung, 2001)
	6,5	2,5	(Xu, 2001)
Toz	11,4	1,7	(Bud'ko, 2001)
	12,8	1,6	(Simon,2001)

2.4.5. Nüfuz Etme Derinliği

Süperiletken bir malzemede manyetik alanı dışarılamak üzere oluşan yüzey akımları yüzeyde ince bir tabakayla sınırlı kalmaz; aksine yüzeyden malzeme içine nüfuz ederek maddenin iç kısımlarına kadar dağılır ve daha sonra sıfıra düşer. Dolayısıyla iç bölgede manyetik alanın sıfır olmasına karşın, yüzeye yakın bölgelerde bir miktar manyetik alanın malzemeye sızdığı gözlenir. Manyetik alanın malzeme içine sızabildiği mesafeye *nüfuz etme derinliği* (λ) denir. Rose ve Innes (1977); nüfuz etme derinliğini

$$H(x) = H_0 e^{-x/\lambda} \quad (1.4)$$



Şekil 2.3. Nüfuz etme derinliğinin manyetik alanla değişimi

şeklinde ifade etmiştir. Burada dış manyetik alan numune yüzeyine paraleldir ve x , numune yüzeyinden olan uzaklıktır. Yani yüzeydeki $H(0)$ manyetik alan değeri üstel olarak azalır ve malzeme içinde sıfıra düşer, böylece malzemeye λ mesafesinde sızmış olur. Nüfuz etme derinliğinin diğer bir ifadesi ise

$$\lambda = \left[\frac{mc^2}{4\pi n_s e^2} \right]^{1/2} \quad (1.5)$$

olarak verilir (Rose-Innes, 1977). Burada m elektronların kütlesi, c ışık hızı, n_s elektron yoğunluğu, e ise elektron yüküdür. Bu ifadeden, nüfuz etme derinliğinin direkt olarak süperiletimi meydana getiren *elektron yoğunluğuna* (n_s) bağlı olduğu görülür. Süperiletimi meydana getiren elektronların da sıcaklığa bağlılığı göz önüne alınır; λ de sıcaklığa bağlı olur. Sıcaklığa bağlı λ bağıntısı ise

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(T/T_c \right)^2 \right]^{-1/2} \quad (1.6)$$

ile verilir. Bu ifadeye göre, bir metalde $T = 0$ 'da tüm iletim elektronları süperiletken halde olur. Sıcaklık (T) arttıkça ve T_c 'ye yaklaştıkça λ sonsuz olur ve numune normal hale geçer. Geçiş sıcaklığına yakın sıcaklıklardaki numunelerde mükemmel diamanyetiklik gözlenmez. Sıcaklık T_c 'nin altına düştükçe nüfuz etme derinliğindeki azalma çok hızlıdır.

Nüfuz etme derinliği (λ), üst kritik manyetik alan (H_{c2}) değerlerinden belirlenebilir. MgB_2 için, H_{c2} değerlerinden belirlenen λ değerleri 85-203 nm arasında değişmektedir (Bueza et al., 2001).

MgB_2 için nüfuz etme derinliği çalışmalarına baktığımızda alt kritik alan değerleri kullanarak hesaplanan λ değerleri 85-203 nm arasındadır. Diğer özelliklerinde olduğu gibi bu özelliğinde de anizotropi gözlenir. Tek kristallerde yapılan çalışmalar sonucu değerler $\xi_{ab} = 22 \pm 2$ ve $\xi_c = 100 \pm 10$ nm olarak elde edilmiştir (Caplin et al., 2003).

Tablo 2.2. MgB_2 'nin bazı süperiletkenlik parametreleri (Bueza et al., 2001)

Parametre	Değeri
Kritik sıcaklık	$T_c = 39 - 40 \text{ K}$
Örgü parametreleri	$a = 0,3086 \text{ nm}$ $c = 0,3524 \text{ nm}$
Teorik Yoğunluk	$\rho = 2,55 \text{ g/cm}^3$
Basınç Katsayısı	$dT_c/dP = -1.1 - 2 \text{ K/GPa}$
Taşıyıcı Yoğunluğu	$n_s = 1,7-2,8 \times 10^{23} \text{ holes/cm}^3$
İzotop Etkisi Katsayısı	$\alpha_T = \alpha_B + \alpha_{Mg} = 0,3 + 0,02$
Özdirenç ($T=T_c$)	$\rho(40K) = 0,4 - 16 \mu\Omega\text{cm}$
Özdirenç Oranı	$RR = \rho(40K)/\rho(300K) = 1 - 27$
Üst Kritik Manyetik Alan	$H_{c2//ab}(0) = 14 - 39 \text{ T}$ $H_{c2//c}(0) = 2 - 24 \text{ T}$
Alt Kritik Manyetik Alan	$H_{c1}(0) = 27 - 48 \text{ mT}$
Tersinmezlik Alanı	$H_{irr}(0) = 6 - 35 \text{ T}$
Koherens Uzunluğu	$\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12 \text{ nm}$ $\xi_c(0) = 1,6 - 3,6 \text{ nm}$
Nüfuz Etme Derinliği	$\lambda(0) = 85 - 180 \text{ nm}$
Enerji Aralığı	$\Delta(0) = 1,8 - 7,5 \text{ meV}$
Debye Sıcaklığı	$\Theta_D = 750 - 880 \text{ K}$
Kritik Akım Yoğunlukları	$J_c(4,2K,0T) > 107 \text{ A/cm}^2$ $J_c(4,2K,4T) = 106 \text{ A/cm}^2$ $J_c(4,2K,10T) > 105 \text{ A/cm}^2$ $J_c(25K,0T) > 5 \times 106 \text{ A/cm}^2$ $J_c(25K,2T) > 105 \text{ A/cm}^2$

2.5. MgB₂ Bileşiđi Üzerine Yapılan alıřmalar

Süperiletkenliđinin keřfinden beri farklı üretim yöntem ve teknikleri deneyerek; çeřitli element veya bileřik katkısı yaparak MgB₂'nin süperiletkenlik, mikroyapısal, manyetik ve elektriksel özelliklerini geliřtirmek üzere birok alıřma yapılmıřtır.

Zn, Be, Cu, Ti, Nb, Si, Li, Ni, Fe, Al, C, Co gibi elementlerin katkısı; H_c , J_c deđerlerinde bir geliřme sađlamasına rađmen, T_c 'yi genellikle daha düřük deđerlere ekmiřtir (Buzea ve Yamashita, 2001). Fakat sadece Zn elementi katkısında T_c 'de küçük bir artış gözlenmiřtir.

Yapılan katkılar arasında C, SiC, B₄C ve hidrokarbonlar gibi C-temelli yapılar ve nano boyuttaki SiC en yüksek J_c ve H_c deđerleri elde edilmiřtir. (Collings et al., 2008; Jiang et al., 2006; Dou et al., 2006; Dou et al., 2007; Yeoh et al., 2007; Bhatia et al., 2005)

Dou et al., (2002), Jung et al., (2009); Kovac et al., (2009); MgB₂'ye SiC katkısı yaparak başarılı sonuçlar elde etmiřlerdir. Elde edilen sonuçlara göre, bu bileřiđe Si ve C katkısının, bu elementlerin atom yarıaplarının B'nin atom yarıapına yakınlıđı nedeniyle T_c 'deki düřüşü azalttıđı söylenebilir.

Chou et al., (2004), MgB₂ ince filmlere Au kaplamasının etkisini arařtırmıřlardır. Au filmlerin iyi termal iletkenliđinin MgB₂'nin termal kararlılıđına yardımcı olabileceđini düşünmüřlerdir. Au ince filmin kalınlıđını arttıa J_c 'nin arttıđını kaydetmiřlerdir.

Delfany et al., (2004); MgB₂ üzerine Al₂O₃ katkısının etkilerini incelemiřleridir. Al₂O₃ miktarının artmasıyla birlikte MgO safsızlıđının da arttıđını ve böylece J_c 'de azalma meydana geldiđini gözlemlemiřlerdir.

Shen et al., (2005); Bi-2212 katkısıyla bulk polikristal MgB₂'nin J_c deđerinin önemli derecede arttıđını buldular. Mikroyapısal analizler, küçük bir miktar Bi-2212 yapısının Cu₂O yapısına bozunduđunu, geri kalan Bi-2212 paracıklarının ise MgB₂ yapısında kaldıđını gözlediler. Ve tüm bunların etkin akı ivileme merkezi olarak davrandıđını saptadılar.

Aksan M.A. vd., (2004); 0, 0,45 ve 1 T manyetik alan altında hazırladıkları MgB₂ Numunelerin mikroyapısal ve elektriksel özelliklerini incelemiştir. XRD sonuçlarından manyetik alan ile birlikte pik şiddetlerinde bir artış gözlenmiş ve uygulanan manyetik alan ile tanecikli yapının daha düzenli bir hale geldiği ortaya çıkmıştır. T_c ve J_c değerleri de manyetik alandan olumlu yönde etkilenmiştir.

Tissen et al., (2001); 28 GPa'a kadar basınç altında üretilen MgB₂ numunelerinin T_c davranışını incelemiştir. Uygulanan basıncın artmasıyla T_c değerlerinde azalma gözlenmiştir.

Jung et al., (2001), tavlama sıcaklığının (500 °C, 700 °C, 800 °C, 950 °C) yüksek basınç (3 GPa) altında bulk formunda üretilen MgB₂ üzerine etkilerini araştırmışlardır. Isıl işleme tabi tutulmayan MgB₂'nin süperiletkenlik özelliklerinin zayıf olduğu; tavlama sıcaklığı arttıkça süperiletkenlik özelliklerin önemli derecede arttığını tespit etmişlerdir. 800 °C ve üzerinde en iyi geçiş ve manyetik özellikleri saptamışlardır.

Lorenz et al., (2001); MgB₂'nin T_c değerleri üzerine yüksek basıncın etkisini teorik olarak incelemiştir. Basıncın artmasıyla T_c 'nin azalacağını öngörmüşlerdir. Ayrıca bu sonuçtan MgB₂'nin süperiletkenliğinde elektron-fonon etkileşmesinin önemli bir rol oynadığını belirtmişlerdir.

Jorgensen et al., (2001); MgB₂'nin örgü parametrelerinin sıcaklık (11 K-273 K) ve basınçla (0,62 GPa' a kadar) değişimini incelemiştir. a ve c örgü parametrelerinin, sıcaklıkla arttığı ve basınçla azaldığını belirtmişlerdir. Bu değişimin diğer boridlere oranla daha büyük bir anizotropi sergilediğini gözlemlemişlerdir. c-ekseni termal genişlemesinin ve sıkıştırabilirliğinin a ekseninden daha fazla olduğunu kaydetmişlerdir.

Eltsev et al., (2002); tek kristal MgB₂'de elektronik anizotropiyi incelemişlerdir. Sonuçlara göre üst kritik manyetik alan anizotropi oranını T_c değerine kadar $\gamma = H_{c2}^{ab}/H_{c2}^c = 2,2$; 30K ve yukarısında 3 olarak belirlemişleridir. Koherens uzunluğunu $\xi_{ab} = 68\text{\AA}$ ve $\xi_c = 23\text{\AA}$, elektronik ortalama yolu ise $l_{ab} = 240\text{\AA}$, $l_c = 60\text{\AA}$ olarak belirlemişlerdir.

Li et al., (2001); paslanmaz çelik altlık kullanarak ürettikleri MgB₂ ince filmlerinin süperiletkenlik özelliklerini incelemişlerdir. MgB₂ ince filmlerin 660 °C'ye kadar ısıtılma işlemi tabi tutulmasıyla ve oda sıcaklığına hızlı soğutulmasıyla üretilebileceğini belirtmişlerdir. Tüm MgB₂ yapısının % 10'nun MgO safsızlığı olduğunu saptamışlardır. Fakat 800 °C'de 4 saat ısıtılma işlemi tabi tutulan numunede MgO'nun yanında MgB₄ safsızlığına da rastlamışlardır. Hızlı üretime tabi tutulan numunelerde daha iyi tanecik bağlantısı ve 8×10^4 değerinde bir J_c değeri gözlemişlerdir.

Zhang et al., (2006); % 2,5 – 15 ZrBr₂ katkılı MgB₂/Fe bantları in-situ powder-in-tube metoduyla üremişlerdir. Katkısız numuneye kıyaslandığında % 10 katkılı numunenin J_c değerinde önemli bir artış gözlenmiştir. Fakat T_c değerinde bir düşüş kaydedilmiştir. J_c'deki bu artışın nano skaladaki birikmelerin veya ZrBr₂ katkısıyla meydana gelen kusurların etkin akı çivileme merkezi olarak davranmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Vajpayee et al., (2011); nano(n)-SiC katkılı bulk MgB₂ üzerine sıcaklığın etkisini incelemişlerdir. MgB₂+(n-SiC)_x x= 0,0; 0,05; 0,10 kompozisyonunda hazırlanan numuneler 850, 800, 750 ve 700 °C'de ısıtılma maruz bırakılmıştır. Yüksek J_c ve H_{c2} gibi süperiletkenlik özelliklerine sahip n-SiC katkılı bulk MgB₂ üretmek için optimum değer 750 °C olarak olduğu belirlenmiştir. C- yerdeğiştirmesi H_{c2} değerinin artmasından sorumlu olurken; düşük sıcaklık sentezi daha küçük tanecik boyutu ve kusurlardan kaynaklanan yüksek J_c'den sorumlu olduğunu ifade etmişlerdir.

Yamamoto et al., (2006); bulk MgB_2 'nin akı çileme özellikleriyle kristalinitesi (crystallinity) arasındaki ilişkiyi incelemiştirler. Yüksek manyetik alan yüksek akı çivileme özellikleri gösteren numunelerin düşük kristallik gösterdiğini gözlediler. Örgüdeki zorlanma ve kusur kaynaklı artan safsızlık saçılmaları yüzünden kristalleşmede meydana gelen kötüleşmenin tanecik sınırlarındaki akı çivileme özelliklerini arttırdığını belirtmişlerdir. Ayrıca düşük sıcaklık sentezi ve C-substitution, yüksek manyetik alan altında yüksek J_c özellikleri göstermesine neden olacak kötüleşmiş kristaliniteye neden olduğu doğrulamış oldular.

Zhao et al., (2009); 5 'ten 30 s^{-1} 'e kadar değişen ısıtma oranlarının bulk MgB_2 'nin mikroyapısal ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkilerini incelemiştirler. 5 'ten 20 s^{-1} 'e kadar yüzey morfolojilerinde farklılık gözlenmesine rağmen numunelerin tanecik boyutunda herhangi bir değişiklik gözlenmemiştir. Tanecik boyutunda değişim 30 s^{-1} oranında gözlenmiştir. En yüksek J_c değeri ise 5 s^{-1} oranında gözlenmiştir. Bu sonuca göre en iyi tanecik bağlantısı düşük sıcaklıklarda gözlenmektedir. 30 s^{-1} oranında yani yüksek sıcaklıklarda ise Mg'nin buharlaşmasının numunede büyük boşluk ve safsızlık yaratarak tanecik bağlantısının etkilenmesine yol açtığını kaydetmişlerdir.

Matsumoto et al., (2002); tavlama sıcaklığı ve zamanının MgB_2 /paslanmaz çelik şerit ve kabloların J_c özellikleri ve mikroyapısı üzerine olan etkilerini incelemiştirler. Kablo ve şeritler PIT metodu ile farklı tavlama sıcaklığı ve zamanlarında üretilmiştir. J_c 'de artış $400\text{ }^\circ\text{C}$ ile $800\text{ }^\circ\text{C}$ aralığı ve yaklaşık 1 s 'lik kısa bir süre boyunca tavlama gözlenmiştir. Mikroyapı incelemeleri, J_c 'deki artışın MgB_2 tanecik bağlantısının artmasıyla gerçekleştiğini göstermiştir.

Wu et al., (2003); yoğun ve süper iletken bulk MgB_2 üretmek için optimum sentez koşullarını araştırmışlardır. Deneysel sonuçları tavlama sıcaklığının $800\text{-}850\text{ }^\circ\text{C}$ ve $0,5$ saat olarak belirlemişlerdir. Ayrıca T_c değerlerinin tavlama koşullarına bağlı olduğunu ve $1,5$ saatten kısa sürelerde üretilen numunelerde daha yüksek T_c elde edildiğini öne sürmüşlerdir. Daha uzun tavlama süresinin ise daha fazla safsızlık fazı oluşturabileceğini ve artık direnç oranını arttırabileceğini belirtmişlerdir.

Yamamoto et al., (2007); TiC ve SiC katkılarının tanecik boyutunun bulk MgB₂'nin J_c ve mikroyapısı üzerine etkisini araştırmışlardır. XRD sonuçlarına göre nano-boyutlu TiC ve SiC'nin Mg ve B ile olan reaktivitesi mikro-boyutlu TiC ve SiC'nin reaktivitesinden çok daha fazladır. Yüksek manyetik alanda yüksek J_c eldesi nano-boyutlu TiC ve SiC katkılarında sağlanmıştır. Ayrıca TiC katkısının MgB₂'nin tanecik boyutunu azaltarak tanecik sınırlarının güçlendirilmesi suretiyle akı çivilemesini arttırdığı bulunmuştur. Buradan safsızlık katkılamalarının MgB₂'nin kritik akım özelliklerine etkisinin tanecik boyutundan önemli derecede etkilendiği sonucuna ulaşmışlardır.

Katsura et al., (2007); nadir toprak oksitlerinin (REO_y: RE= La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb ve Lu) MgB₂'nin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Eklenen çoğu katkının RE = La–Gd–Yb için REB₆ ve RE = Tb–Tm–Lu için REB₄ şeklinde safsızlık fazına dönüştüğü saptamışlardır. Ayrıca Lu katkısıyla c-ekseni uzunluğunun 5,523'ten 3,533'e arttığını gözlemlenmiştir. T_c değeri ise en çok Yb-katkılı numunede olmak üzere Sm, Eu, Gd, Tm katkılarında da düşmüştür.

Shcherbakova et al., (2007); 750 °C'de 1 saatte ürettikleri saf ve SiC katkılı bulk MgB₂ bileşiği üzerine oda sıcaklığına soğutma oranlarının(0 sa,0,3 sa; 14sa; 25 sa) etkilerini incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre soğutma oranının 0'dan 25 saate artmasıyla tanecik boyutunun yaklaşık 10 kat arttığını gözlemişlerdir. Saf MgB₂ numunesi için soğutma oranının 0'dan 25 saate artmasıyla örgü zorlanmalarının azaldığını tespit etmişlerdir. Ayrıca özellikle SiC katkılı numuneler için soğutma oranı arttıkça meydana gelen Mg₂Si gibi safsızlıkların miktarının arttığını gözlemlemişlerdir. Sonuç olarak MgB₂'nin diğer yüksek sıcaklık süperiletkenleri gibi soğutma oranının çok hassas olmadığını fakat optimum koşullarda saf ve SiC kablo ve şerit üretebilmek için bu oranın göz önüne alınması gerektiğini vurgulamışlardır.

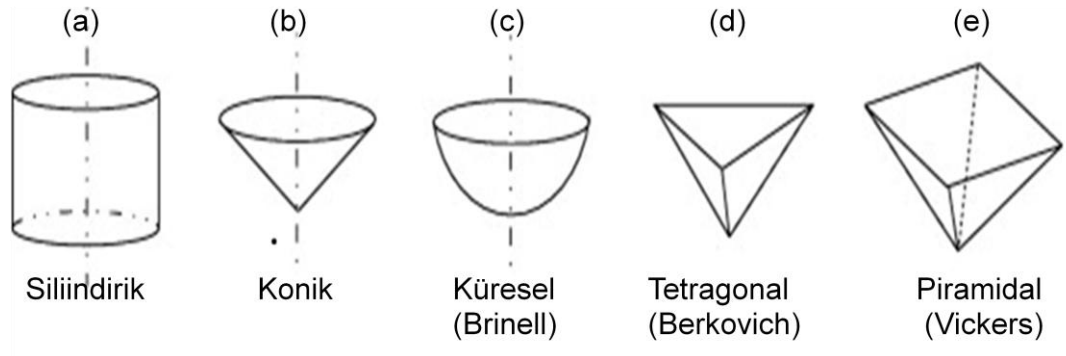
2.6. Mekanik Özellikler

Bir malzemenin uygulanan mekanik yük karşısında gösterdiği tepki mekanik özelliklerini oluşturur. Mekanik özellikler temel olarak malzemenin atomlar arası bağ özelliklerinden kaynaklanır. Bir malzemenin çeşitli alanlardaki pratik uygulamaları için önemli bir rol oynayan mekanik özellikler; yapısal, fiziksel ve kimyasal özelliklerle yakından ilişkilidir. Son yıllarda malzeme bilimlerindeki gelişmelerin etkisiyle araştırmacılar mekanik özellikleri düzenleme ve geliştirmeye yönelik çalışmalara hız vermişlerdir. Bir malzemenin çeşitli üretim süreçleri ve işlemleriyle yapısal ve fiziksel özellikleri; farklı element ve bileşik katkılarlarıyla kimyasal özellikleri düzenlenebilmektedir. Başlıca mekanik özellikler; *çekme/basma (tensile/compression)*, *darbe (impact)*, *kırılma (fracture)*, *yorulma (fatigue)*, *sürünme (creep)* ve *sertlik (hardness)* olarak sıralanabilir. Bu özellikler arasında sertlik, bir katının mikroskopik skalada mekanik özelliklerini belirlemede en önemli parametrelerden biridir.

2.6.1. Sertlik

Sertlik, en basit haliyle, bir malzemenin yüzeyine batırılan sert bir cisme verdiği tepki olarak tanımlanabilir. Sertlik ilk bakışta yapısal bir özellik olarak görünse de bir malzemenin spesifik bir amaç için kalitesini ve kullanılabilirliğini belirleyen belli başlı parametrelerden biridir. Sertlik; artık endüstride sıkça kullanılan süperiletken malzemelerin ham halden istenilen forma (tel, bant, film) getirilmesi sürecinde mekanik özelliklerini belirleyen pratik bir kalite kontrol aracı olmuştur.

Malzemelerin sertliğini belirlemek için birçok deneysel yöntem ve teknik vardır. Bunların arasında *çentme sertlik testi* en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Özellikle bulk ve ince film formunda kristal malzemelerin sertlik testlerinde bu yöntem sıkça başvurulur. Geliştirilen sayısız çentme yöntemi arasından *Brinell testi*, *Rockwell sertlik testi*, *Vickers sertlik testi*, *Knoop sertlik testi* ve *Berkovich sertlik testi* en yaygın kullanılanlarıdır. Prensip olarak aynı olan bu çentme sertlik testleri; batıcı ucun geometrisine, uygulanan kuvvetin büyüklüğüne ve oluşan izin analizine göre birbirinden ayrılır.

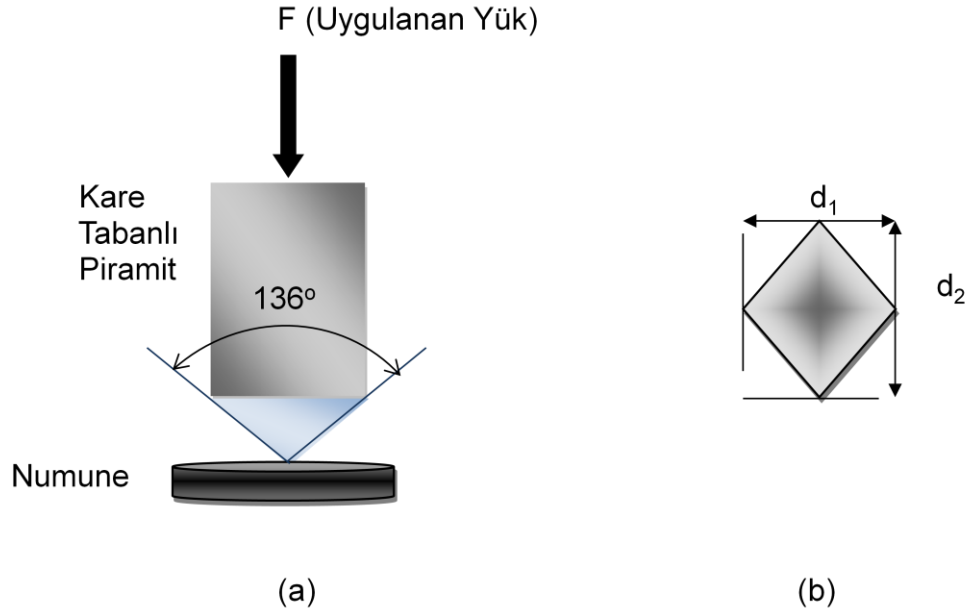


Şekil 2.4. Farklı geometrik şekillerdeki çentici uçları

Malzemenin cinsine, boyutuna, hacmine, şekline göre farklı testler kullanılabilir. Farklı geometrik şekillere sahip çentici uçları Şekil 2.3'te verilmiştir. Bunlar arasında kare piramit formunda elmas uca sahip Vickers Mikrosertlik Testi, en sık kullanılan yöntemlerden birisidir.

2.6.1.1. Vickers Mikrosertliği

Vickers mikrosertlik testi 1925 yılında İngiltere'de Brinell sertlik testine alternatif olarak geliştirilmiştir. Bu yöntem diğer sertlik testleri arasında en zahmetli aynı zamanda en hassas sonuç veren yöntemlerdendir. Vickers sertlik testi prensip olarak Brinell testine benzemesine rağmen mikrosertliği belirlemesi açısından diğerlerinden ayrılır. Diğer sertlik testleriyle ölçülemeyecek kadar hassas ve ince olan küçük malzemelerin mikroskobik boyutta sertlik analizinde oldukça yararlıdır.



Şekil 2.5. (a) Vickers çentici (b) İzin diagonal boyu

Vickers Sertlik testinde batıcı uç kare piramit formunda olup elmastan yapılmıştır. Piramidin tepe yüzeyleri arasındaki açı 136° 'dir (Şekil 2.5 (a)). Elmas piramit belli bir kuvvetle (yükle) malzeme yüzeyine bastırılıp kaldırıldıktan sonra yüzeyde oluşan dikdörtgen şeklindeki izin (Şekil 2.5 (b)) köşegenleri mikroskopla ölçülür. Vickers sertlik değeri (H), uygulanan yük ile oluşan izin köşegenlerinin ortalamasının karesinin oranıdır ve

$$H_v = 1854,4 \frac{F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2} \quad (1.7)$$

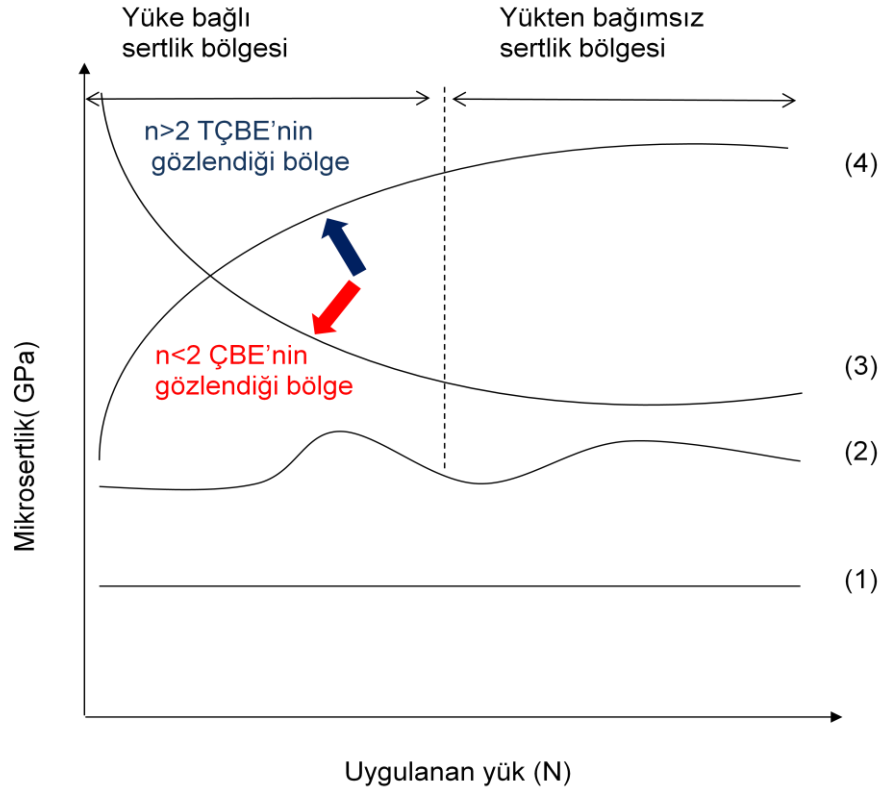
bağıntısı ile hesaplanır. Burada F uygulanan yük değeri, d ise köşegen uzunluklarının ortalamalarının karesidir.

Bu yöntem sertlik hesabının çentici boyutundan bağımsız olması nedeniyle diğer testlerden ayrılır. Ayrıca batıcı ucun bilinen en sert malzeme olan elmastan yapılması

sebebiyle, her sertlikte malzemelere uygulanabilir. Kuvvet seçiminde malzeme kriteri yoktur. Narin malzemelere çok küçük yüklerde dahi sertlik ölçümü yapılabilir.

2.6.1.2. Sertliğin Yükü Değişimi

Vickers Sertlik bağıntısına bakılırsa katılarda sertlik değerinin uygulanan yükü değişeceği net olarak görülebilir (F/d^2). Sertliğin uygulanan yükü değişmesi deney koşullarına ve malzeme çeşidine göre farklılık göstermektedir. Literatürde sertliğin yükü değişimi 4 farklı şekilde kaydedilmiştir. Bunlar; uygulanan yük karşısında sertliğin azalması, değişmemesi, artması ve maksimum ve minimum göstererek dalgalı bir davranış sergilemesidir (Şekil 2.4).



Şekil 2.6. Mikrosertliğin uygulanan yükü değişimi

Sertliğin uygulanan yükü azalması malzemeler arasında en sık rastlanan sonuçtur ve yükü birlikte sertlik değerlerinde azalma gözlenir. Belli bir yük değerinden sonra sertlikteki değişim çok küçük olur ve sertlik yükten bağımsız özellik gösterir (Şekil 2.3,1). Bu davranış *Çentik Boyut Etkisi (ÇBE)* olarak adlandırılmıştır. Malzemelerde en sık gözlenen davranış olan ÇBE davranışıyla ilgili literatürde birçok çalışma bulunmaktadır (Şahin vd., 2009; Sangwall et al., 2002; Graaf et al., 2004).

Sertliğin uygulanan yükü artması ise *Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE)* olarak adlandırılır ve yüksek bir yük değerinden sonra değişim ihmal edilecek kadar az olur (Şekil2.3, 2). TÇBE davranışının henüz tam olarak açıklanamamasıyla birlikte bunun çentideki bir kusurdan veya çentme süresinde meydana gelen çatlama ve yarıklardan kaynaklanabileceği düşünülmektedir. ÇBE davranışı kadar sık olmamasına karşın bu davranışla alakalı çalışmalar literatürde mevcuttur (Sangwal et al., 2000; Gong et al., 2001, Basu et al., 2009).

Bazı malzemelerde ise uygulanan yükü sertlik maksimum ve minimum noktalarına ulaşır (Şekil2.3,3). Bu tür davranış nadir olmakla birlikte bazı organik kristallerde (Marwaha et al., 1988) ve bazı polimerik (Bajpai et al, 1986) malzemelerde gözlenmiştir.

Uygulanan yükü sertlikte bir değişme gözlenmemesi (Şekil2.3,4) ise ideal bir malzeme davranışdır ve yalnızca birkaç malzeme gözlenmiştir (Constantinidis et al., 1988; Ascheron et al., 1989).

2.6.1.3. MgB₂'nin Mekanik Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

MgB₂ bileşiğinin süperiletkenliğinin keşfiyle (Akimitsu, 2001) birlikte araştırmacıların ilgisi bu malzemenin süperiletkenlik özelliklerine kaymıştır. Fakat bunun yanında, bu bileşiği pratik uygulamalarda optimum verimle kullanabilmek için, mekanik özelliklerinde çeşitli düzenlemeler yapmak kaçınılmaz olmuştur. Bu amaçla, farklı üretim metot ve teknikleri deneyerek, çeşitli element ve bileşik katkılarını yapılarak MgB₂ süperiletkeninin başta sertlik olmak üzere diğer mekanik özellikleri incelenmiştir.

Kölemen (2006), bulk formundaki MgB₂ süperiletkenin sertliğindeki ÇBE davranışını, çeşitli modellerle (Meyer Kanunu, Hays-Kendall Yaklaşımı,

Elastik/Plastik Deformasyon Modeli, Orantılı Numune Direnci Modeli, Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli) incelemiştir. Üretilen MgB_2 'nin mikrosertliğini incelemek için en uygun modelin MPSR modeli olduğunu tespit etmiştir.

Gümbel et al., (2002); mekanik alaşımlama tekniğiyle ürettikleri nanokristal MgB_2 bulk süperiletkeninin tanecik boyutunun nano-seviyelere düşürülmesiyle tanecik sınırı sayısının artması suretiyle mekanik özelliklerinin geliştiğini belirtmişlerdir. Akı çivileme merkezi olarak davranış gösteren tanecik sınırları daha yüksek J_c elde edilmesine sağlamıştır.

Prikhna et al., (2007); farklı element katkılarıyla yüksek basınçta ve yüksek sıcaklıkta ürettikleri MgB_2 süperiletkeninin Vickers sertliğini incelemiştir. 4,9 N yük altında katkısız numunenin sertliğini 12 ± 1.39 GPa, %10 Ta katkısıyla 13.08 ± 1.07 GPa, % 2 Ti katkısıyla 12.1 ± 0.08 GPa olarak hesaplamışlardır. Ayrıca kırılma dayanımını 148.8 N yük altında katkısız numune için $K_{IC} = 4.4 \pm 0.04$ MPa $m^{0.5}$; % 10 Ta katkısı için $K_{IC} = 7.6 \pm 2.0$ MPa $m^{0.5}$ olarak belirlemişlerdir.

Güçlü (2006); PIT metoduyla üretilen Ti-katkılı (%0, % 5 ve % 10) MgB_2/Cu süperiletken kabloların mekanik özelliklerini dinamik ultra-mikroçentme tekniğiyle incelemiştir. Vickers çentici ucu kullandıkları bu metotta sertliğin (H) ve elastik modülünün (E) Ti katkısıyla arttığını kaydetmişlerdir.

Kitaguchi et al., (2001); PIT metoduyla ısıtılmış ürettikleri MgB_2 /stainless steel süperiletken şeritlerin kritik akımının (I_c) üzerine mekanik zorlamanın (strain) etkilerini incelemiştir. Mekanik zorlamanın sıfırdan % 0.4'e kadar artmasıyla I_c 'de lineer bir artış gözlemlenmiştir. Bu da MgB_2 /stainless steel iletkenlerin mekanik bir zorlanmaya maruz kalsa da pratik uygulamalarda başarılı bir şekilde kullanabileceğini gösterir.

Dancer et al., (2008); hazır MgB_2 tozu kullanarak 200-1100 °C aralığında 1 saatlik ısıtma işlemi süresinde üretilen bulk ve kablo formunda MgB_2 süperiletkeninin Vickers mikrosertliğini incelemiştir. Isıtma işlemi sıcaklığının 200 °C'den 1100 °C'ye artmasıyla numunelerin sertliğinin arttığını kaydetmişlerdir.

Gorur et al., (2009); bulk formundaki MgB_2 süperiletkeninin mekanik özellikleri üzerine tavlama sıcaklığının etkisini araştırmışlardır. Tavlama sıcaklığının 650

$^{\circ}\text{C}$ 'den 850°C 'ye artmasıyla mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı gibi mekanik özelliklerin arttığı 950°C 'den sonra ise azalmaya başladığını tespit etmişlerdir. Ayrıca MgB_2 süperiletkeninin sertliğinin YBaCuO ve Bi(Pb)SrCaCuO gibi diğer HTSC'lerden daha büyük olduğunu belirtmişlerdir.

Doğruer et al., (2012); farklı ısı işlem sürelerinin (0.5 , 1 , 1.5 ve 2 sa) Cu difüze edilmiş MgB_2 süperiletkenin mekanik özellikleri üzerine etkilerini araştırmışlardır. Deney sonuçlarına göre Vickers mikrosertlik değerlerinin ısı işlem süresine bağlı olduğunu ve ÇBE davranışı sergilediğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca ısı işlem süresinin 0.5'ten 2 saate artmasıyla elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı gibi mekanik özelliklerin azaldığını kaydetmişlerdir.

Goldacker et al., (2002); ex-situ tekniği ve PIT metoduyla $900-950^{\circ}\text{C}$ aralığında ürettikleri MgB_2 süper iletken kablolarının mekanik özellikleri üzerine üzerine ısı işlemin etkilerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda ısı işlem görmüş kabloların soğuk işlem görmüş kablolardan oldukça farklı mekanik özellik sergilediğini ve akım taşıma kapasitesinin yaklaşık 10 kat fazla olduğunu belirtmişlerdir.

3. MgB₂ ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE KARAKTERİZASYONU

3.1. MgB₂ Süperiletkeni Üretim Yöntemleri

3.1.1. Katıhal Tepkime Yöntemi

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini üretmede en çok kullanılan yöntem olan katıhal tepkime yöntemi hem kolay hem de maliyeti düşük bir süreçtir. Bu özelliğinden dolayı MgB₂ süperiletkenini üretmede de en çok tercih edilen yöntemlerdendir. Başlangıç olarak %99,9 saflıkta Mg tozu ile %99,9 saflıktaki amorf B tozu stokiometrik kompozisyonda argon atmosferinde karıştırılarak homojen karışım elde edilir. Magnezyum, aktif metalik özelliklerinden dolayı, havadaki O₂ ile hemen tepkime verip malzemenin oksitlenmesine neden olmaktadır. Bunu engellemek için malzemelerin glow-box'ta karıştırılması saf malzeme eldesi için çok önemlidir. Toz karışım daha sonra uygun basınç altında pelet (tablet) haline getirilir Ar gaz ortamında yaklaşık olarak 600–900 °C aralığında değişen bir sıcaklıkta ve belirlenen bir süre içinde ısıtılma tabi tutulur. Isıl işlem sürecinde de bulk MgB₂ ile O₂ etkileşmesini ve 650 °C'de buharlaşmaya başlayan Mg'nin kaybını önlemek için, malzeme Ta veya Mo folyoya sarılmalıdır. Isıl işlem sonunda numune oda sıcaklığına yavaşça soğutulur. Bunun nedeni tabletlerin yüksek sıcaklıklarda ısıtılma işleminden sonra malzeme içinde iç zorlanmalar meydana geleceği için oluşabilecek mikro-çatlakların önlemektir.

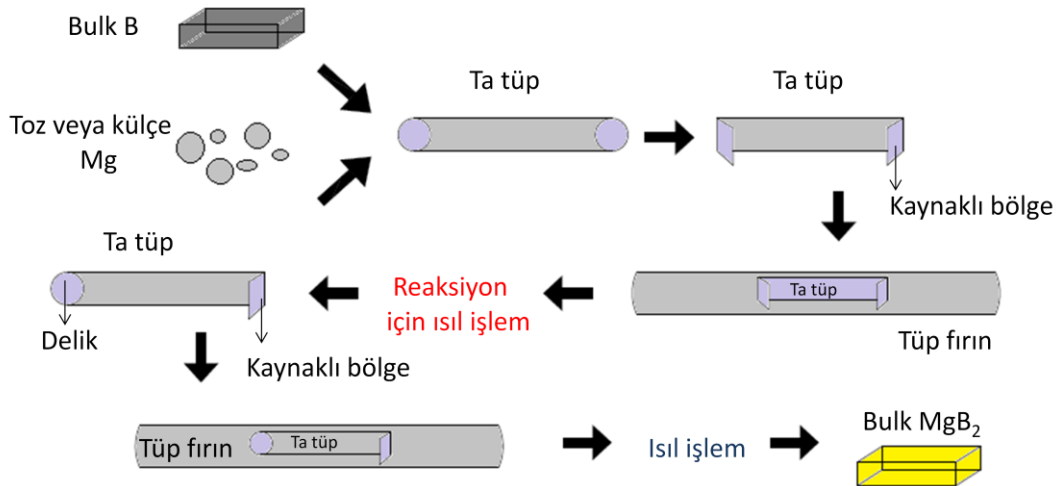
3.1.1.1 In-Situ Ve Ex-Situ Reaksiyon Yöntemi

In-situ ve Ex-situ reaksiyon metodu katıhal tepkime metodunun özel bir hali olmakla birlikte prensip olarak aynıdır. *In-situ* reaksiyon yönteminde saf Mg ve B tozları stokiometrik oranlarda agat havanda karıştırılır ve elde edilen homojen toz karışım preslenerek bulk formuna getirilir. Bulk malzeme Fe tüp içine konur ve 600- 1000 °C sıcaklık aralığında değişen farklı sıcaklıklarda ısıtılma tabi tutulur. Isıl işlem süresi birkaç dakikadan 2 saate kadar değişebilir. Isıl işlem Ar atmosferinde ortam basıncında ve tüp fırın kullanılarak gerçekleştirilir. Isıl işlem sonrasında ise malzeme oda sıcaklığına kademeli soğutulularak süreç tamamlanır. *Ex-situ* reaksiyon yöntemi

için ise piyasadan hazır olarak temin edilmiş MgB_2 tozu kullanılır ve ex-situ reaksiyon işlemi için yukarıda saydığımız işlemler tekrarlanır

3.1.2. Mg Difüzyon Yöntemi

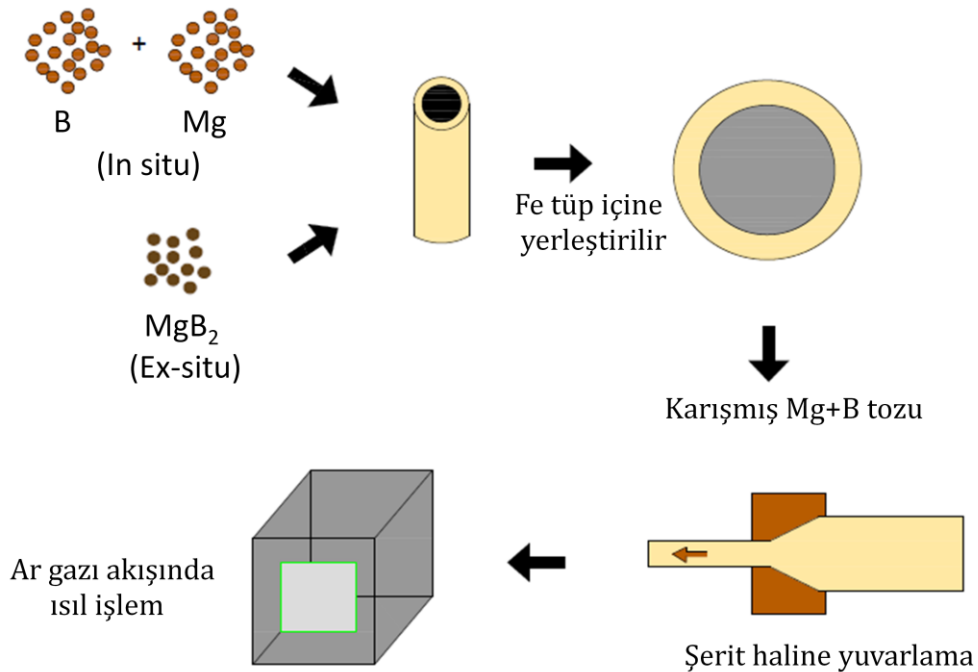
Film, bulk, toz, tel, bant ve film formunda MgB_2 üretmek için kullanılan diğer bir yöntem Mg difüzyon metodudur. Bu metotta Ta veya Mo bir tüp içine B elementinden yapılmış tel veya bulklar yerleştirilip etrafı saf Mg tozları ile çevrenir. Bu işlemin tüp içerisinde yapılmasının nedeni Mg'nin buharlaşmasını engellemektir. Daha sonra toz Mg'ye tel veya bulk formundaki B'ye 800–900 °C aralığında ısıl işlem uygulanır. Isıl işlem süresince Mg, B içerisine difüz eder ve MgB_2 formunda yapılaşır. Bu yöntem süperiletken MgB_2 kablo üretmek için en kolay yöntemlerdendir. Ayrıca ilk süperiletken MgB_2 kablo bu yöntemle üretilmiştir (Canfield et al., 2001). İsteğe bağlı olarak bu sürecin ardından tüplerden çıkarılan malzeme öğütülerek MgB_2 süperiletken tozlar elde edilebilir. Bu tozlar tekrardan işlenip istenilen forma kavuşturulabilir. Fakat bu yöntemin kısa malzemeler için uygulanabilir ve faz homojenliğinin zayıf olması dezavantajları olarak karşımıza çıkar. Buna rağmen yapı olarak sert ve kırılğan bir malzeme olan MgB_2 'nin arzu edilen mekanik özelliklerde üretilmesi açısından Mg difüzyon yöntemi önemlidir.



Şekil 2.7. Mg difüzyon yöntemiyle bulk MgB_2 süperiletkeni üretimi

3.1.3. Powder In Tube (PIT) Yöntemi

Endüstride birçok alanda süperiletken teknolojisinden yararlanabilmek için yüksek manyetik alan üreten bobinlerine ihtiyaç vardır. Söz konusu bobinlerin üretimi için de uzun mesafeli kablolar, bantlar gereklidir. Bant, tel, kalın film, kablo MgB_2 üretmek için en uygun yöntemlerden biri PIT yöntemidir. Bu yöntemde stokiometrik oranlarda karıştırılmış Mg ve B tozları veya hazır olarak temin edilmiş MgB_2 tozu; SS (stainless steel- paslanmaz çelik), Cu, Ag, Ni, Nb, Fe veya Ag/SS, Cu-Ni, Ta/Cu şeklindeki alaşımlardan yapılmış bir tüpe yerleştirilir. Metalik tüpün iki ucu kapatıldıktan sonra presleme, bükme, burma gibi çeşitli mekanik süreçlerden geçirilir. En son aşama ise ısıtma işlemidir. Elde edilen bant veya tel formundaki malzemeler Ar gazı atmosferinde 500-700 °C sıcaklık aralığında 1- 24 saat süresinde ısıtma işlemine tabi tutulur. Gerekli görülürse mekanik ve ısıtma işlemleri tekrarlanabilir. Düşük maliyeti ve kolay mekanik işlemleri yüzünden bu yöntem kablo üretiminde oldukça sık kullanılmaktadır. Ayrıca bu yöntem çoklu filamente sahip kablo veya bant üretebilmek için tek yoldur.



Şekil 2.8. In-situ ve Ex-situ reaksiyon metotları için PIT yöntemi

3.1.4. İnce Film Üretim Yöntemleri

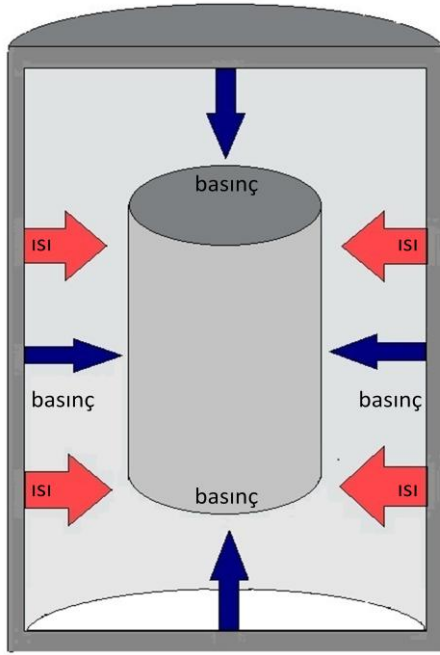
Mikroelektronikte (Josephson eklemlerinde, elektronik devre paketlerinde, mikrodalgalarda v.b) sıkça kullanılan ince filmler birçok şekilde üretilebilmektedir. İnce film MgB_2 üretmek için; Darbeli Lazer Depozisyon (PLD), Kimyasal Buharlaştırma, Bileşikten Depozisyon, Mg Difüzyonu, Magnetron Kaplama en sık kullanılan yöntemlerdendir. İnce film üretim yönteminde, altlık (substrate) üretimi süperiletkenlik özelliklerini belirleyici özellik taşımaktadır. Altlıklar, fiziksel (fiziksel buhar biriktirme-PVD) veya kimyasal yolla (kimyasal buhar biriktirme-CVD) üretilebilir. Bu süreçte buharın herhangi bir kimyasal etkileşmeye girmemesi için işlemin vakum ortamında veya kontrollü atmosferde yapılması gerekmektedir. MgB_2 ince film üretiminde kullanılan en uygun altlıklar; SiC, Si, $LaAlO_3$, $SrTiO_3$, MgO, Al_2O_3 ve paslanmaz çelik (SS) olarak belirlenmiştir. Bu yöntemlerle yüksek T_c ve J_c ' ye sahip 200Å-3µm aralığındaki boyutlarda ince film üretilebilmektedir.

3.1.5. Kalın Film Üretim Yöntemleri

Kalınlığı yaklaşık 1 µm ile 100-500 µm arasında değişen kalın filmler, ince filmlere göre daha ucuz ve kolay süreçlerle elde edilebilir. Kalın film hazırlamada; dip-coating, sol-gel, elektroforez, termoforez, spray pyrolysis, screen printing, slip casting, doctor blade metodları kullanılır. Tüm bu metodlarda üretilecek süper iletken malzemenin tozları uygun organik sıvılar ve tutucu maddelerle mürekkep haline getirilir. Mürekkep, süperiletken tozların uygun bir çözücü ve organik bir alkol ile karıştırılmasıyla yapılır. Daha sonra elde edilen karışıma ısı işlem uygulanır ve mürekkebin organik bileşimleri yakılarak buharlaştırılır, parçacıkların birlikte eriyerek parçacıklar arası bağlantıyı sağlar. Yüksek sıcaklık gerektiren bu aşamada taban ile malzeme arasında kimyasal bir etkileşmenin olmamasına dikkat edilmelidir. Bu süreç sonunda elde edilen malzemenin nispeten gözenekli olması ve dolayısıyla düşük J_c elde edilmesi bu yöntemin dezavantajları arasında sayılabilir.

3.1.6. Sıcak İzostatik Presleme (HIP)

Toz malzemeden bulk üretimi için veya pelletlerin çeşitli özelliklerinin düzenlenmesi için sıcak izostatik presleme yöntemi uygulanır. Bu yöntem aynı anda hem ısıl işlemi hem de basınca maruz bırakma süreçlerini kapsar. Bu işlemde sıcak izostatik basınç sağlayan aletlerden yararlanır. Bir sıcak izostatik presinde, basınç ve sıcaklık her yönden eşit miktarda genellikle Ar atmosferinde sağlanır. MgB_2 tozu kimyasal etkileşime girmeyeceği bir kap içine sıkıca kapatılır. Daha sonra araştırmacının amacına göre malzemeye istenilen sıcaklık ve basınç değeri uygulanır. Bu yöntemde çok yüksek sıcaklıklara ulaşılabilen fakat çok yüksek basınç değerlerine ulaşamamaktadır. Sıcak izostatik pres cihazları ticari olarak temin edilebilen aletlerdir.



(a)



(b)

Şekil 2.9. (a) HIP'in şematik gösterimi (b) Sıcak izostatik pres cihazı

3.2. MgB₂ Numunelerinin Üretilmesi

Tez kapsamında üzerinde çalışılacak malzemelerin üretimi için *ex-situ* reaksiyon yöntemi kullanıldı. Piyasadan hazır olarak temin edilen % 99.99 saflıktaki MgB₂ (Alfa Aesar) tozu kullanıldı. Her bir malzeme için toz miktarı 0.6 gr olarak belirlendi. 0,6 g'lık tozların tüm ölçümleri SI-234 Denver Instrument marka hassas terazi (Şekil 3.1 (a)) ile yapılmıştır. Daha sonra tüm toz bileşimler Specac marka manuel hidrolik pres aletiyle (Şekil 3.1 (b)) bulk formuna dönüştürülmüştür. Presleme sürecinde 5 ton basınç uygulanarak 1-1.5 mm kalınlığında 8 adet bulk malzeme elde edilmiştir. Bu işlemlerden sonra vakum ortamında ve farklı basınç değerlerinde ısıl işlem aşamasına geçilmiştir.



(a)

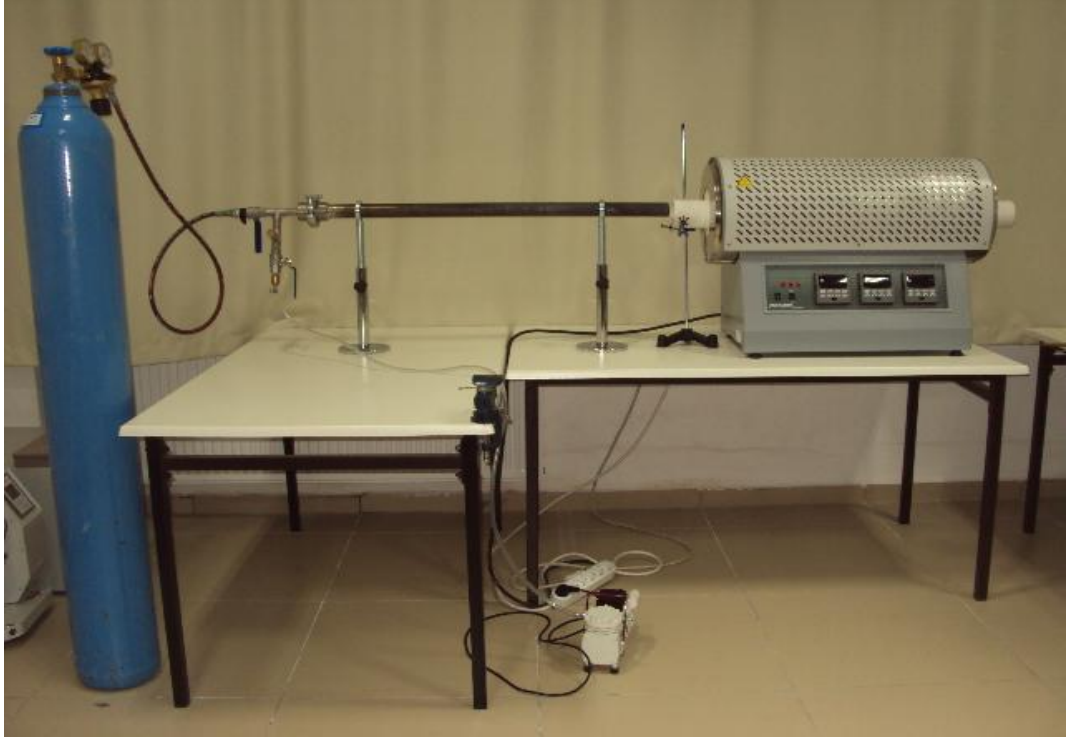


(b)

Şekil 3.1 (a) Malzemelerin üretiminde kullanılan hassas terazi (b) manuel hidrolik pres

3.2.1. Farklı Basınç Değerlerinde ve Farklı Sürelerde Isıl İşlem

Vakum ortamında ve farklı Ar basınçlarında ısıl işlem sürecini gerçekleştirmek için tüp fırın, sanayi tüpü içinde temin edilen % 99 saflıkta Ar gazı, numunenin ısıl işleme maruz kalacağı havayla temassız ortamı oluşturmak için fırının içine girebilecek boyutlarda tasarlanmış çelik boru ve vakum cihazından oluşan düzenek Şekil 3.2'deki gibi hazırlanmıştır.



Şekil 3.2 MgB₂ üretim düzeneği

Isıl işlemler 3 bölgeden oluşan Alser Protherm (Şekil 3.2) marka dijital kontrollü tüp fırında gerçekleştirilmiştir. Presleme işlemi sonucu elde edilen bulk malzemeler Ta folyoya iki kat olmak üzere sıkıca sarılmıştır. Bu işlemin amacı; ısıl işlem sürecinde malzemenin ortamdaki olası safsızlıklardan ve oksijenden etkilenmesini önlemektir. Ta folyoya sarılmış malzeme çelik tüp içine direkt yerleştirilmiştir. Çelik tüp içindeki hava vakum cihazıyla çekilip vakum ortamı sağlandıktan sonra fırın oda sıcaklığından 850 °C' ye kadar 5 °C/dk hızla kademeli olarak ısıtıldı. Bu şartlarda 0,5 ve 1 saatlik malzemeler üretildi. Daha sonra ortamdaki hava yine vakumlanarak ortama Ar gazı akışı sağlandı ve böylece 850 °C'de 0,5 ve 1 saatlik basınçsız Ar atmosferindeki malzemelerin üretimi gerçekleştirildi. En son aşamada

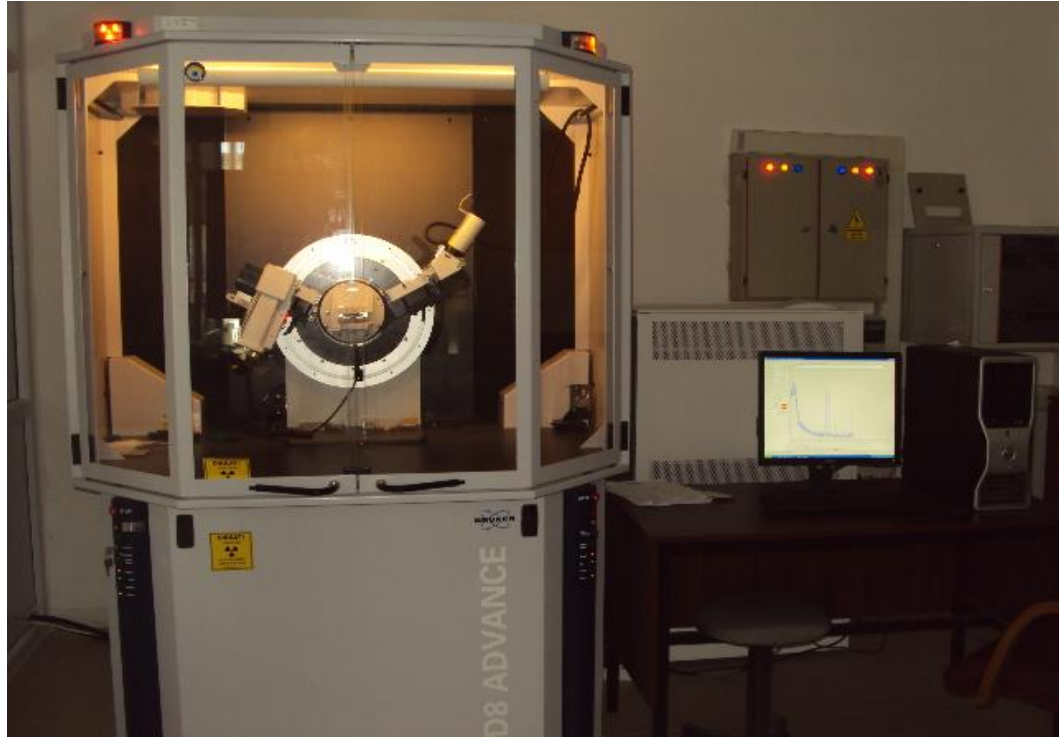
ise ortama sırasıyla 10 ve 20 barlık Ar gazı verilerek, basınç altındaki malzemeler üretildi. Her ısıl işlem sonunda fırın 850 °C'den oda sıcaklığına 5 °C/dk hızla kontrollü olarak soğutulmuştur.

Süreç sonunda, vakum ortamında basınçsız, Ar atmosferinde basınçsız, Ar atmosferinde 10 Bar ve Ar atmosferinde 20 Bar olmak üzere 0,5 ve 1 saatlik iki seriden oluşan toplam 8 adet malzeme üretildi.

3.3. Karakterizasyon Teknikleri

3.3.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

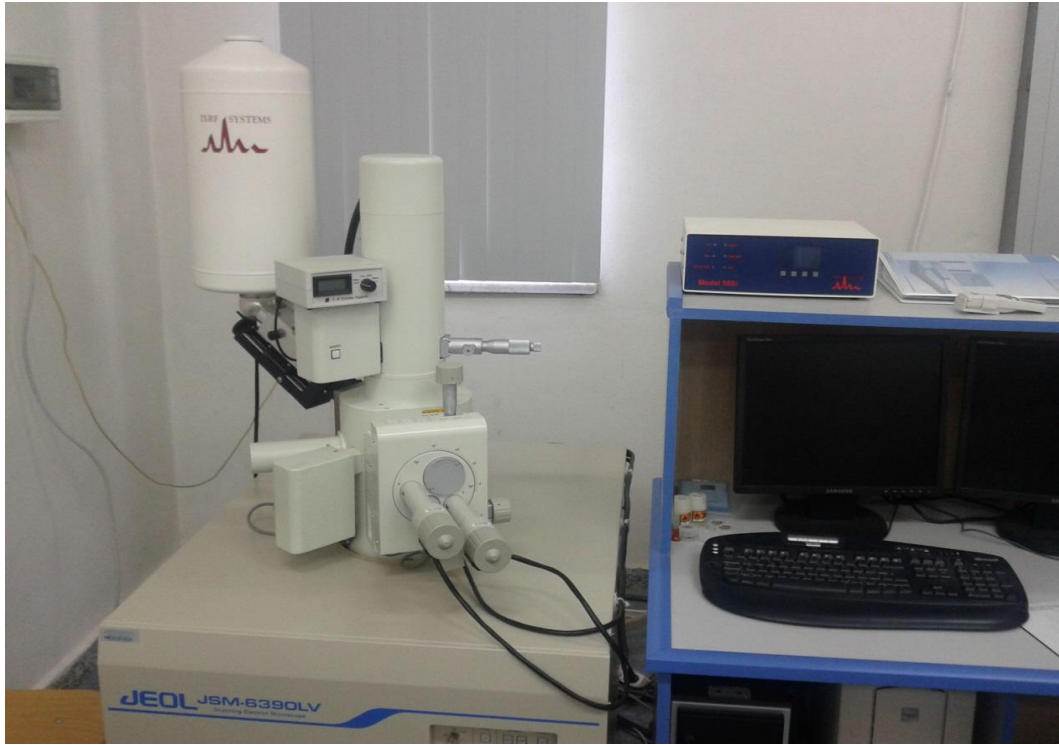
Malzemelerin kristal yapısını incelemek ve ana fazın yanında oluşabilecek safsızlıkları belirlemek için x-ışını kırınımı yöntemi kullanıldı. XRD ölçümleri laboratuvarımızdaki Bruker D8 Advance model difraktometresi ile $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5405$ Å) radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Tüm ölçümler oda sıcaklığında, $2\theta= 3-90^\circ$ aralığında 0,6 deg/min tarama hızıyla alındı. Elde edilen desenlerde piklerin indislenmesi ve yapı parametrelerini belirlenmesi için XRD Evaluation programı ve kütüphanesi kullanıldı.



Şekil 3.3. Bruker D8 Advance model difraktometre

3.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) Analizi

Malzemelerin yüzey morfolojisi, faz oluşumları, yapı içerisindeki taneciklerin konumlanmalarını ve tanecik boyutu ile ilgili incelemeler için taramalı elektron mikroskobu analizi gerçekleştirildi. Numune içerisindeki element konsantrasyonunu, yoğunluk ve şiddetini ayrıca herhangi bir safsızlığın olup olmadığını belirlemek için EDS ölçümleri gerçekleştirildi. EDS ölçümleri SEM ile aynı düzenekte aynı çalışma prensibiyle gerçekleştirilmiştir. SEM ve EDS analizleri; JEOL 6390-LV model elektron mikroskobuyla, 20 kV çalışma aralığında gerçekleştirildi.



Şekil 3.4. JEOL JSM-6390LV SEM ve EDS Ölçüm sistemi

3.3.3. Manyetik Alan Altında Özdirenç-Sıcaklık Ölçümleri

Malzemelerin elektriksel özelliklerini incelemek için manyetik alan altında özdirenç-sıcaklık değişimleri incelendi. Sıcaklığın fonksiyonu olarak magneto özdirenç, $\rho(\mu\text{OH}, T)$, ölçümleri için klasik dört nokta kontak metodu kullanıldı. Dikdörtgen forma getirilen malzemelere voltaj ve akım kontakları iletken gümüş boya ile yapıldı.

Ölçümler 10-50 K sıcaklık ve 0 -5 T (0, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 T) aralığında değişen manyetik alan değerleri altında alındı. Ölçümlerin alındığı Kryostat sisteminde uygulanan manyetik alan, 5 mA'lık sabit akıma paralel olarak uygulanmıştır.



Şekil 3.5. Kryostat sistemi

3.3.4. Vickers Mikrosertlik Ölçümleri

Malzemelerin mekanik özelliklerinin karakterizasyonu için Vickers Mikrosertlik ölçümleri gerçekleştirildi. Ölçümler *Shimadzu HVM-2* model (Şekil 3.6) mikrosertlik cihazı ile oda sıcaklığında alındı. Elmastan yapılmış kare piramit şeklindeki Vickers batıcı ucu malzemenin parlak yüzeyine farklı yükler (0.245, 0.490, 0.980, 1.960 ve 2.940 N) altında batırılmış ve oluşan izin köşegen uzunlukları ölçülmüştür. Her bir yük değeri için 10'ar ölçüm alınmış ve bunların ortalamalarıyla d_1 ve d_2 köşegen uzunlukları hesaplanmıştır. Vickers Mikrosertlik değeri daha önce verilen (1.7)

denklemiyle hesaplandı. Elde edilen sertlik (H_v) değerlerinden malzemelerin *elastik modülü* (E),

$$E = 81,9635H_v \quad (1.8)$$

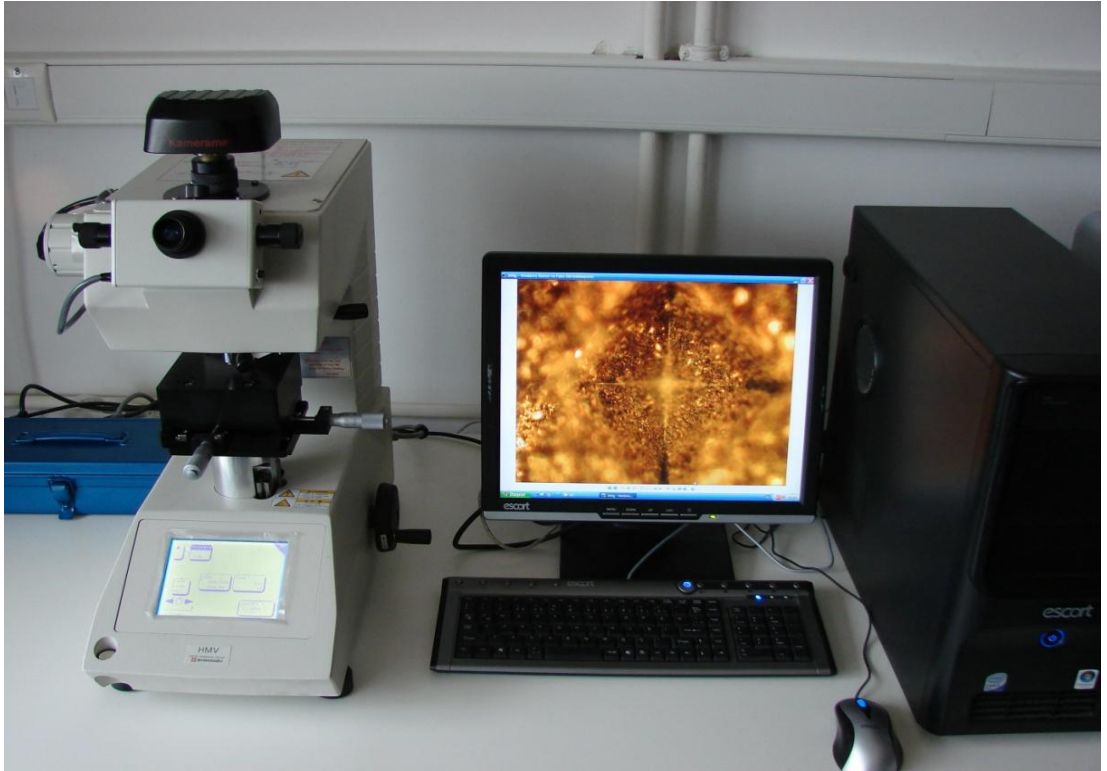
gerilme (Y),

$$Y \approx H_v/3 \quad (1.9)$$

kırılma dayanımı (K_{IC}),

$$K_{IC} = \sqrt{2E\gamma} \quad (1.10)$$

gibi diğer mekanik parametreleri yukarıda verilen bağıntılarla hesaplanmıştır.



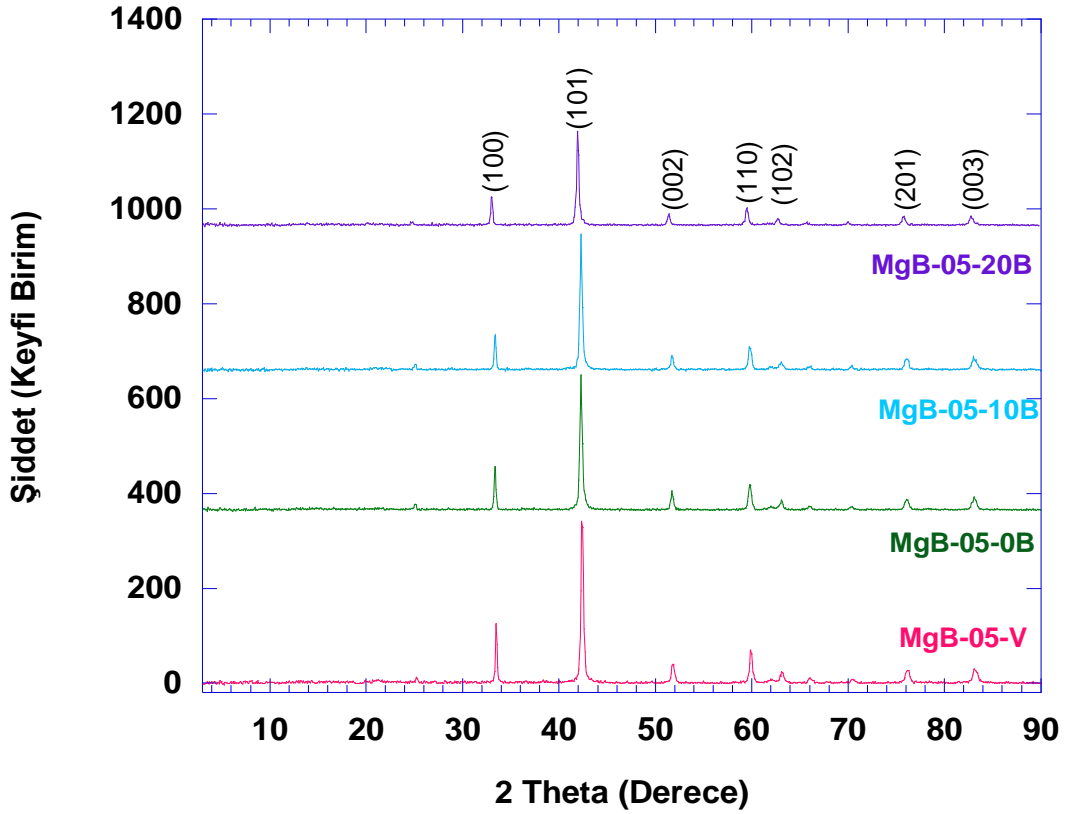
Şekil 3.6. Shimadzu HVM-2 Mikrosertlik cihazı

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

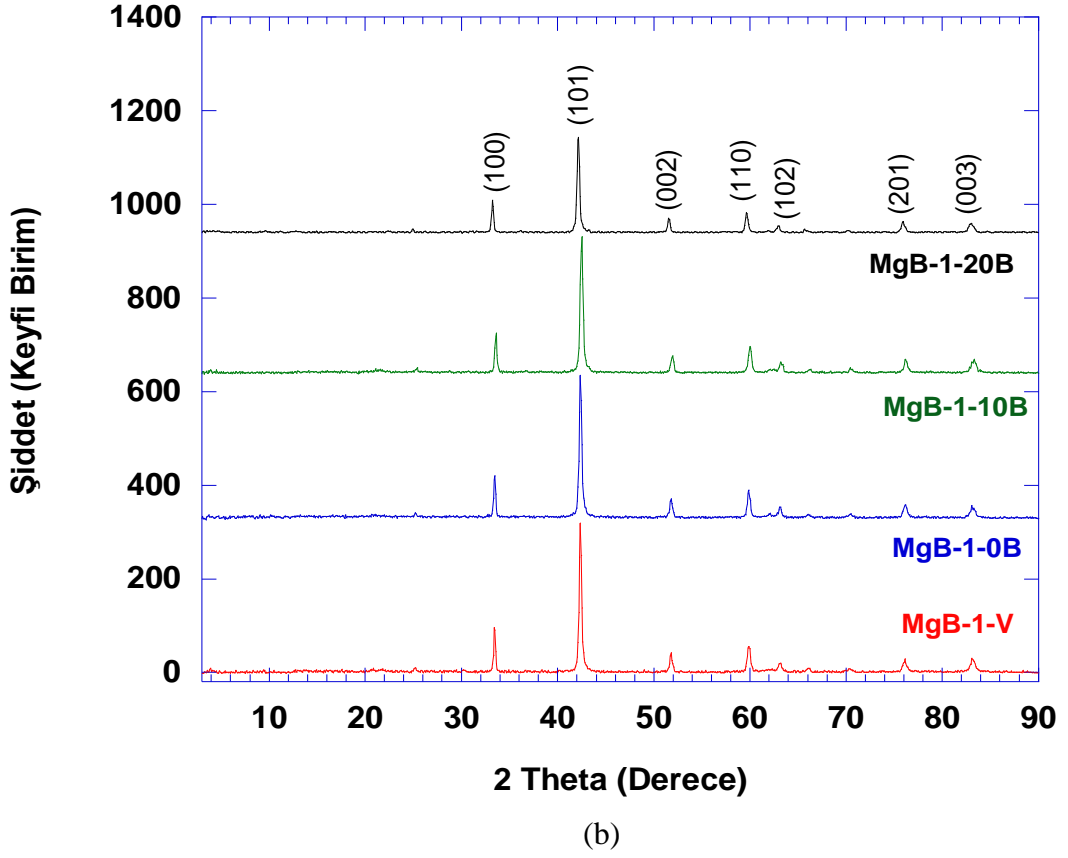
4.1. Yapısal Analiz

4.1.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizleri

0,5 ve 1 saatte üretilen tüm numunelerin X-ışını kırınım desenleri Şekil 4.1'de verilmiştir. Numunelerin kırınım piklerinin hkl Miller indisleri belirlenmiş ve şekilde işaretlenmiştir. Kırınım piklerinin deseninin ana faz olan MgB_2 'ye ait olduğu grafiklerden açıkça görülmektedir. MgB_2 'nin karakteristik pikleri, $2\theta = 33.61, 42.22, 51.66, 59.72, 75.83$ ve 83.05 açı değerlerinde oluşmuştur.



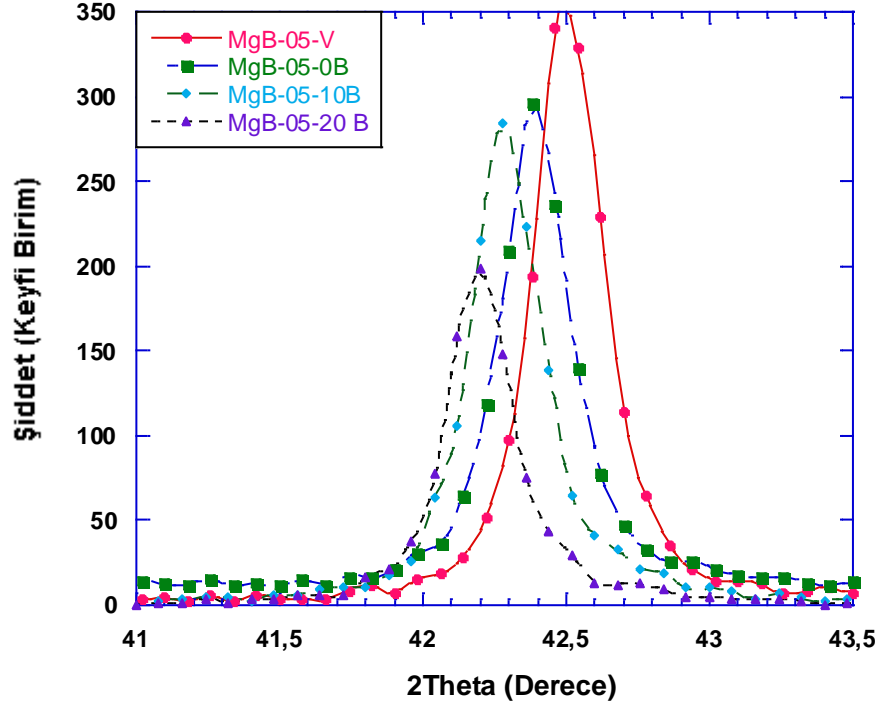
(a)



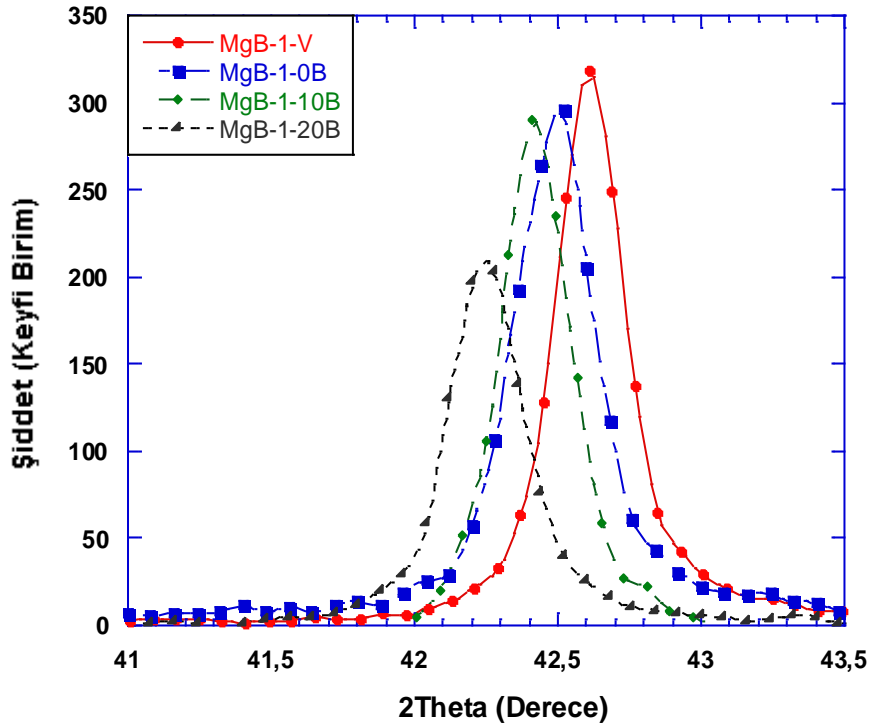
Şekil 4.1. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen MgB_2 numunelerine ait x-ışını kırınım desenleri

Tüm numuneler için, hemen hemen aynı açı değerlerinde aynı pikler görülmüş ve herhangi bir safsızlık fazına rastlanmamıştır. Her iki seri için, vakum ortamında üretilen numunelerin pik şiddetleri yüksek ve pik genişlikleri diğerlerine göre daha dardır. Uygulanan basınç değerinin artmasıyla pik şiddetleri azalmış ve pik genişlikleri artmıştır. Pik şiddetindeki bu azalmanın nedenini, uygulanan basınçla birlikte tanecik boyutunun azalmasına yorabiliriz.

Numunelerin (101) düzlemine ait *XRD* pikleri Şekil 4.2’de verilmiştir. *MgB-05* serisinde vakum ortamından Ar atmosferine geçilmesiyle ve artan basınç değerleriyle birlikte piklerde düşük derecelere doğru bir kayma saptanmıştır. Bu kayma *c* eksen uzunluğunun kısaldığını gösterir ki bu durum *c* örgü parametresi hesaplamalarıyla da doğrulanmıştır.



(a)



(b)

Şekil 4.2. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelerinin (101) düzlemine ait x-ışını kırınım pikleri

Numunelerin tanecik boyutu

$$D = 0,941\lambda/B\cos\theta \quad (4.1)$$

$$B^2 = B_s^2 - B_m^2 \quad (4.2)$$

Scherer-Warren bağıntısıyla hesaplanıp, sonuçlar Tablo 4.1'de verilmiştir. Burada D ; tanecik boyutu, λ ; X-ışınının dalga boyu, B_s ; maksimum pik şiddetinin yarısına karşılık gelen genişliktir (*FWHM*) ve bu değer radyan cinsinden ölçülür. B_m sabit bir değer olup θ ise en yüksek pike ait açıdır.

Tablodan da görüleceği gibi *MgB-05-V* ve *MgB-1-V* numuneleri sırasıyla $36,86 \text{ nm}$ ve $38,94 \text{ nm}$ değerleriyle en büyük tanecik boyutuna sahiptirler. Uygulanan basıncın artmasıyla tanecik boyutu değerlerindeki azalma açıkça görülebilir. Basınç 20 B değerine ulaştığında ise *MgB-05-20B* ve *MgB-1-20B* numunelerinin tanecik boyutu $31,57 \text{ nm}$ ve $32,14 \text{ nm}$ değerlerine kadar düşmüştür. Ayrıca *MgB-1* serisinin tanecik boyutunun, *MgB-05* serisinin tanecik boyutundan daha büyük olduğu tablodan açıkça görülebilir. Yani fazla süre ısıtılma maruz kalan numunelerin tanecik boyutu daha büyüktür. Bu durum önceki çalışmalarla tutarlıdır (Doğruer v.d., 2012); ayrıca X-ışını kırınım sonuçlarıyla ve SEM görüntüleriyle doğrulanmıştır.

Basıncın, atomlar arasındaki bağ mesafesini kısaltmasıyla tanecik boyutu azalmıştır. Tanecik boyutunun azalması bir süperiletken için olumlu bir özelliktir. Çünkü küçük tanecik boyutu daha sıkı bir tanecik bağlantısına neden olarak; taşınabilecek kritik akım yoğunluğunun (J_c) artmasına yol açar (Larbalestier et al. 2001; Kambara, et al. 2001).

Hekzagonal formda kristalleşen MgB_2 yapısının örgü parametrelerini, literatürde yaklaşık $a = 3,086 \text{ \AA}$ ve $c = 3,524 \text{ \AA}$ olarak elde etmişlerdir (Bueza et. al., 2001).

Bu çalışmada ise kristal örgü parametreleri

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.3)$$

bağıntısıyla hesaplanmış ve sonuçlar Tablo 4.1’de verilmiştir.

Tablo 4.1. Numunelere ait *a* ve *c* örgü parametreleri ve tanecik boyutları

<i>Numune</i>	<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)	<i>Tanecik boyutu (nm)</i>
<i>MgB-05-V</i>	3,098	3,527	36,86
<i>MgB-05-0B</i>	3,096	3,511	35,76
<i>MgB-05-10B</i>	3,096	3,509	34,27
<i>MgB-05-20B</i>	3,092	3,506	31,57
<i>MgB-1-V</i>	3,099	3,537	38,94
<i>MgB-1-0B</i>	3,098	3,531	36,05
<i>MgB-1-10B</i>	3,097	3,520	35,15
<i>MgB-1-20B</i>	3,093	3,508	32,14

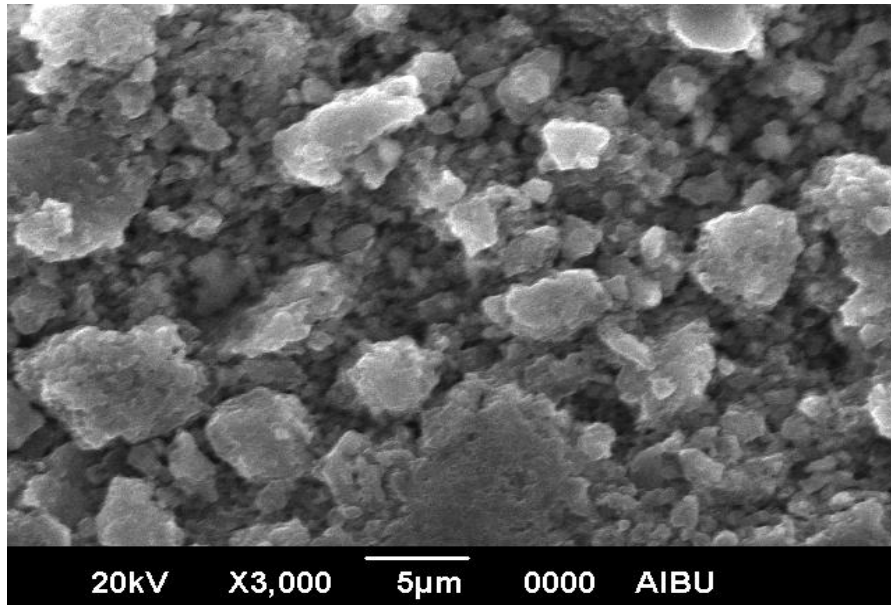
Tablo 4.1’e göre; vakum ortamından Ar atmosferine geçilmesiyle ve uygulanan basıncın artmasıyla hem *a* hem de *c* örgü parametrelerinde azalma gözlenmiştir. Uygulanan basıncın, MgB₂ içerisindeki bağ uzunluklarını kısaltarak *a* ve *c* örgü parametrelerinin değerlerini azalttığı önceki çalışmalarla da teyit edilmiştir (Jorgensen et al., 2001; Vogt et al., 2001; Zhang et al., 2011). Ayrıca yine tablodan görüleceği üzere *c* örgü parametresindeki değişim *a* örgü parametresindeki değişime göre daha fazladır. Bu anizotropik durum, MgB₂ bileşiğinin *a* ve *c* yönlerindeki bağ kuvvetlerinin farklılıklarından kaynaklanır. Bu farklılığın nedeni *a* eksen yönünde

konumlanan kovalent *B-B* bağlarının, *c* eksen yönünde konumlanan iyonik *Mg-B* bağlarından çok daha güçlü olması şeklinde ifade edilmiştir (Schneider et al., 2005).

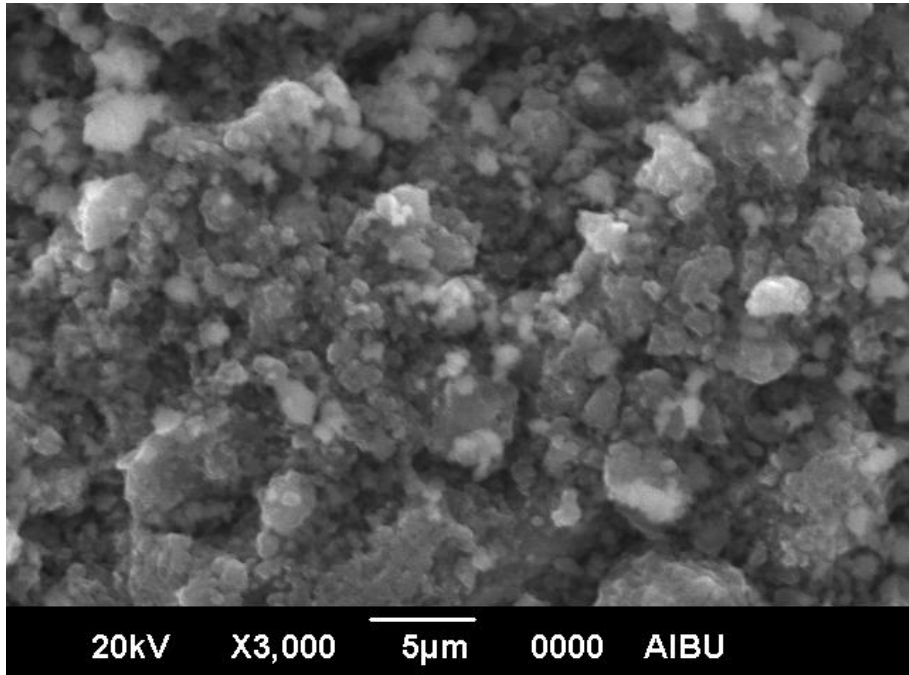
Ayrıca 0,5 saatte ve 1 saatte üretilen numuneler kıyaslandığında; 1 saatlik ısı işleme maruz kalan numunelerin *a* ve *c* örgü parametrelerinin daha büyük olduğu görülebilir. Bu da, ısı işlem süresinin artmasıyla daha fazla termal etkileşime maruz kalan numunelerde meydana gelen termal genişlemeyle açıklanabilir. MgB_2 'nin diğer özelliklerinde olduğu gibi burada da anizotropi göze çarpar. Üretilen iki seriye de bakıldığında ısı işlem süresindeki artışla birlikte *c* değerlerinde meydana gelen değişim *a* değerlerindeki kadar değildir. Bu durum önceki çalışmalarla uyumludur (Jorgensen et al., 2001). Bu sonuçlar SEM görüntüleriyle de teyit edilmiştir.

4.1.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) Analizleri

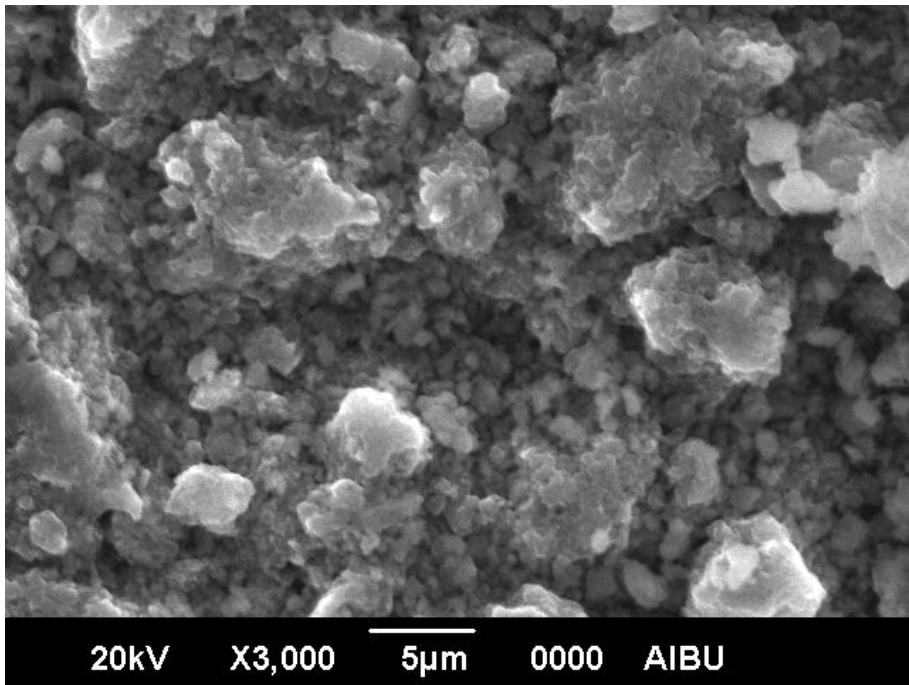
Üretilen MgB_2 numunelerinin taramalı elektron mikroskobuyla 3000 büyütmede alınan görüntüleri Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te gösterilmiştir. SEM fotoğraflarından yola çıkarak, tüm numunelerin MgB_2 'nin karakteristik morfolojisi olan tanecikli bir yapı sergilediği tespit edilmiştir. Bu tanecikli yapılarda, tanecik boyutları birbirinden farklı olup yer yer topaklanmalar gözlenmiştir. Ayrıca tanecikler arasında belirli bir yönelim de söz konusu değildir.



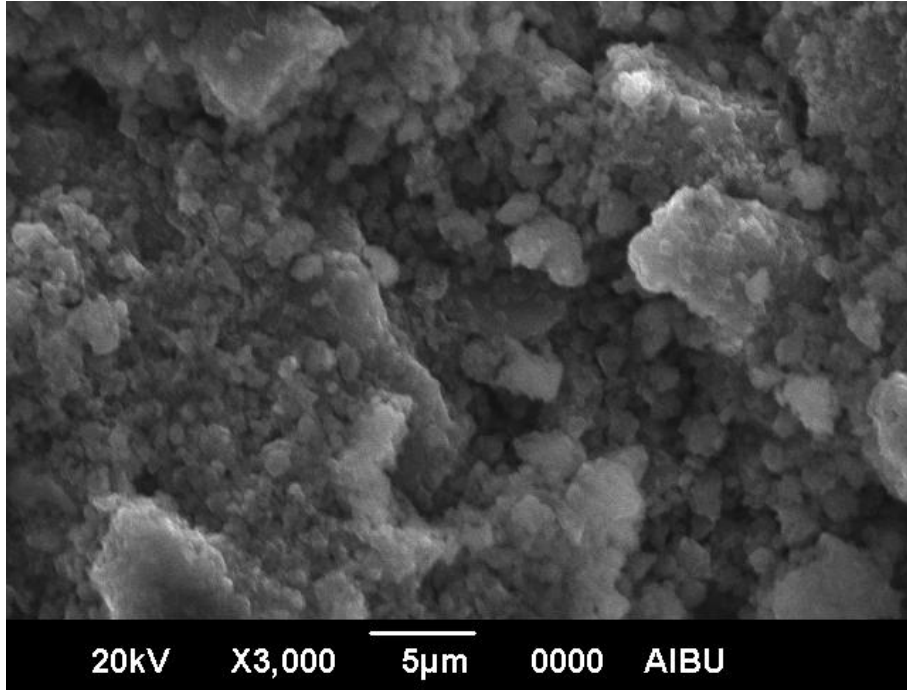
(a)



(b)

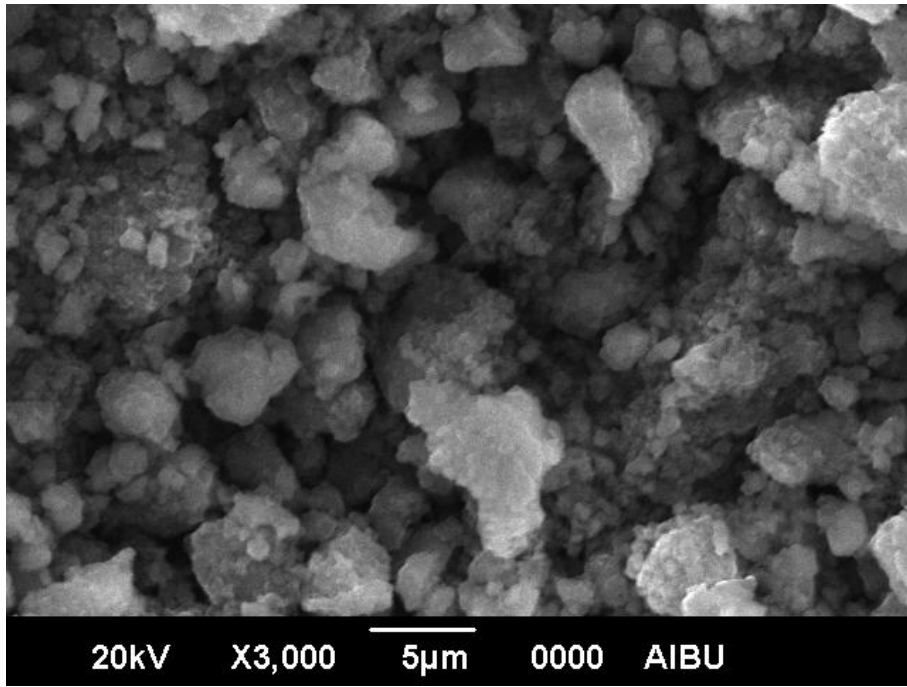


(c)

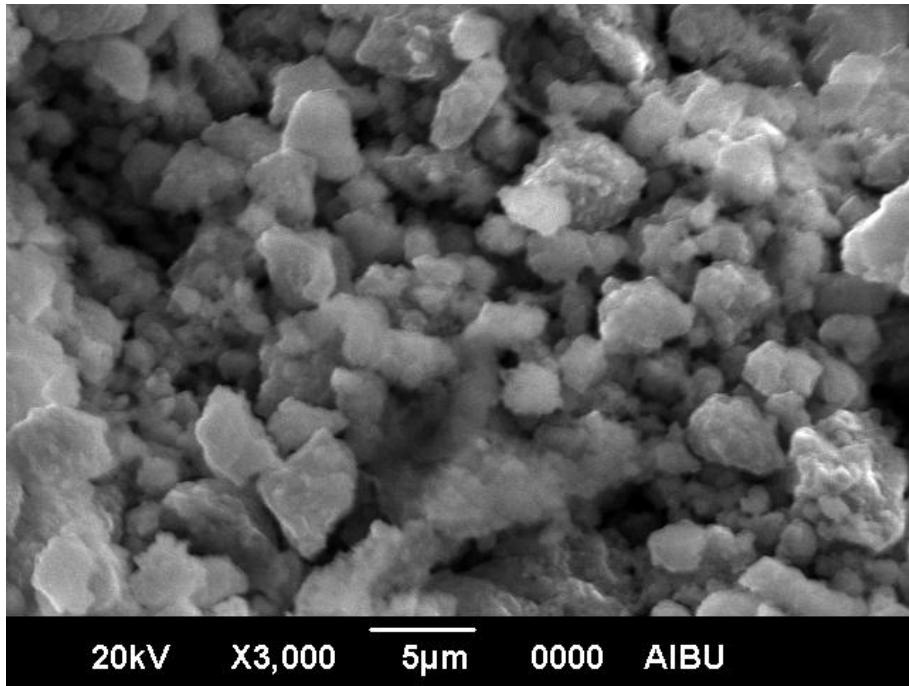


(d)

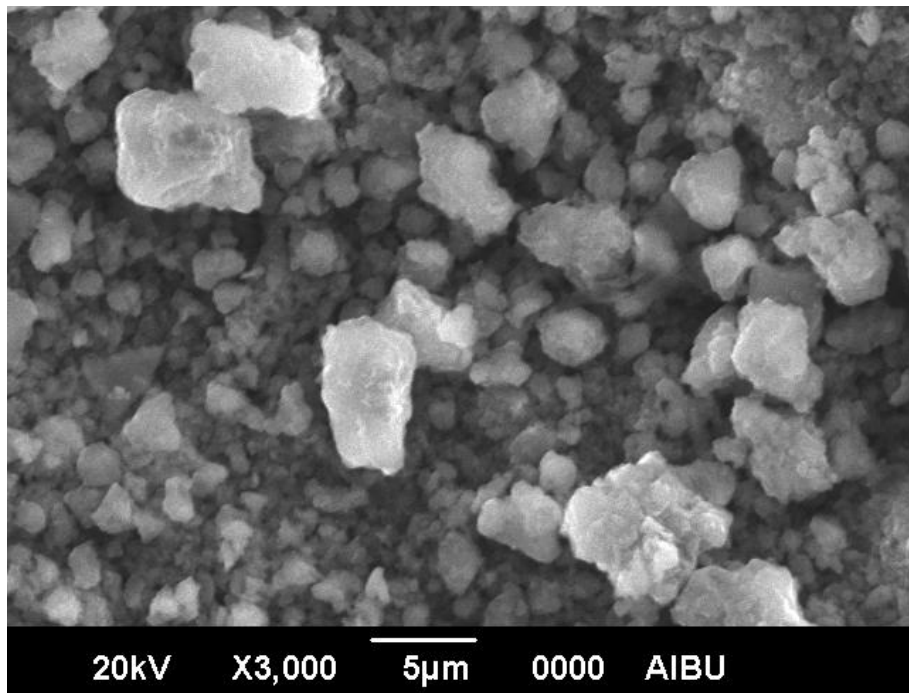
Şekil 4.3. 0,5 saatte üretilen numunelere ait SEM fotoğrafları
(a) *MgB-05-V*, b) *MgB-05-0B*, c) *MgB-05-10B*, d) *MgB-05-20B*



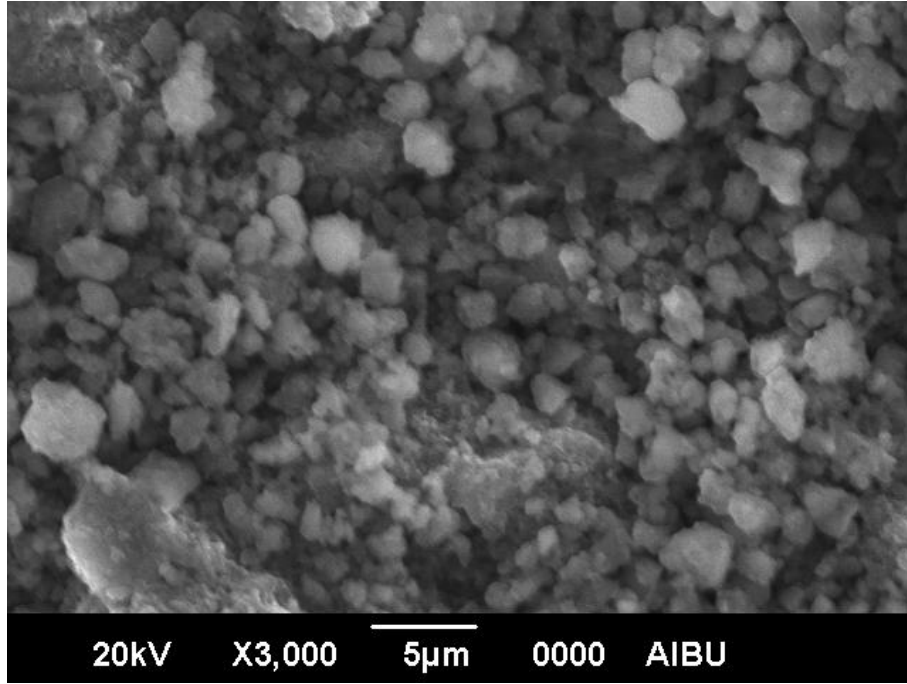
(a)



(b)



(c)



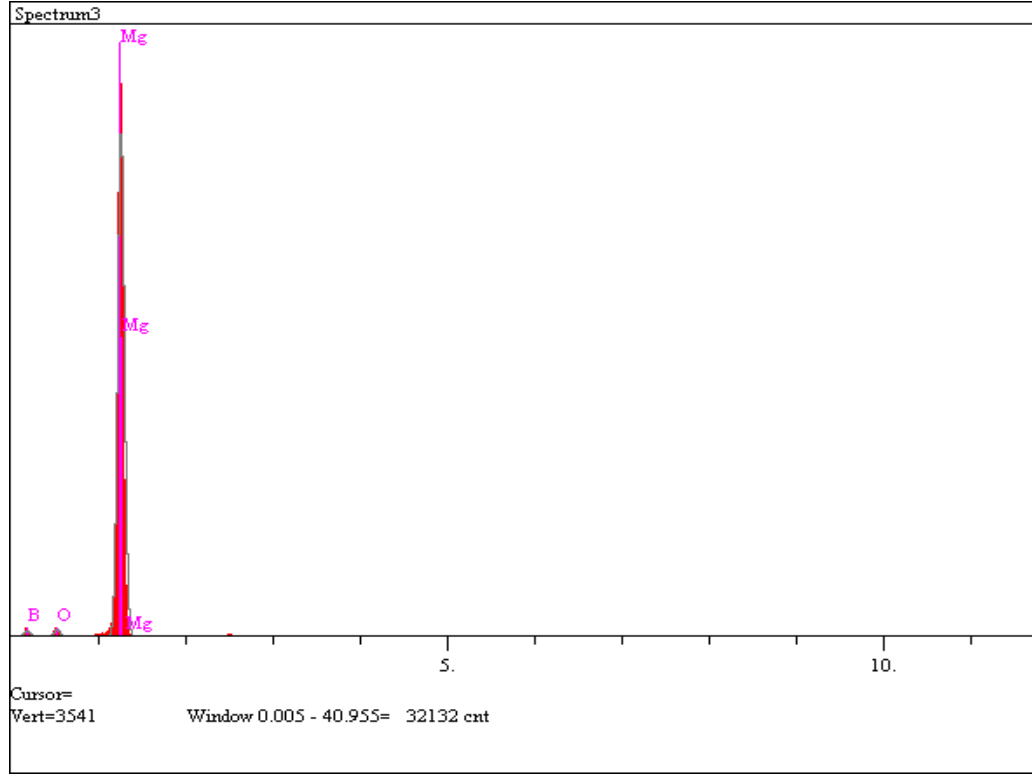
(d)

Şekil 4.4. 1 saatte üretilen numunelere ait SEM fotoğrafları
(a) *MgB-1-V*, b) *MgB-1-OB*, c) *MgB-1-10B*, d) *MgB-1-20B*

Üretilen MgB_2 numunelerine bakıldığında, 1 saatte üretilen numunelerin tanecik boyutlarının bariz bir şekilde daha büyük olduğu görülür. Bilindiği üzere ısıtma işlem süresi ve sıcaklığı arttıkça malzemenin tanecik boyutu artmaktadır (Doğruer et al., 2012). Bunun yanında her bir seri için, kendi içerisinde, uygulanan basıncın artmasıyla, tanecik boyutu küçülmüştür. Tanecik boyutunun küçülmesiyle (özellikle *MgB-05-20B* ve *MgB-1-20B* için) tanecikler arası boşlukların azaldığı ve böylece daha güçlü bir tanecik bağlantısının elde edildiği söylenebilir. Güçlü tanecik bağlantısı da yüksek J_c eldesi için önemlidir. Ayrıca tanecik boyutunun azalması, gözenekliliği azaltarak, numunenin mekanik açıdan daha sert bir hale gelmesine neden olur. Bu durum sonraki bölümlerde bahsedileceği üzere *Vickers Mikrosertlik* ölçümleriyle doğrulanmıştır. *MgB-V* ve *MgB-OB* numuneleri kıyaslandığında ise vakum ortamında üretilenlerin tanecik boyutlarının daha büyük olduğu dolayısıyla nispeten zayıf tanecik bağlantısına sahip oldukları Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'ten açıkça görülebilir.

4.1.3. Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) Analizi

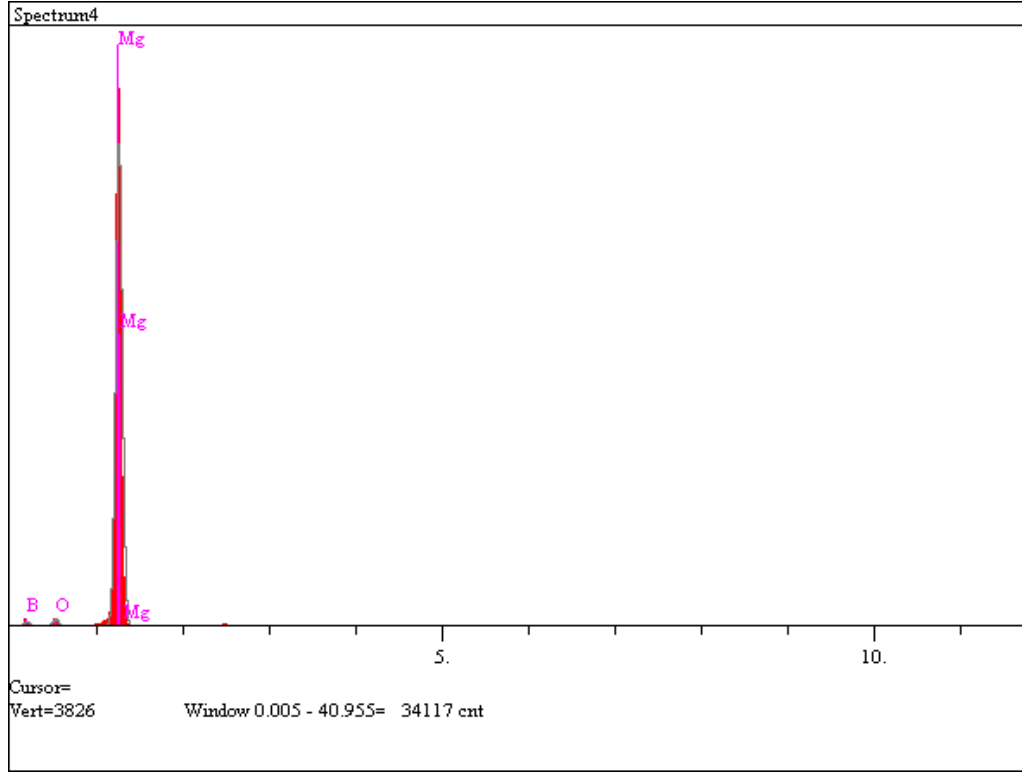
Üretilen numunelerde hem ısıtım işlem hem de basınç ile deęişen iyon miktarlarının belirlenmesi için gerçekteştirilen EDS ölçümlerine ait sonuçlar Şekil 4.5 ve 4.6'da verilmiştir. Ayrıca grafiklerden elde edilen verilerin tabloları aşağıda gösterilmiştir.



(a)

Tablo 4.2. Şekil 4.5 (a) grafiğine ait veriler

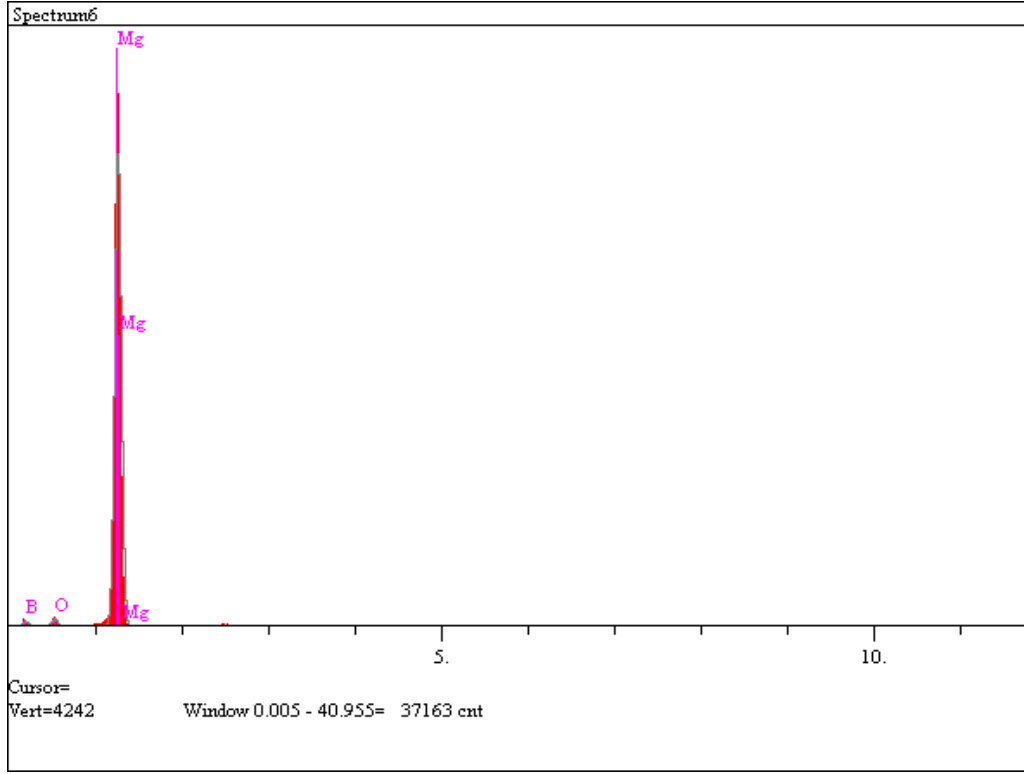
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	7,02	68,839
<i>O</i>	9,13	4,422
<i>Mg</i>	713,88	26,739
		100,00



(b)

Tablo 4.3. Şekil 4.5 (b) grafiğine ait veriler

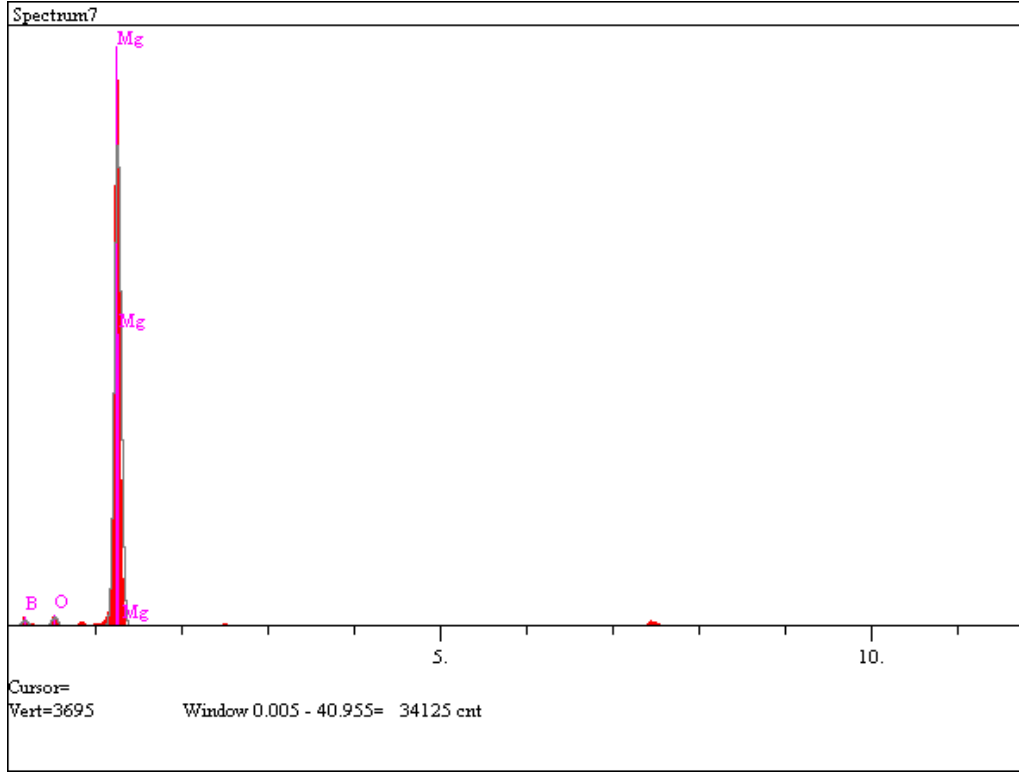
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	6,65	67,655
<i>O</i>	9,44	4,462
<i>Mg</i>	755,24	27,883
		100,00



(c)

Tablo 4.4. Şekil 4.5 (c) grafiğine ait veriler

<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	7,00	67,190
<i>O</i>	10,57	4,618
<i>Mg</i>	821,17	28,192
		100,00

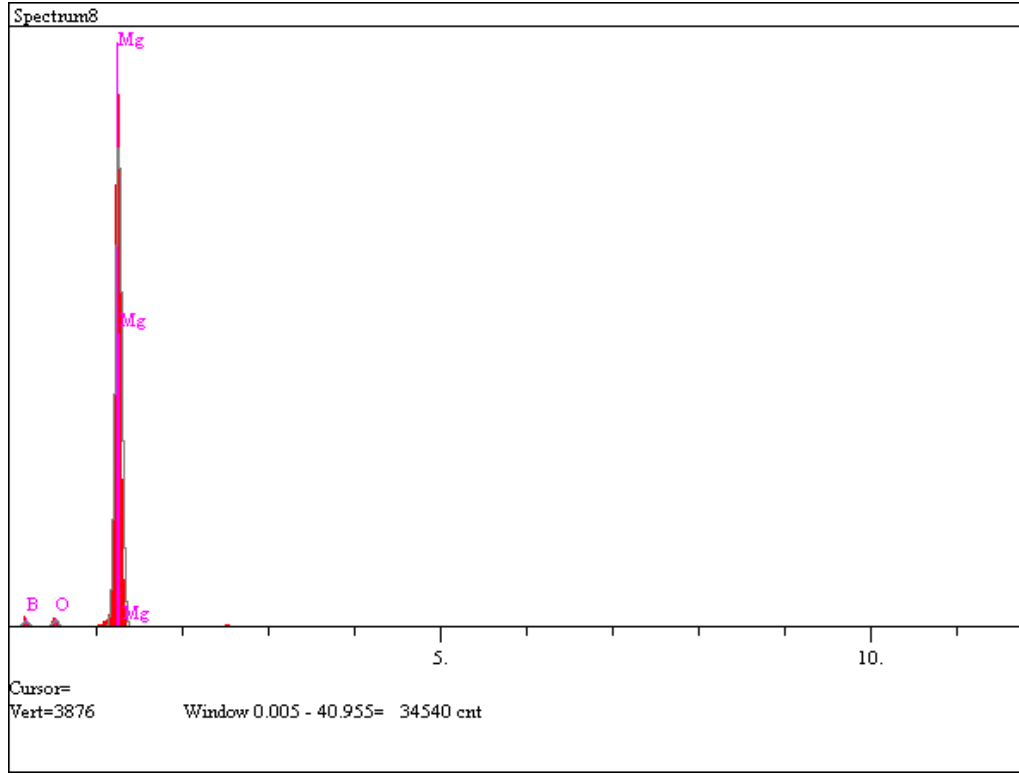


(d)

Şekil 4.5. 0,5 saatte üretilen numunelere ait EDS grafikleri
a) MgB-05-V b) MgB-05-0B c) MgB-05-10B d) MgB-05-20B

Tablo 4.5. Şekil 4.5 (d) grafiğine ait veriler

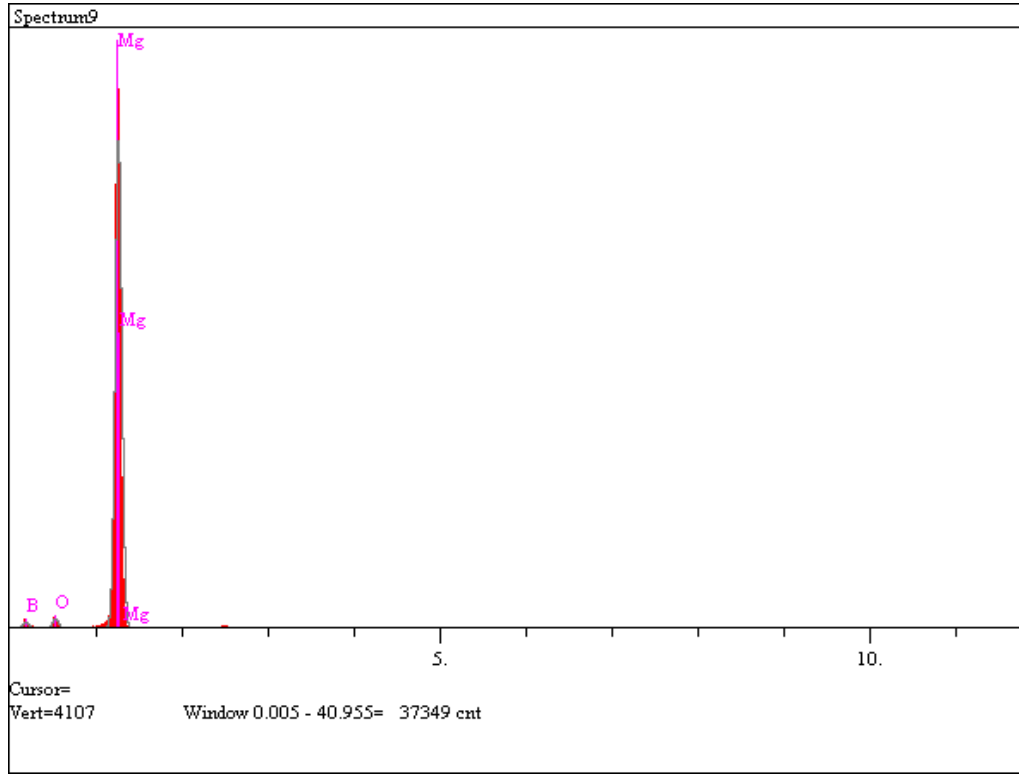
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	8,81	70,350
<i>O</i>	11,61	5,086
<i>Mg</i>	726,20	24,564
		100,00



(a)

Tablo 4.6. Şekil 4.6 (a) grafiğine ait veriler

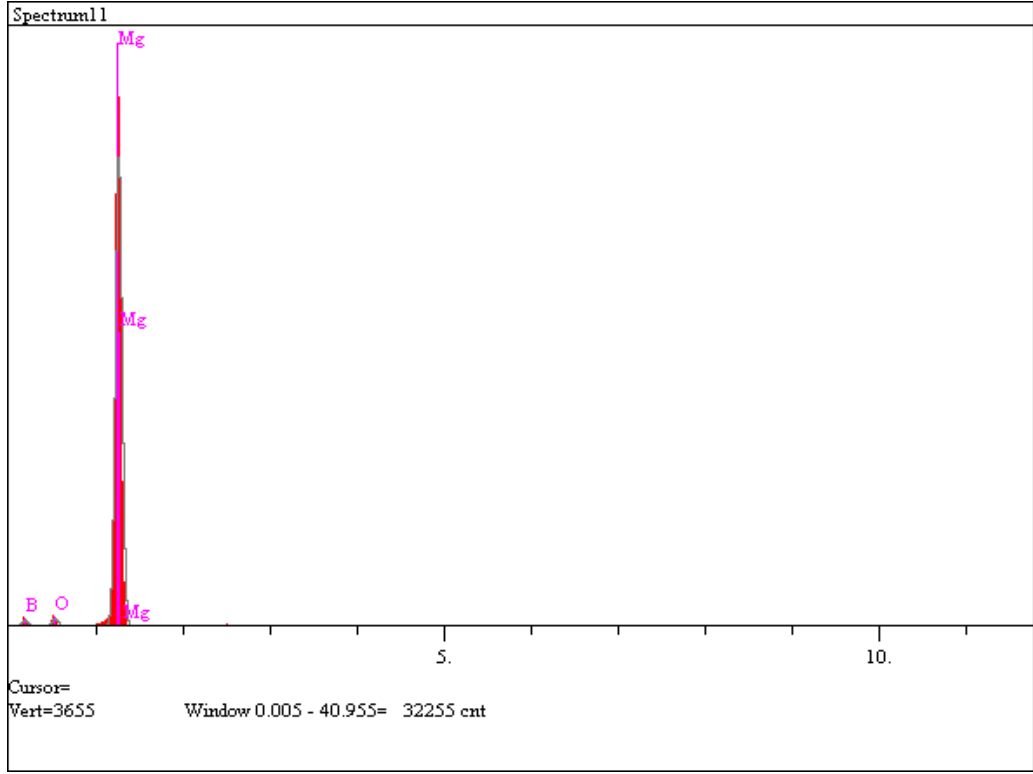
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	8,78	70,502
<i>O</i>	10,08	4,364
<i>Mg</i>	760,66	25,136
		100,00



(b)

Tablo 4.7. Şekil 4.6 (b) grafiğine ait veriler

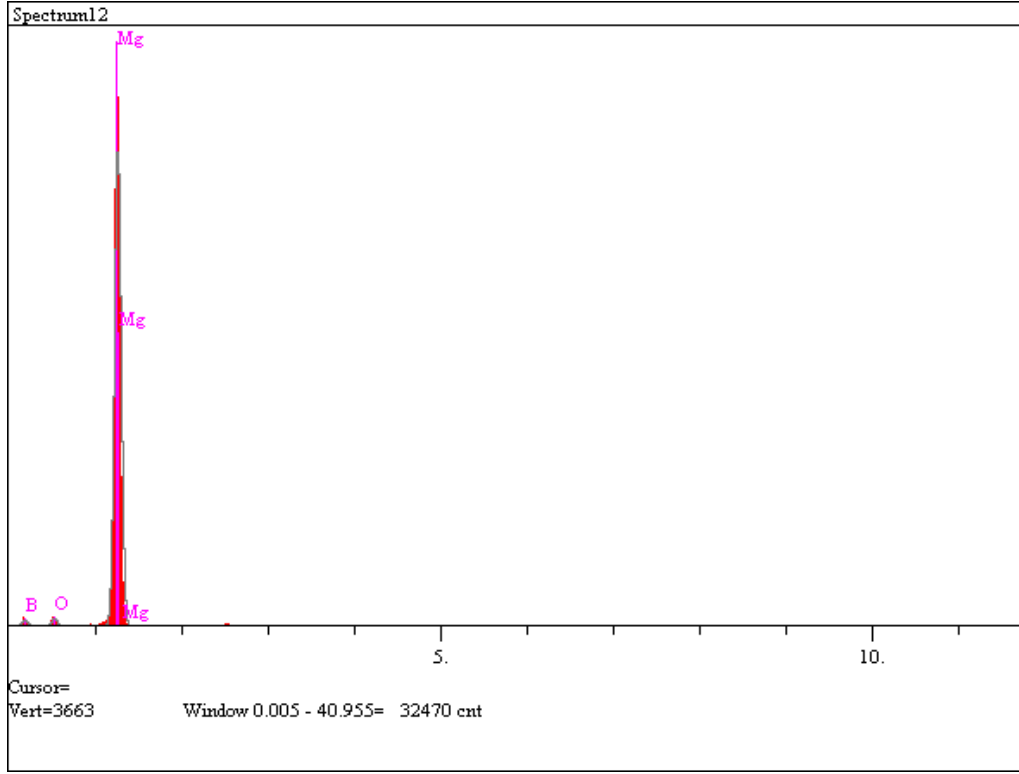
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	9,94	70,203
<i>O</i>	13,64	5,268
<i>Mg</i>	818,57	24,529
		100,00



(c)

Tablo 4.8. Şekil 4.6 (c) grafiğine ait veriler

<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	8,17	70,016
<i>O</i>	10,89	5,007
<i>Mg</i>	702,28	24,977
		100.00



(d)

Şekil 4.6. 1 saatte üretilen numunelere ait EDS grafikleri
a) MgB-1-V, b) MgB-1-0B c) MgB-1-10B d) MgB-1-20B

Tablo 4.9. Şekil 4.6 (d) grafiğine ait veriler

<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Yoğunluk</i>
<i>B</i>	8,64	70,827
<i>O</i>	10,10	4,583
<i>Mg</i>	709,49	24,590
		100.00

Tüm bu sonuçlara göre yapı içerisinde Mg, B ve az miktarda O elementlerine rastlanmıştır. Bu çalışmada hazır toz kullanılmasına rağmen O elementinin varlığı az da olsa safsızlık fazlarının mevcut olduğuna işaret eder. Tablodan da görüleceği

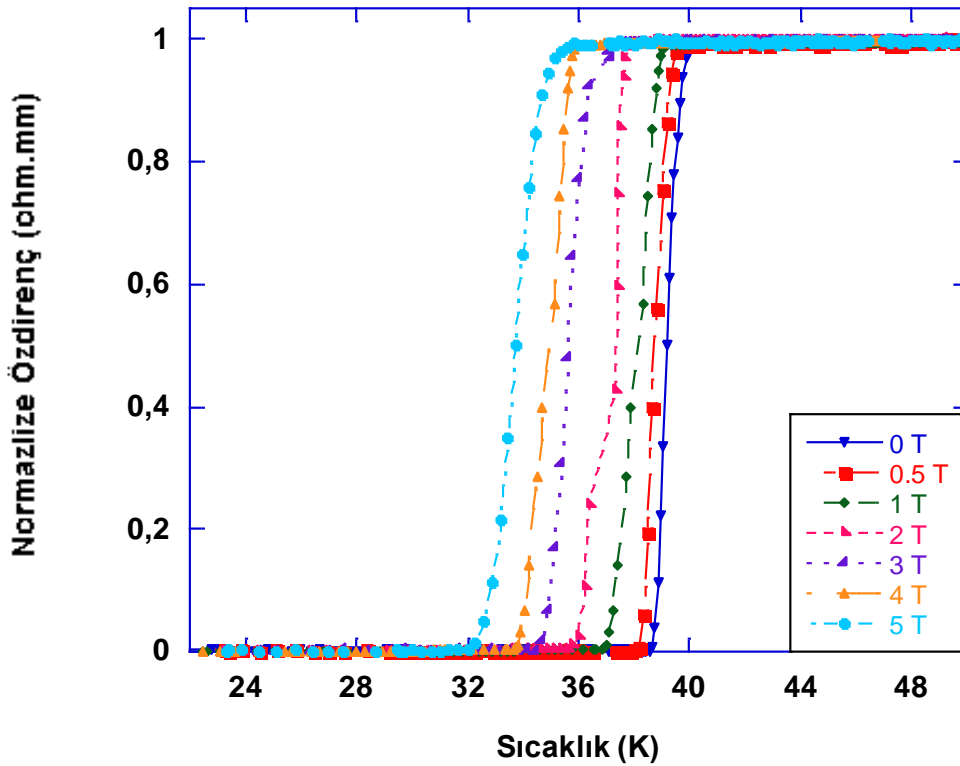
üzere 1 saatte üretilen numunelerdeki oksijen miktarı 0,5 saatte üretilenlere nispeten daha fazladır. Bu da daha fazla ısıl işlem süresinin numunelerde oksijen miktarını arttırabileceği sonucunu doğurur.

MgB₂ üretiminde oksijeni yapıdan tamamen uzak tutmak neredeyse imkânsızdır. Fakat laboratuvar ortamında numune üretirken çok aktif bir metal olan Mg'nin O ile temasının en aza indirilmesi olumlu sonuçlar verebilmektedir.

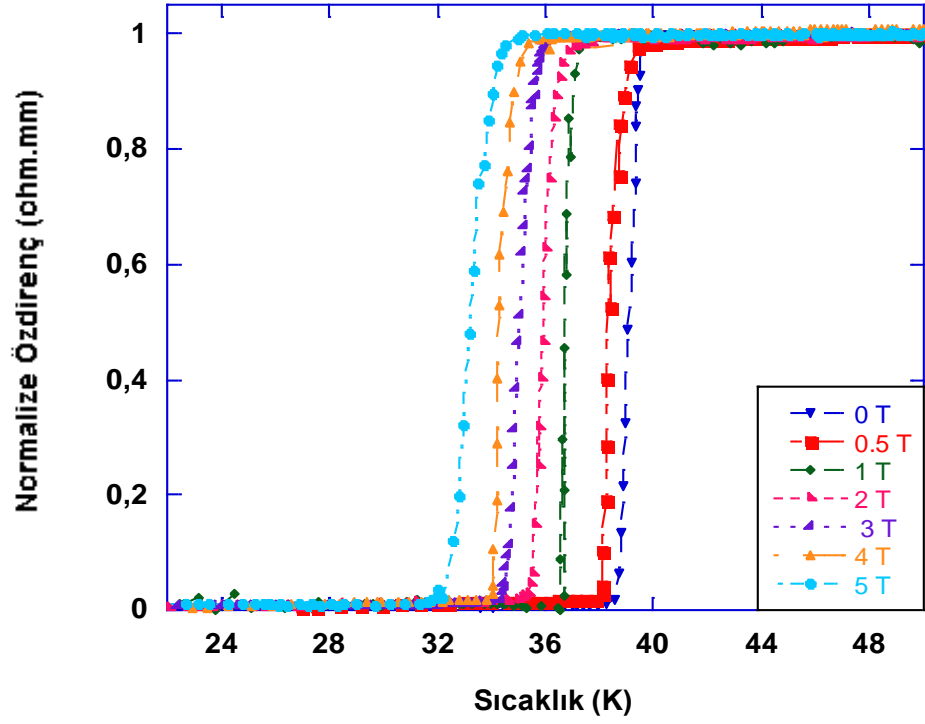
4.2. Elektriksel Karakterizasyon

4.2.1. Manyetik Alan Altında Özdirenç Ölçümleri (Magnetoresistivity)

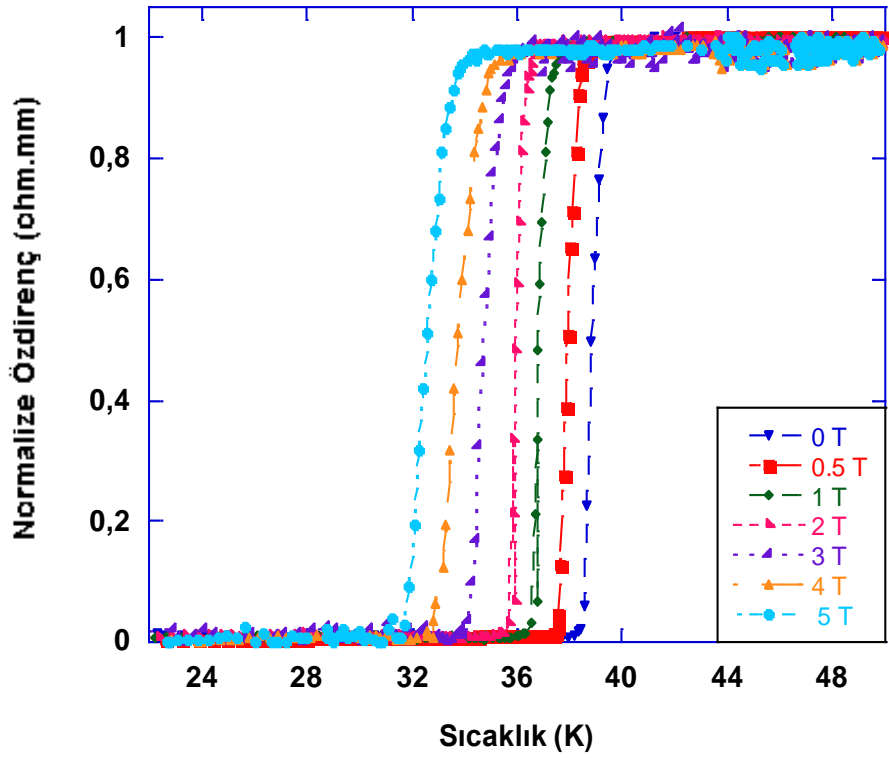
Üretilen MgB₂ numunelerinin manyetik alan altında özdirenç değerlerini incelemek için $\rho - T$ ölçümleri gerçekleştirildi. Tüm ölçümler 10-50 K sıcaklık ve 0-5 Tesla manyetik alan aralığında değişen değerler altında alındı. Tüm numunelerin manyetik alan altında özdirençinin sıcaklığa bağlı değişim eğrisi Şekil 4.7 ve Şekil 4.8' de verilmiştir.



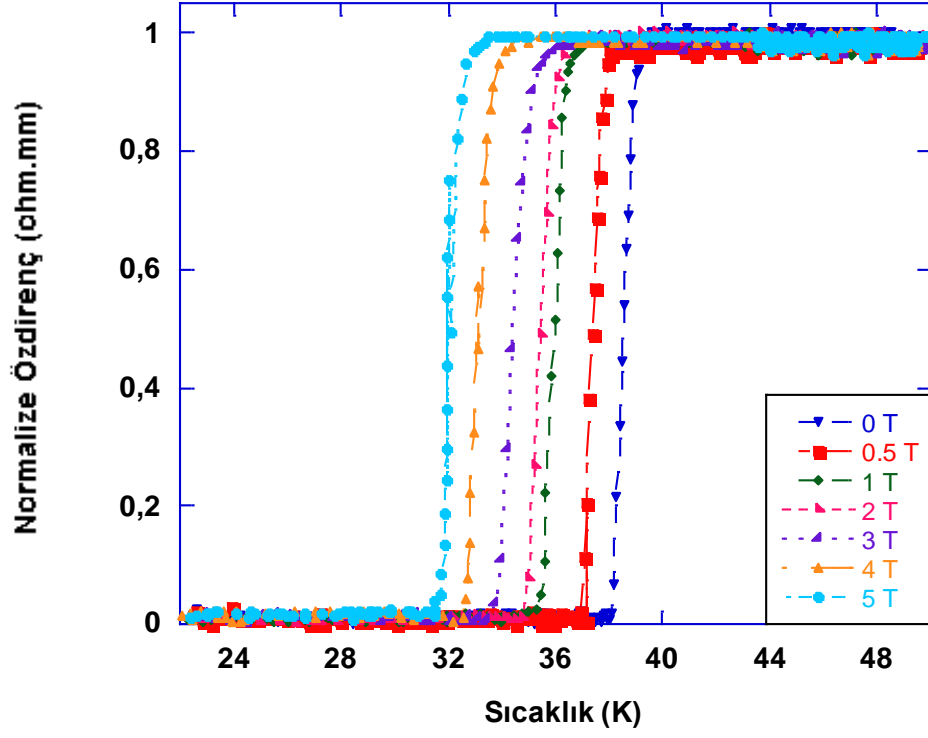
(a)



(b)



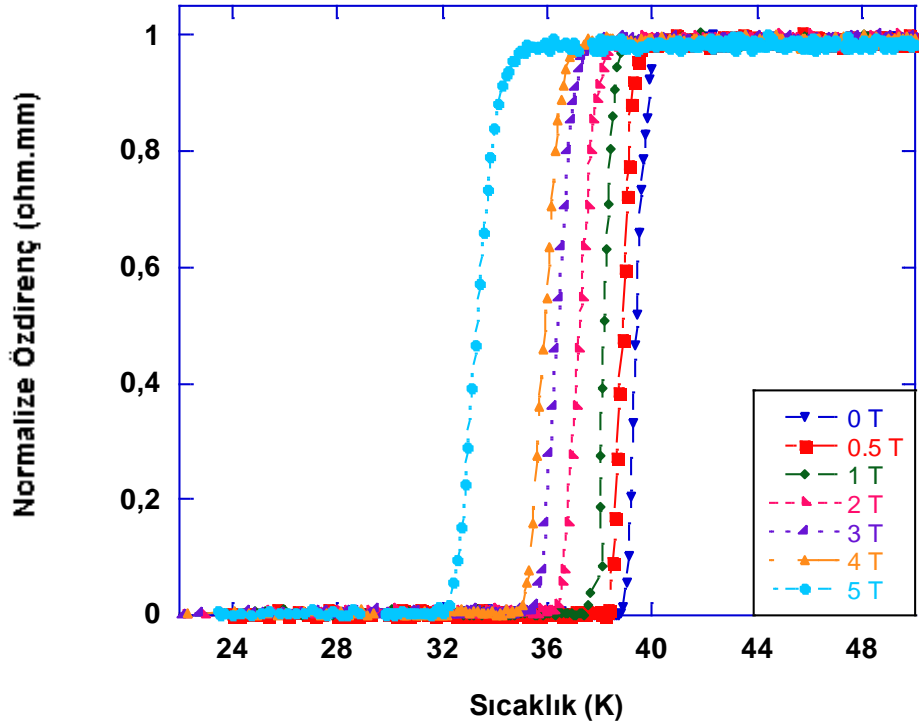
(c)



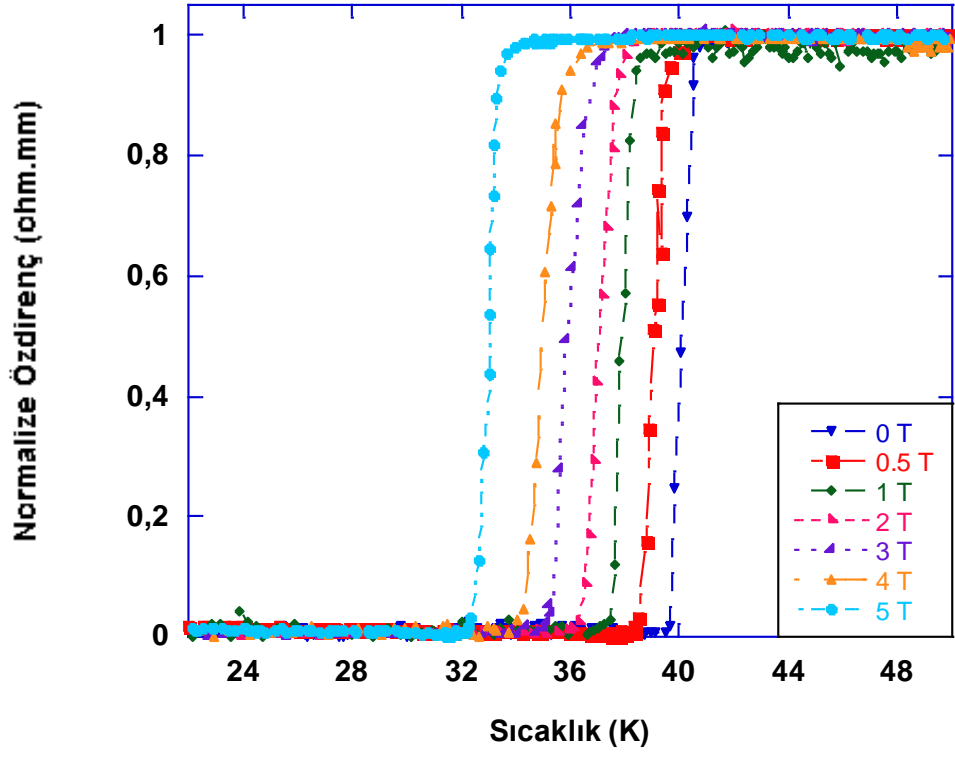
(d)

Şekil 4.7. 0,5 saatte üretilen numunelerin $\rho - T$ grafikleri

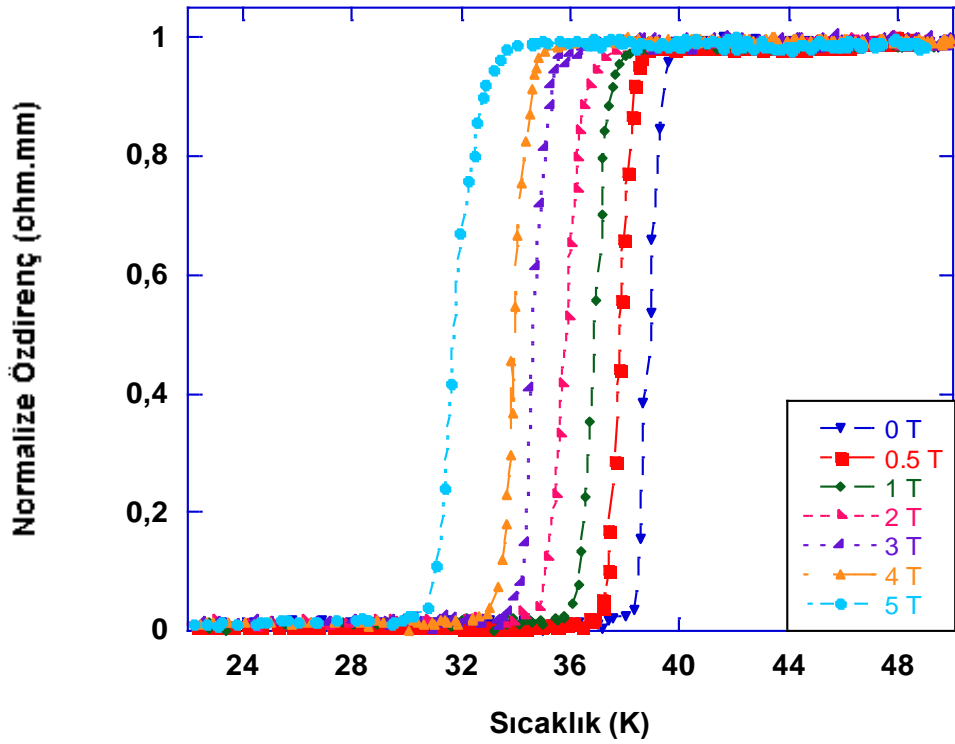
(a) MgB-05-V, (b) MgB-05-0B, (c) MgB-05-10B, (d) MgB-05-20B



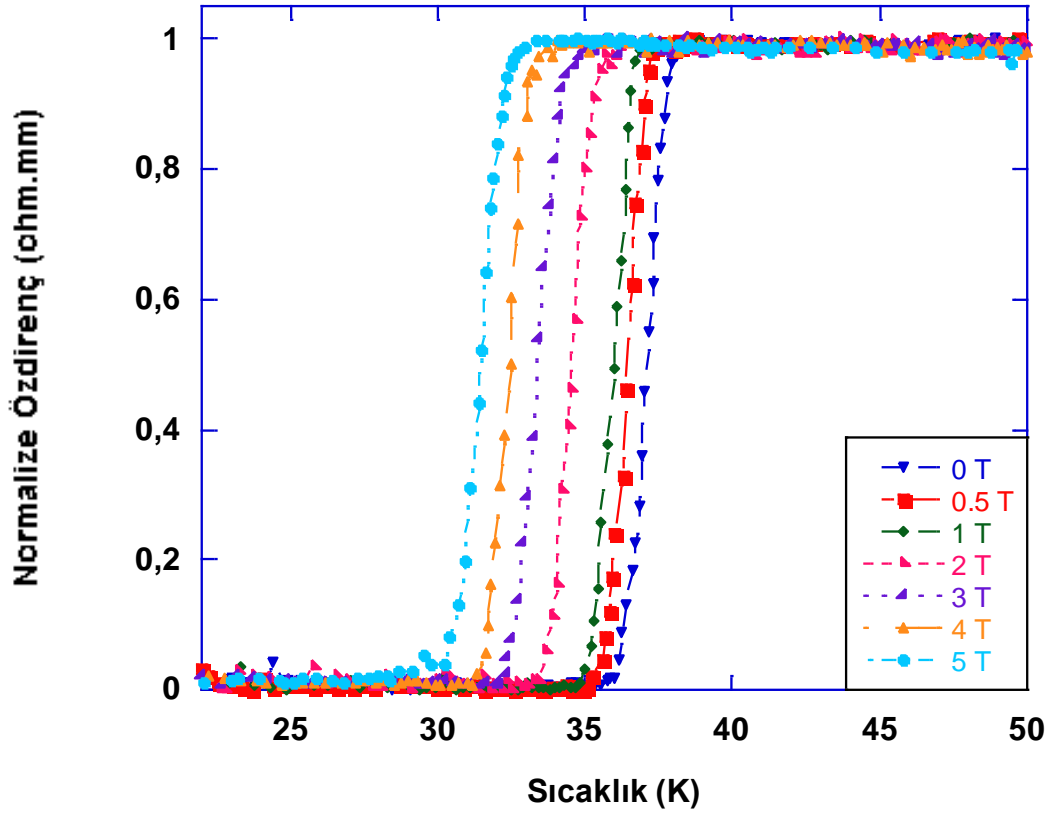
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.8. 1 saatte üretilen numunelerin $\rho - T$ grafikleri
 (a) $MgB-1-V$ (b) $MgB-1-0B$ (c) $MgB-1-10B$ (d) $MgB-1-20B$

Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı olan T_c^{onset} ve direncin sıfıra düştüğü sıcaklık olan T_c^{offset} değerleri, $\rho - T$ grafiklerinden belirlenerek Tablo 4.10 ve Tablo 4.11'de verilmiştir. Grafikten de görüleceği üzere numunelerin hepsi, T_c^{onset} değerinin yukarısında metalik davranış göstermektedir. Kritik sıcaklık değerleri manyetik alanın bir fonksiyonu olarak değişmektedir. Her numune için artan manyetik alan değerleri ile birlikte T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinde azalma meydana gelmektedir. Bu durum numunelerde manyetik alanla birlikte artan süperiletken tanecikler arası zayıf bağlardan kaynaklanmaktadır. Manyetik alan numunelerin içerisine zayıf bağların olduğu sınırlardan girmeye başlar ve süperiletkenliği olumsuz etkiler.

MgB_2 numunelerini teker teker analiz edildiğinde ise iki seride de vakum ortamında üretilen numunelerin kritik sıcaklık değerlerinin en yüksek olduğu görülür. Ar atmosferinde üretilen numuneler vakum ortamında üretilenlere göre daha düşük T_c

değerleri sergilemişlerdir. Uygulanan basıncın artmasıyla bu T_c değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. $MgB-05-V$ ve $MgB-1-V$ için sırasıyla 40,00 ve 39,99 K olan T_c değerleri; $MgB-05-20B$ ve $MgB-1-20B$ için 39,69 ve 38,11 K değerlerine kadar düşmüştür. $MgB-05$ ve $MgB-1$ serileri kıyaslandığında ise 1 saatte üretilen numunelerin çok az farkla daha düşük T_c değerleri sergilediği söylenebilir.

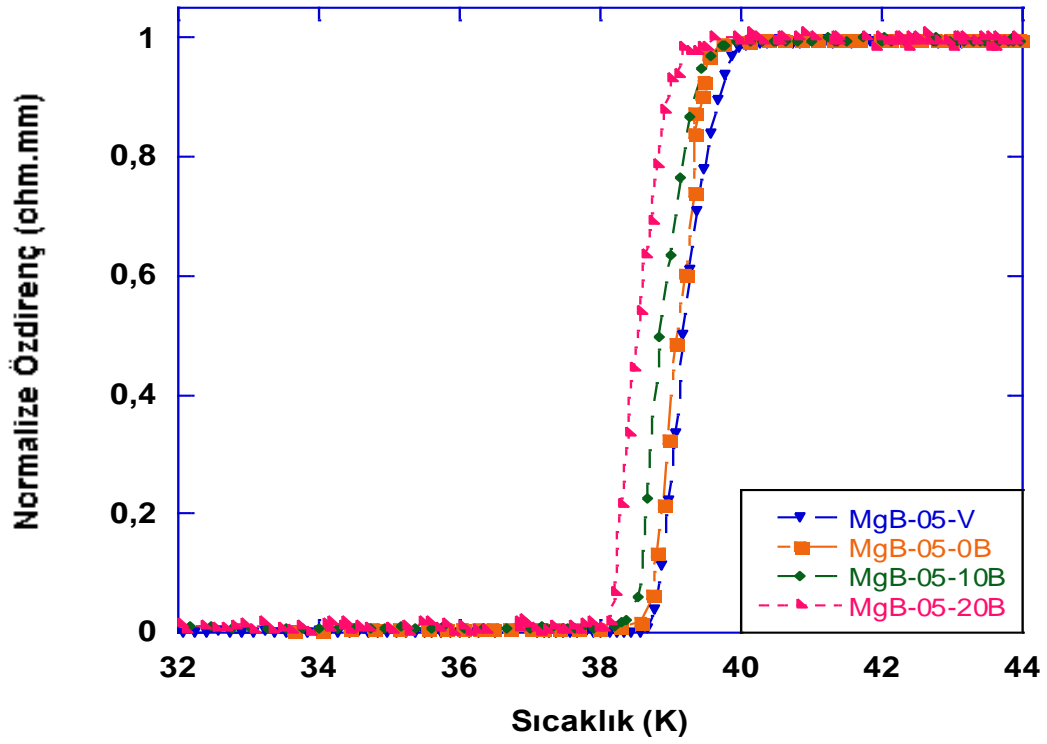
Süperiletken metallerde basınçla birlikte T_c 'de meydana gelen azalma birçok çalışmada gözlenmiştir (Gubser et al., 1975; Jennings et al., 1958; Wittig 1966; Il'ina et al., 1970). BCS tipi basit metallerde basıncın T_c 'de düşüş meydana getirdiği bilinmektedir. Bu durum MgB_2 metalik süperiletkeni için de geçerlidir. Şu ana kadar çalışılan en yüksek basınç değerine kadar MgB_2 basınca olumsuz tepki vermiş ve geçiş sıcaklığı düşmüştür (Vogt et al., 2001; Bordet et al., 2001). Basınçla birlikte T_c 'nin düşüşü, bu bileşikte B elementinden kaynaklanan yüksek fonon frekanslı BCS tipi çiftlenimin olduğu fikrini destekler (Hirsch et al., 2001). Bu durum, $B-B$ ve $B-Mg$ bağlarının kısılmasından kaynaklanan Fermi enerjisindeki durum yoğunluğunun azalmasının, T_c 'de artışa sebep olabilecek fonon frekansındaki artışa karşı daha baskın olduğunu gösterir.

Tablo 4.10. Numunelere ait T_c^{onset} deęerleri

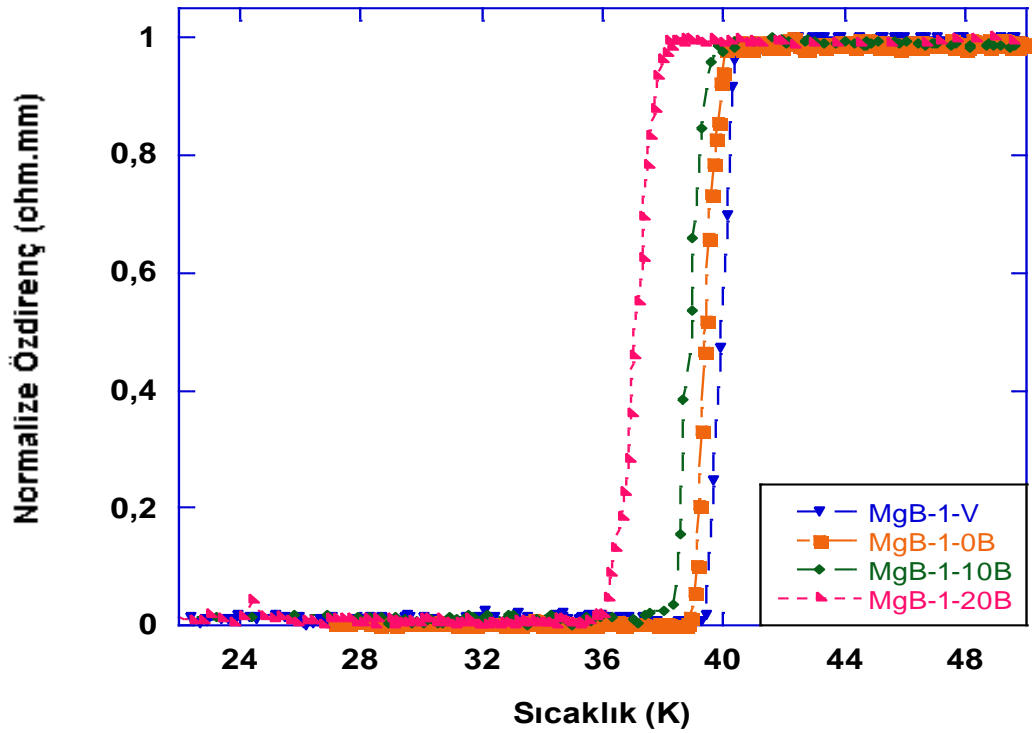
Numune	T_c^{onset} (K)						
	0 T	0,5 T	1 T	2 T	3 T	4 T	5 T
MgB-05-V	40,00	39,66	39,11	37,11	37,00	35,88	35,27
MgB-05-0B	39,74	39,40	37,72	37,00	35,99	35,42	34,56
MgB-05-10B	39,71	38,61	37,61	36,81	35,97	35,39	34,42
MgB-05-20B	39,69	38,37	37,00	36,74	35,83	34,43	33,15
MgB-1-V	39,99	39,41	38,94	38,63	37,87	37,11	35,00
MgB-1-0B	39,97	38,88	38,44	38,23	37,65	36,66	34,07
MgB-1-10B	38,69	38,55	37,91	37,50	36,26	35,13	33,55
MgB-1-20B	38,11	37,36	36,80	35,83	34,77	33,75	30,54

Tablo 4.11. Numunelere ait T_c^{offset} deęerleri

Numune	T_c^{offset} (K)						
	0 T	0,5 T	1 T	2 T	3 T	4 T	5 T
MgB-05-V	38,44	38,00	36,77	35,55	34,44	33,66	31,94
MgB-05-0B	38,41	37,87	36,50	35,22	34,32	33,08	31,90
MgB-05-10B	38,29	37,22	36,36	35,16	33,75	32,61	31,36
MgB-05-20B	37,93	37,44	35,22	34,80	33,33	32,43	31,32
MgB-1-V	39,74	38,30	37,48	36,13	35,75	34,88	32,06
MgB-1-0B	38,30	38,22	37,21	36,00	34,93	33,61	31,99
MgB-1-10B	38,04	36,66	35,83	34,33	33,61	32,63	30,33
MgB-1-20B	35,88	35,13	34,72	33,47	32,00	31,25	30,27

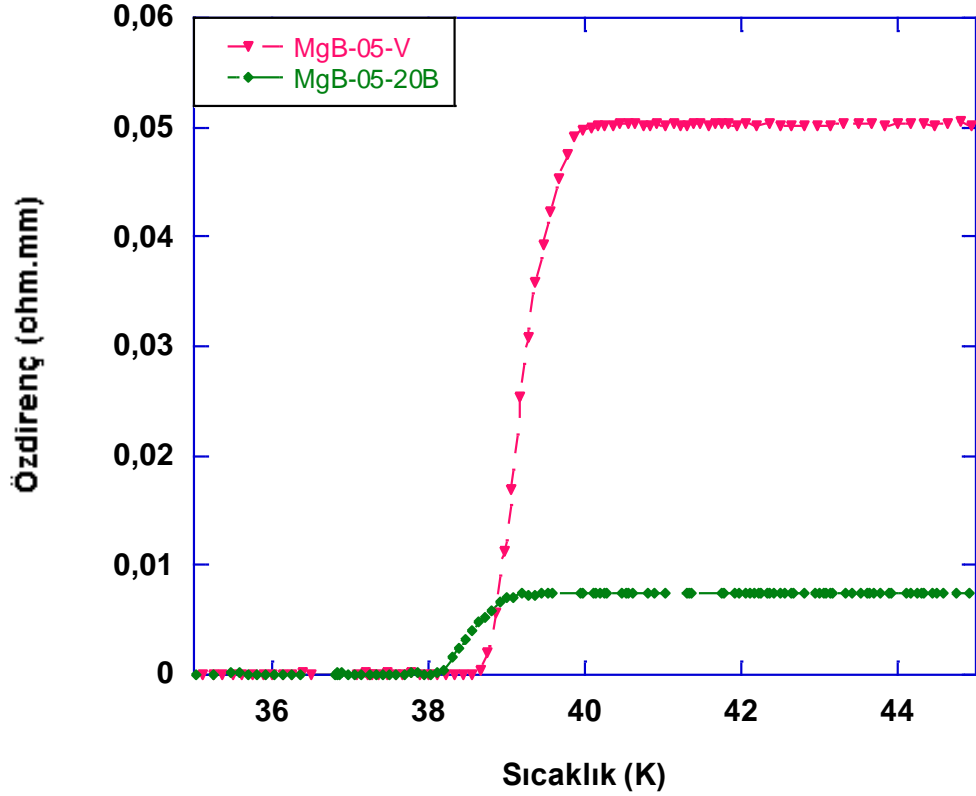


Şekil 4.9. 0,5 saatte üretilen numunelerin 0 T manyetik alan altında $\rho - T$ grafikleri

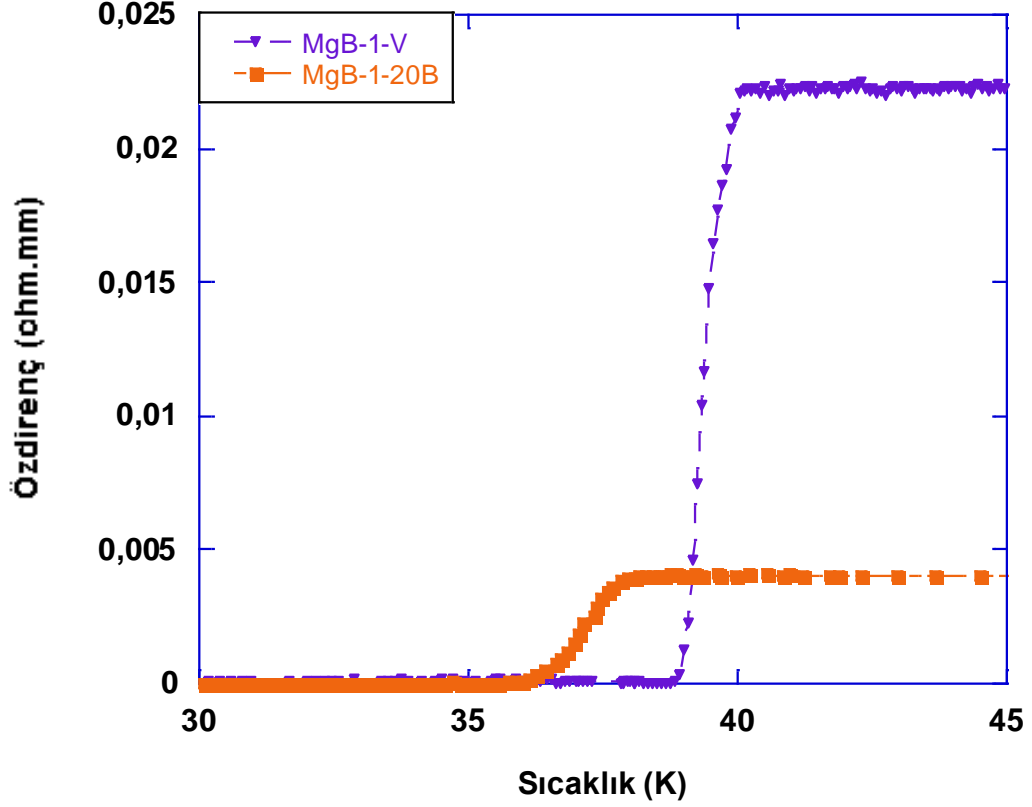


Şekil 4.10. 1 saatte üretilen numunelerin 0 T manyetik alan altında $\rho - T$ grafikleri

Üretilen MgB₂ süperiletkenlerinin normalize edilmiş öz direnç- sıcaklık grafikleri Şekil 4.9 ve şekil 4.10'da verilmiştir. İki seride de MgB-V numunelerinin en yüksek öz direnç değerlerine sahip olduğu saptanmıştır. Bunun yanında MgB-0B, MgB-10B ve MgB-20B numunelerinin öz direnç değerlerinde kayda değer bir farklılık gözlenememiştir. Daha sağlıklı kıyaslama yapabilmek açısından MgB-V ve MgB-20B numunelerinin 0,5 ve 1 saatteki $\rho - T$ şekil 4.11 ve Şekil 4.12'de verilmiştir. MgB-05-V ve MgB-1-20B için öz direnç değerleri sırasıyla 0,0525 ve 0,0110 ohm.mm olarak bulunmuştur. MgB-1-V ve MgB-1-20B için öz direnç değerleri ise 0,0242 ve 0,0052 ohm.mm olarak tespit edilmiştir. Buradan yola çıkarak ısıtma süresinin ve basıncın artmasıyla numunelerin öz direncinin azaldığı söylenebilir.



Şekil 4.11. MgB-05-V ve MgB-05-20B numunelerinin $\rho - T$ grafikleri



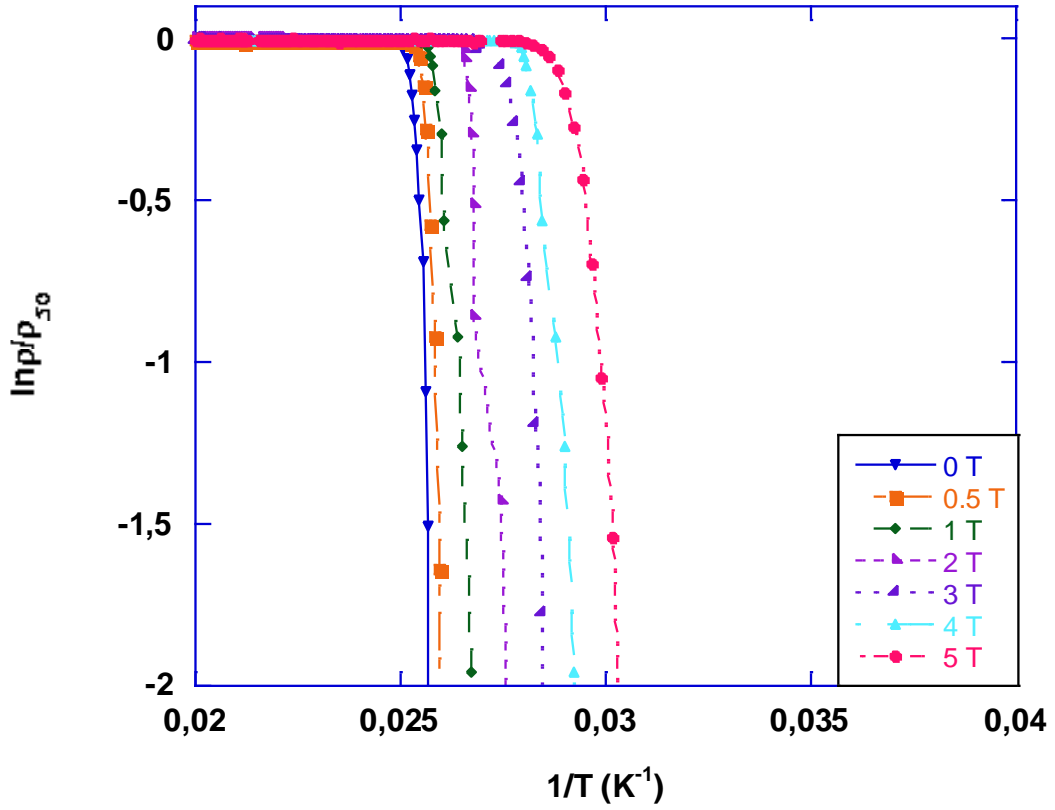
Şekil 4.12. *MgB-1-V* ve *MgB-1-20B* numunelerinin $\rho - T$ grafikleri

4.2.2. Aktivasyon enerjisi

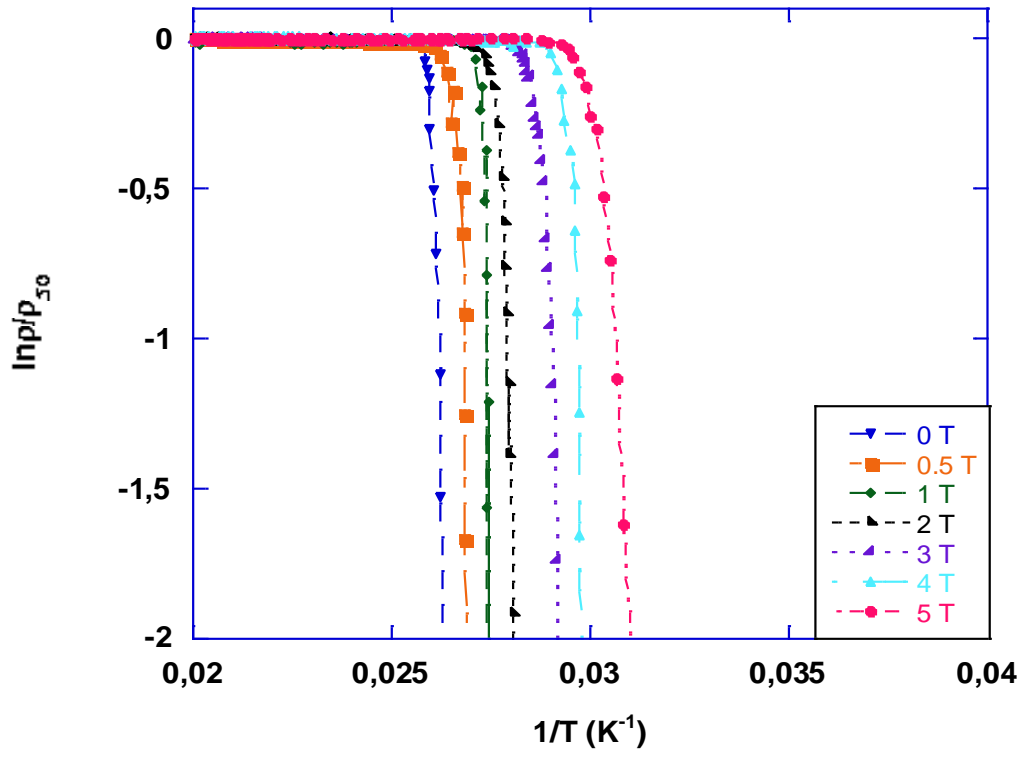
Süperiletkenlerde akı çivileme özellikleri önemli bir rol oynar. Akı çivileme yeteneği, akı çivileme kuvveti yoğunluğundan veya aktivasyon enerjisinden belirlenebilir (Pu et al., 2001; Vinu et al., 2009). *Aktivasyon enerjisi* (U_0) ise, çivileme merkezlerinde manyetik akının tutulması için potansiyel enerji bariyeri olarak ifade edilebilir. Diğer bir deyişle aktivasyon enerjisi bir süperiletkenin akı çivileme kuvvetinin bir ölçüsüdür (Vinu et al., 2009). Aktivasyon enerjisi, *Arrhenius bağıntısı* ile ifade edilen *termal desteklenmiş akı akışı teorisinden (TAFF)* elde edilir (Anderson, 1962; Anderson ve Kim, 1964). Arrhenius bağıntısı

$$\rho (B, T) = \rho_0 \exp (-U_0(B, T)/k_B T) \quad (4.4)$$

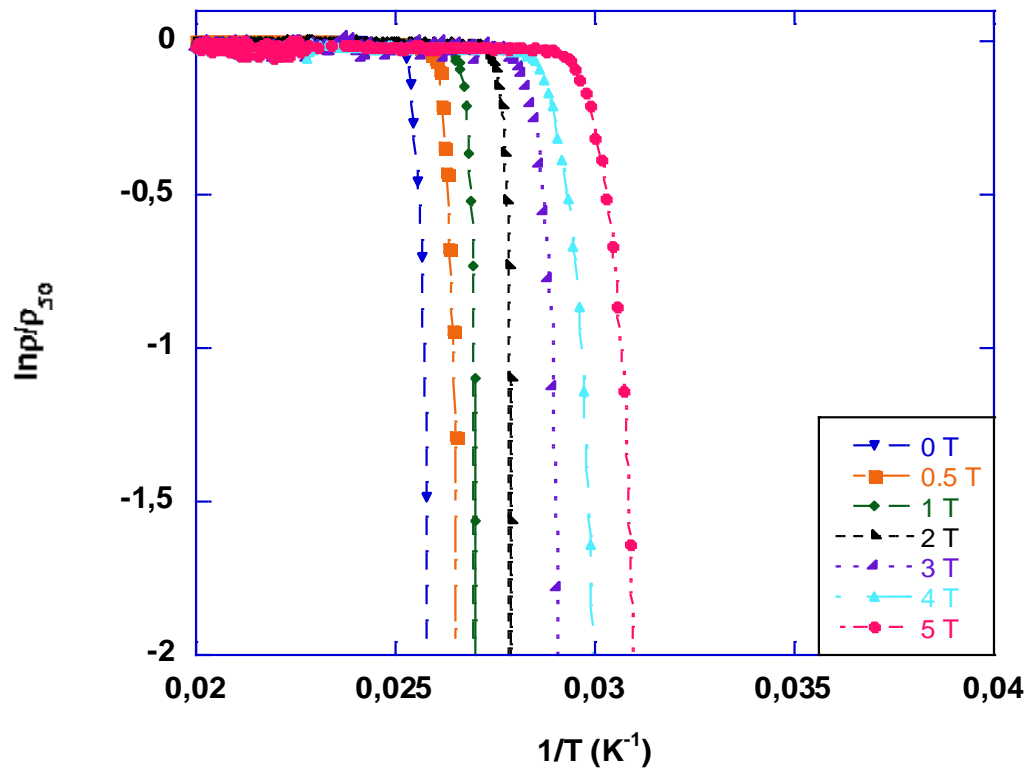
ile verilir. Burada ρ_0 alandan bağımsız eksponansiyel faktör, U_0 , aktivasyon enerjisi, k_B ise Boltzman sabitidir. Burada $U_0(B, T) = U_0(B)U_0(T)$ şeklinde yazılır. Aktivasyon enerjisinin sıcaklık bağımlılığı ise $U_0(T) = (1 - T/T_p)^m$ olarak ifade edilir. İfadeden de anlaşılacağı üzere aktivasyon enerjisi hem manyetik alana hem de sıcaklığa bağlıdır. In ρ/ρ_0 'ın $1/T$ 'ye karşı grafiğinin fit edilmesi *Arrhenius eğrisi* olarak adlandırılır. Ve bu grafiğin kuyruk kısmındaki lineer verilerin eğimi manyetik alana bağlı aktivasyon enerjisini $U_0(B)$ verir (Abou-Aly et al., 2010; Abou-Aly et al., 1999) Tüm numunelerin farklı manyetik alanlar (0-5T) altındaki In ρ/ρ_0 'ın $1/T$ grafikleri Şekil 4.13 ve Şekil 4.14'te; grafiklerden hesaplanan aktivasyon enerjileri Tablo 2.12'de verilmiştir.



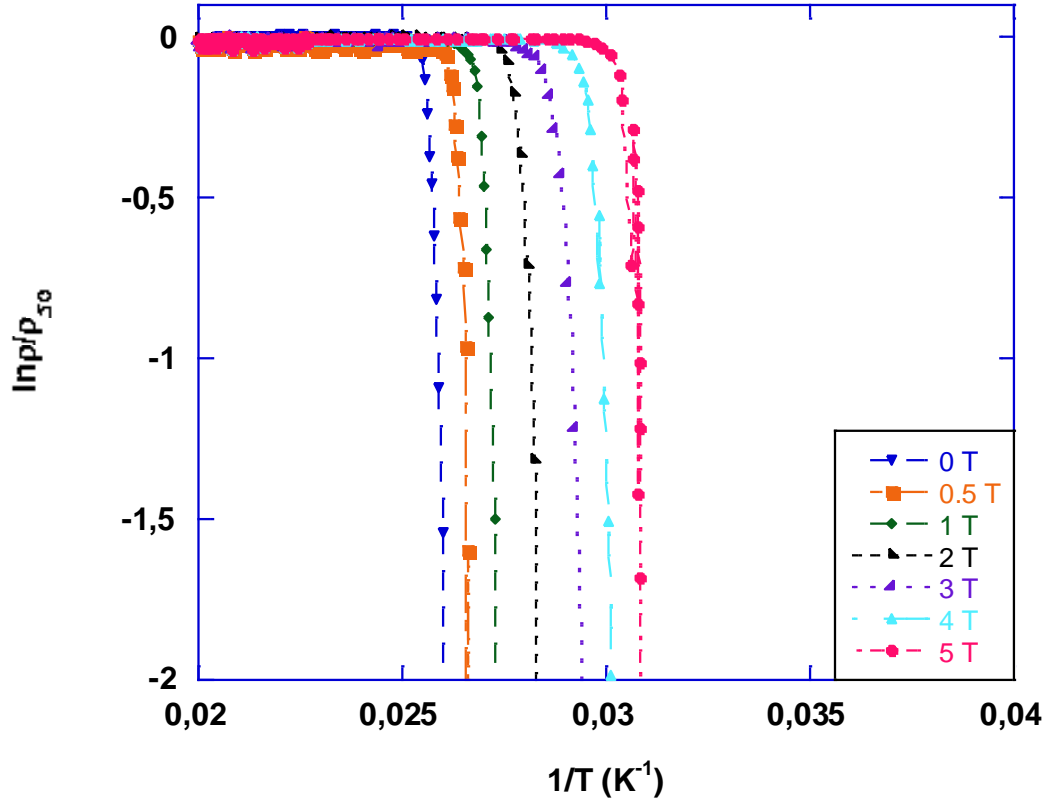
(a)



(b)

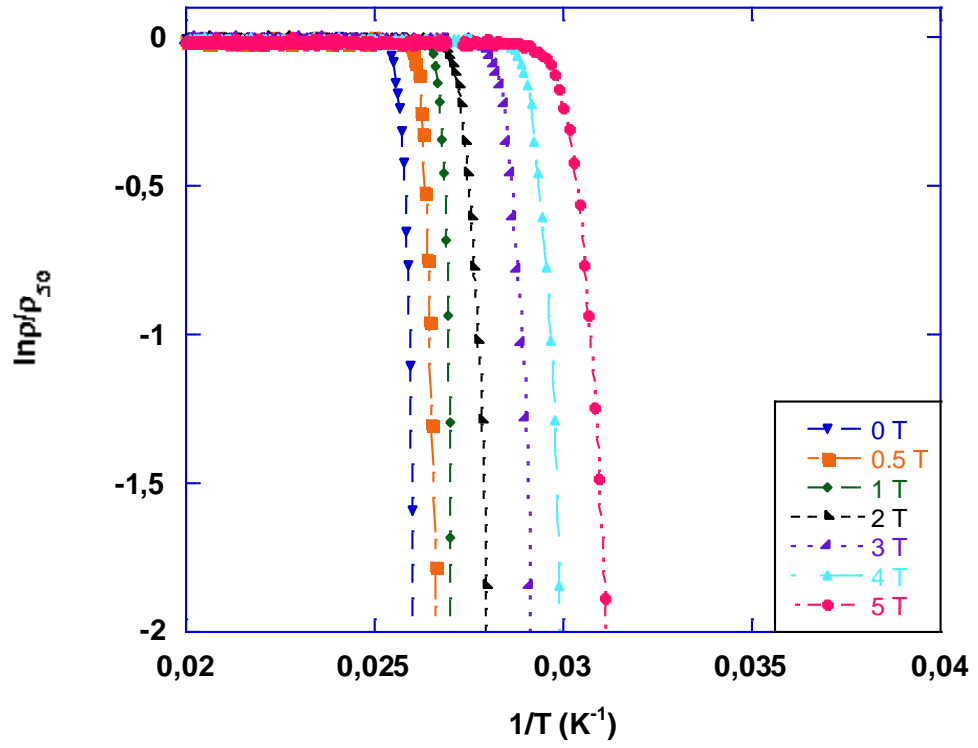


(c)

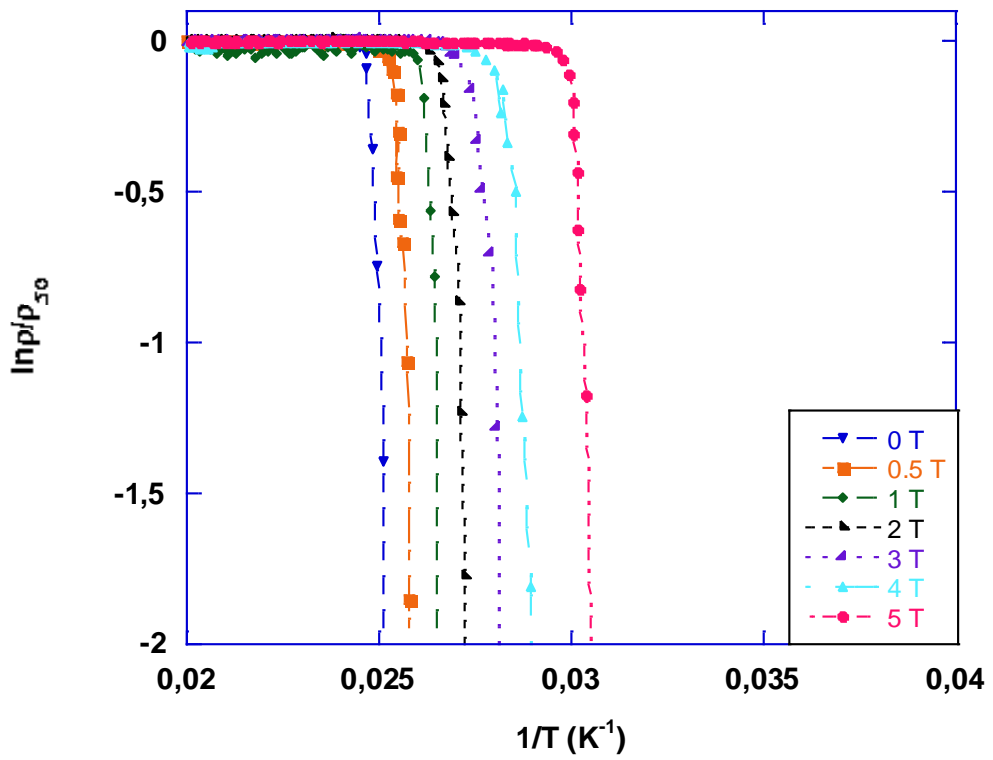


(d)

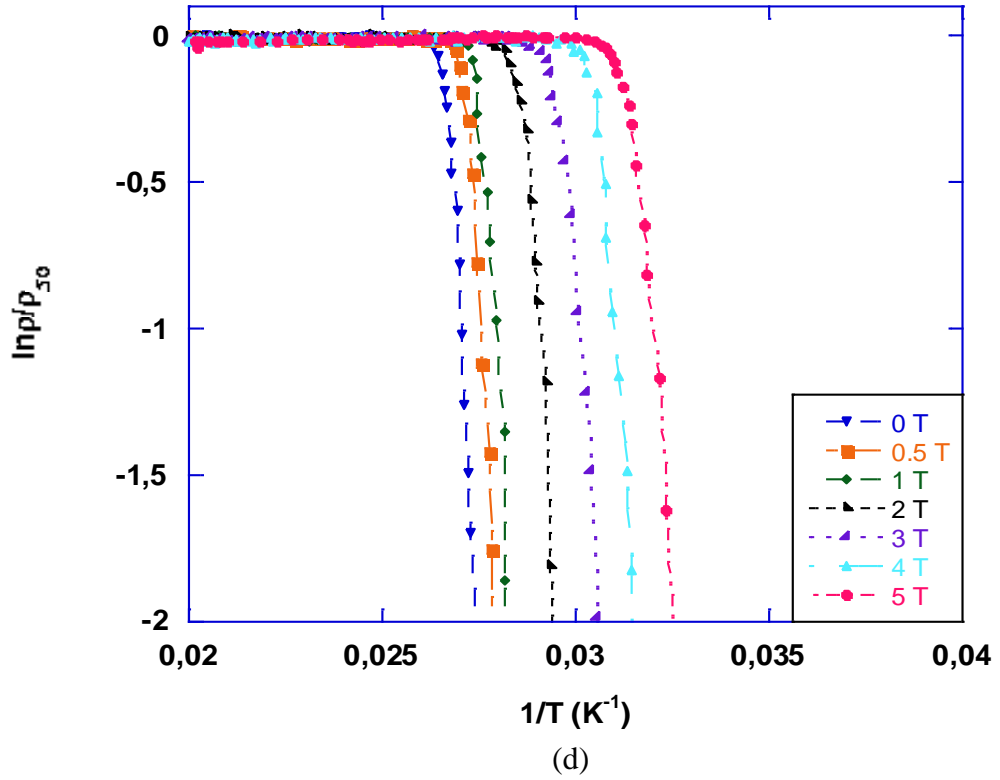
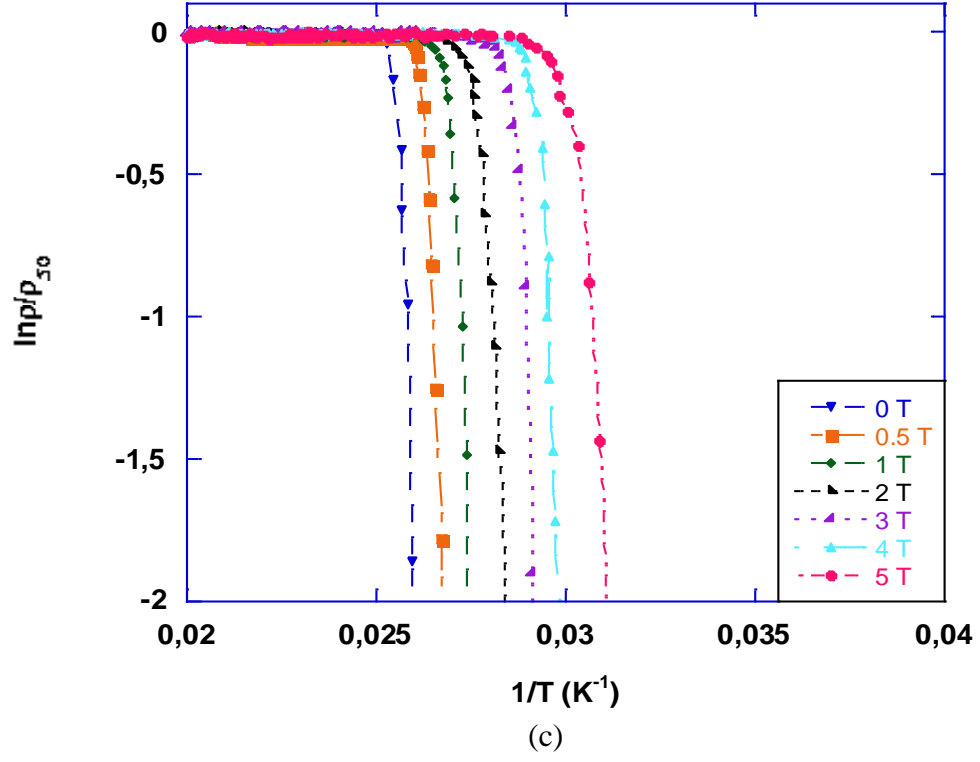
Şekil 4.13. 0,5 saatte üretilen numunelerin $\ln \rho/\rho_0 - 1/T$ grafikleri
 (a) *MgB-05-V*, (b) *MgB-05-0B*, (c) *MgB-05-10B*, (d) *MgB-05-20B*



(a)



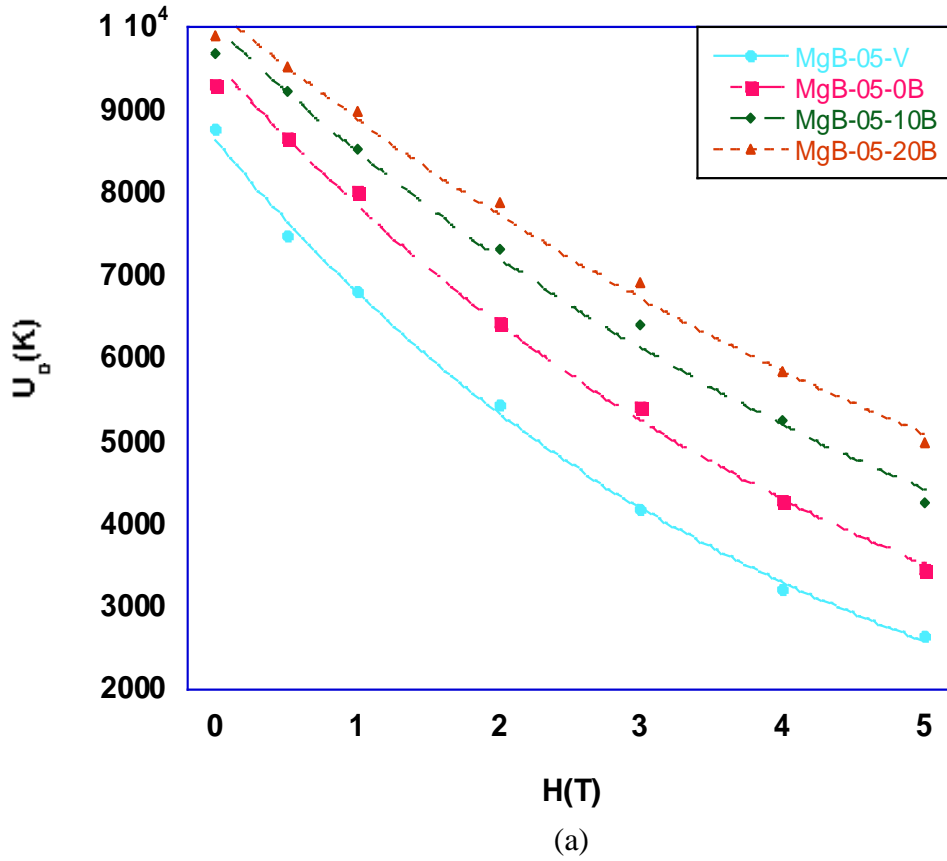
(b)

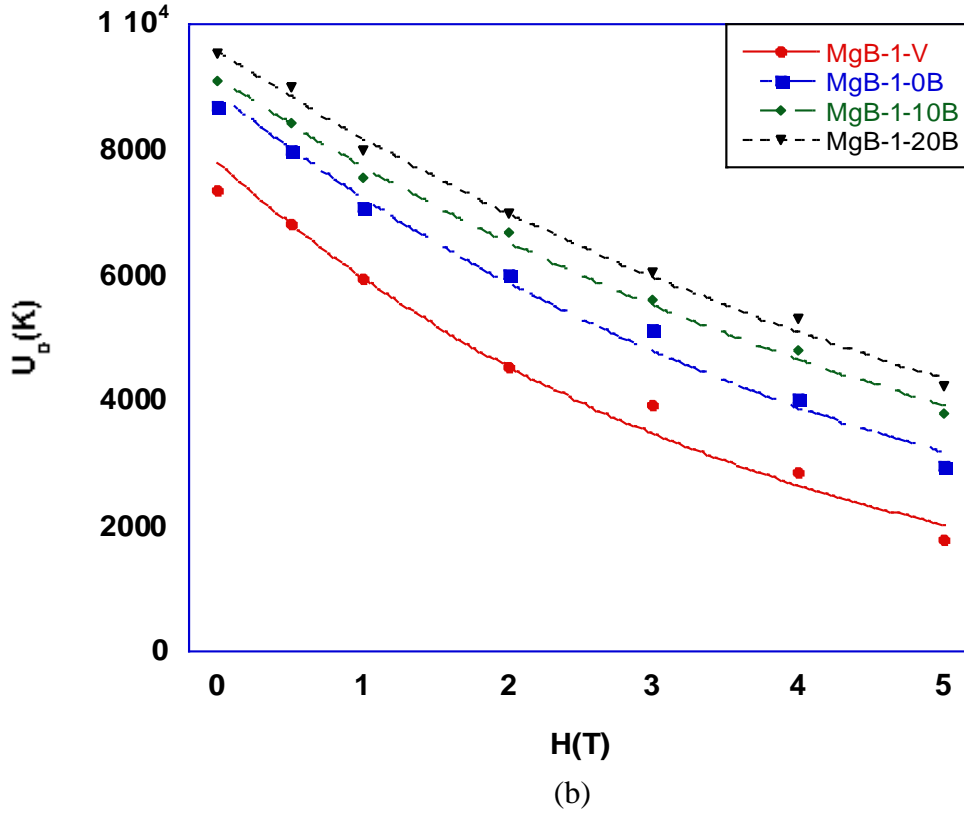


Şekil 4.14. 1 saatte üretilen numunelerin $\ln \rho / \rho_0 - 1/T$ grafikleri
 (a) *MgB-1-V*, (b) *MgB-1-0B*, (c) *MgB-1-10B*, (d) *MgB-1-20B*

Tablo 4.12. 0,5 ve 1 saatte üretilen numunelerin aktivasyon enerjileri

Numune	Aktivasyon enerjisi (J/mol)						
	0 T	0,5 T	1 T	2 T	3 T	4 T	5 T
<i>MgB-05-V</i>	8769	7472	6811	5438	4171	3215	2644
<i>MgB-05-0B</i>	9295	8657	8006	6437	5418	4280	3486
<i>MgB-05-10B</i>	9673	9232	8531	7316	6410	5249	4253
<i>MgB-05-20B</i>	9902	9507	8891	7478	6816	5444	3689
<i>MgB-1-V</i>	7345	6813	5943	4535	3934	2856	1778
<i>MgB-1-0B</i>	8690	7989	7076	6014	5142	4027	2956
<i>MgB-1-10B</i>	9102	8428	7549	6678	5594	4790	3810
<i>MgB-1-20B</i>	9521	8992	7989	6984	6042	5306	4215





Şekil 4.15. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelerin (U_0) - H (T) grafikleri

Tablo 4.12’de verilen değerlere göre vakum ortamından Ar atmosferine geçilmesiyle ve daha sonra uygulanan basıncın artmasıyla numunelerin aktivasyon enerjileri artmıştır. Vakum ortamında üretilen $MgB-05-V$ ve $MgB-1-V$ numunelerinin U_0 değerleri (0 T) sırasıyla 8769 ve 8345 iken; $MgB-05-20B$ ve $MgB-1-20B$ numuneleri için 9902 K ve 9521K değerlerine ulaşmıştır. Aktivasyon enerjilerindeki bu artış; basınçla birlikte tanecik boyutunun ve numune içerisindeki boşlukların azalmasıyla açıklanabilir. SEM görüntüleriyle de desteklenen bu durum numune yoğunluğunun artmasına neden olarak daha iyi ara yüzey mikroyapısına dolayısıyla daha iyi tanecik sınırlarına ve güçlü tanecik bağlantısına neden olur. Bu da numunede yüksek J_c elde edilebilecek bölgelerin oluşumunu tetikler (Vo et al., 1995).

Bunun yanında farklı ısıl işlem sürelerinde üretilen numunelerin aktivasyon enerjileri de farklılık göstermektedir. Tablodan da görüleceği üzere 0,5 saatte üretilen ($MgB-05$) serinin U_0 değerleri, 1 saatte üretilen ($MgB-1$) seriye göre daha yüksektir. Yine bunun nedeni uzayan ısıl işlem süresiyle birlikte; gözenekliliğin, tanecik boyutunun

ve tanecikler arasındaki boşlukların artmasıyla ortaya çıkan zayıf bağların akı çivilemesini azaltmasıyla açıklanır (Vo et al., 1995, Abou-Aly et al., 2010; , Abou-Aly et al., 2012).

Ayrıca uygulanan manyetik alanın artmasıyla tüm numunelerin aktivasyon enerjileri azalmıştır (Şekil.4.15). Bu beklenen bir sonuçtur çünkü artan manyetik alanla birlikte tanecikler arasındaki zayıf bağların tahrip olmasıyla manyetik alan içeri girmeye başlar ve bu da süperiletkenliği bozar (Abou-Aly et al.,2012).

4.3. Numunelerin Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu

MgB₂'nin yüksek sıcaklık ve manyetik alanlardaki endüstriyel uygulamaları için fiziksel, elektriksel, mikroyapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin yanında *sertlik, elastik modülü, gerilme, kırılma dayanımı* gibi mekanik özelliklerinin de belirlenmesi ve optimizasyonu önemlidir. Mekanik özellikleri belirlemek için kullanılan en yaygın ve kullanışlı yöntemlerden biri sertlik testleridir.

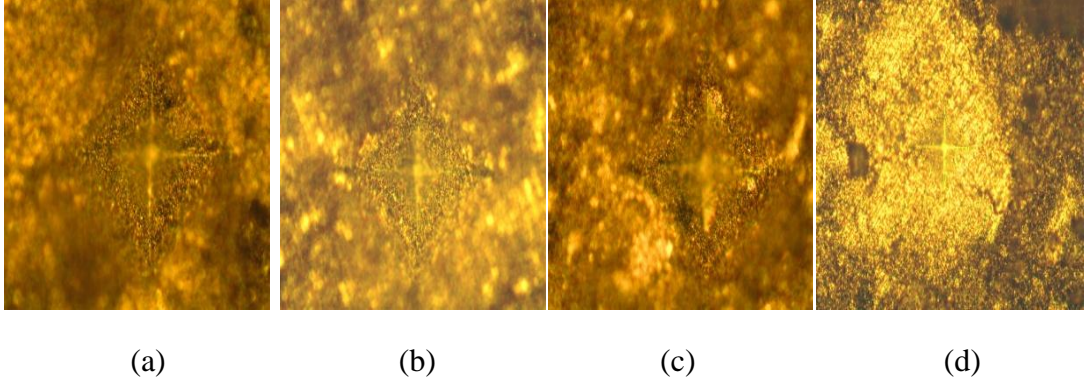
4.3.1. Vickers Mikrosertlik Testi

Sertlik, uygulanan bir kuvvete malzemenin gösterdiği karakteristik dirence denir. Sertlik; yoğunluk, termal iletkenlik gibi iç bir özellikten ziyade bir dış özellik olarak kabul edilir. Bir malzemenin sertliği uygulanan metod ve tekniklere bağlıdır. Bu çalışmada üretilen MgB₂ numunelerin sertlik değerlerini saptamak için Vicker's Mikrosertlik Testi kullanılmıştır. Vickers Mikrosertlik testi, uygulama kolaylığı, kısa zaman alması, tahrip edici bir yöntem olmamasından dolayı diğer sertlik testlerinden ayrılır. Ayrıca Vickers çentici ucu küresel uçlara oranla daha hassas sonuç vermektedir.

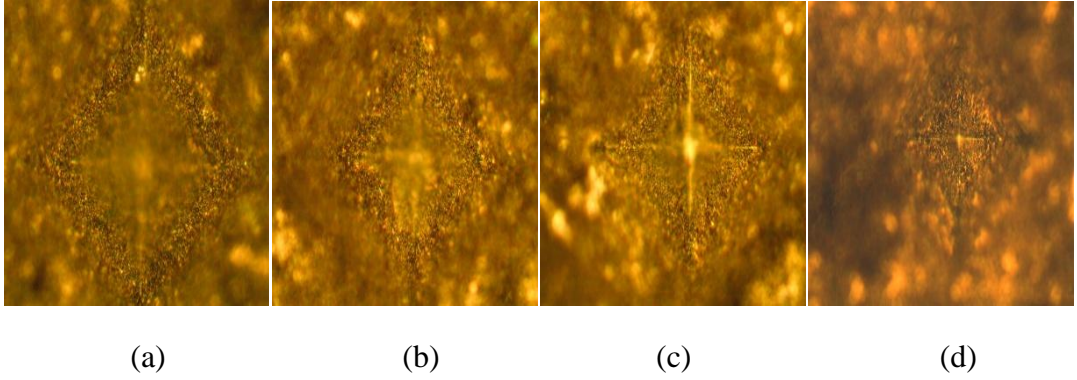
Vickers Mikrosertlik testinde elmas uçlu piramit, 0,245 N, 0,490 N, 0,980 N, 1,960 ve 2,940 N olmak üzere 5 farklı yükü numuneler üzerine 10 s süreyle bastırıldı. Daha sonra yüzeyde oluşan dikdörtgen izin köşegenleri mikroskopla ölçüldü. Hesaplanan ortalama köşegen uzunluğu aşağıda verilen eşitlikte kullanılarak numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri belirlendi.

$$H_v = 1854.4 \frac{F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2} \quad (4.5)$$

Her bir numune için 2,940 N yük altında oluşan izin fotoğrafları çekilerek Şekil 4.16 ve Şekil 4.17'de gösterilmiştir.



Şekil 4.16. 0,5 saatte üretilen numunlerin 2,940 N yük altında optik iz fotoğrafları
a) *MgB-05,-V* b) *MgB-05-0B*, c) *MgB-05-10,B* d) *MgB-05-20B*



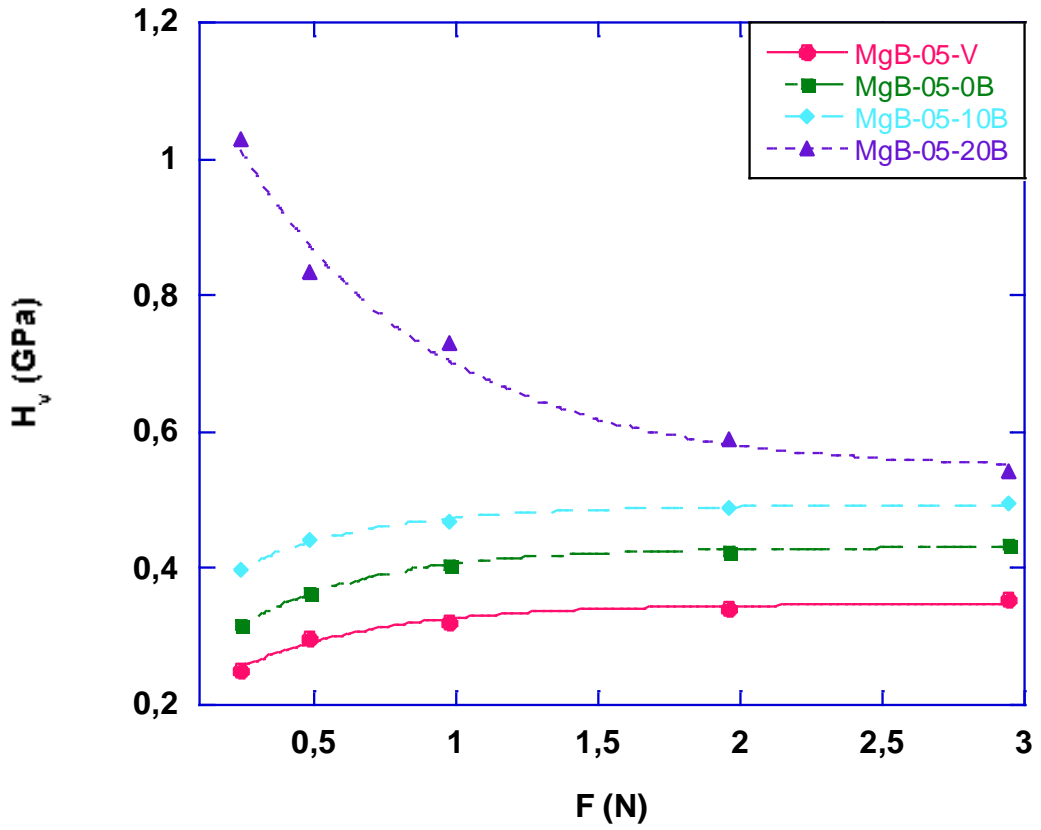
Şekil 4.17. 1 saatte üretilen numunelerin 2,940 N yük altında optik iz fotoğrafları
a) *MgB-1-V*, b) *MgB-1-0B*, c) *MgB-1-10B*, d) *MgB-1-20B*

Numunelerin optik iz fotoğraflarından belirlenen köşegen uzunlukları ve denklem (1.7), (1.8), (1.9), (1.10) kullanılarak farklı yük altındaki *mikrosertlik* (H_v), *elastik modülü* (E), *gerilme* (Y) ve *kırılma dayanımı* (K_{IC}) değerleri hesaplandı ve değerler Tablo 4.13'de verildi.

Tablo 4.13. Numunelerin uygulanan yüke bağımlı H_v , E , Y ve K_{IC} değerleri

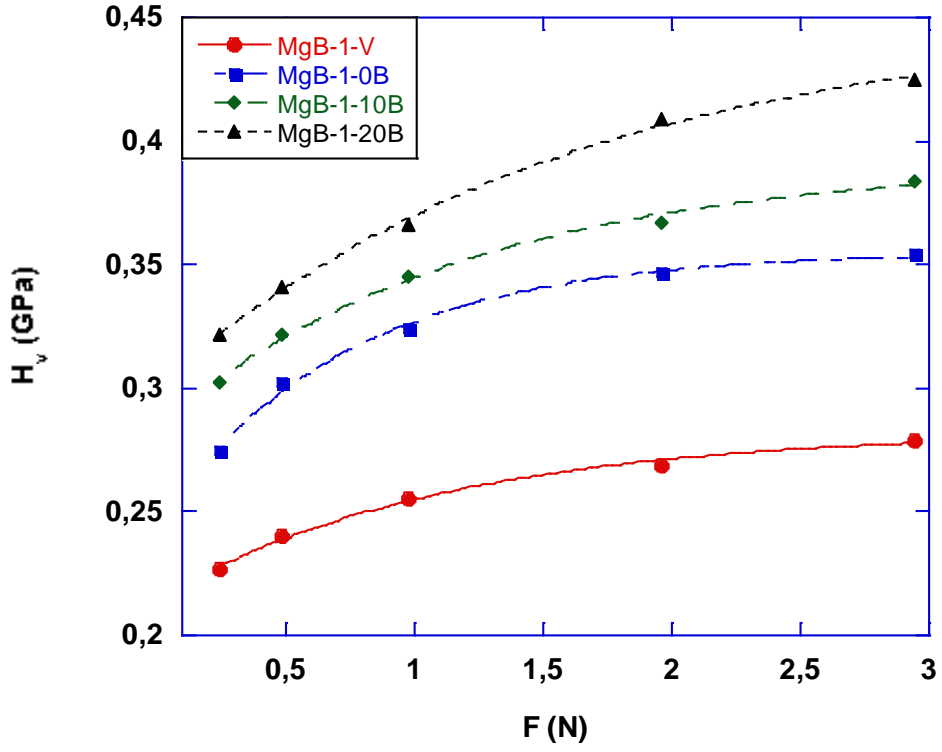
<i>Numune</i>	<i>Uygulanan Yük(N)</i>	$d_{ort} (\mu m)$	$H_v (GPa)$	$E (GPa)$	$Y (GPa)$	$K_{IC} (Pa/m^{1/2})$
MgB-05-V	0,245	42,46	0,252	20,654	0,084	388,296
	0,490	57,06	0,279	22,867	0,093	408,575
	0,980	75,12	0,322	26,392	0,107	438,932
	1,960	103,24	0,341	27,949	0,113	451,694
	2,940	124,27	0,353	28,933	0,117	459,576
MgB-05-0B	0,245	37,91	0,316	25,900	0,105	423,964
	0,490	49,82	0,366	29,998	0,122	456,213
	0,980	67,06	0,404	33,113	0,134	479,378
	1,960	92,47	0,425	34,834	0,141	491,678
	2,940	112,08	0,434	35,572	0,144	496,859
MgB-05-10B	0,245	33,88	0,398	32,621	0,132	410,273
	0,490	45,28	0,443	36,309	0,147	432,844
	0,980	62,24	0,469	38,440	0,156	445,365
	1,960	86,30	0,488	40,080	0,162	454,766
	2,940	104,52	0,499	40,890	0,166	459,339
MgB-05-20B	0,245	21,01	1,0290	84,340	0,343	1130,003
	0,490	33,02	0,833	68,275	0,277	1016,702
	0,980	49,92	0,729	59,751	0,243	951,120
	1,960	78,62	0,588	48,194	0,196	854,199
	2,940	100,20	0,543	44,506	0,181	820,865
MgB-1-V	0,245	44,73	0,227	18,605	0,075	274,160
	0,490	61,53	0,240	19,671	0,080	281,905
	0,980	84,41	0,255	20,900	0,085	290,578
	1,960	116,23	0,269	22,048	0,089	298,452
	2,940	139,78	0,279	22,860	0,093	303,898
MgB-1-0B	0,245	40,64	0,275	22,539	0,091	346,926
	0,490	54,85	0,302	24,752	0,100	363,559
	0,980	74,89	0,324	26,556	0,108	376,575
	1,960	102,34	0,347	28,441	0,115	389,711
	2,940	124,10	0,354	29,015	0,118	393,624
MgB-1-10B	0,245	38,78	0,302	24,752	0,100	368,966
	0,490	53,12	0,322	26,392	0,107	380,993
	0,980	72,57	0,345	28,277	0,115	394,364
	1,960	99,51	0,367	30,080	0,122	406,743
	2,940	119,15	0,384	31,473	0,128	416,054
MgB-1-20B	0,245	37,56	0,322	26,392	0,107	440,732
	0,490	51,62	0,341	27,949	0,113	453,546
	0,980	70,46	0,366	29,998	0,122	469,877
	1,960	94,26	0,409	33,523	0,136	496,718
	2,940	113,26	0,425	34,834	0,141	506,338

Tablo 4.13'e bakıldığında farklı ısıtma sürelerinde ve farklı basınçlarda üretilen MgB₂ numunelerinin sertliklerinin uygulanan yüke bağlı olduğu görülür. MgB-05-20B hariç tüm numunelerin sertlikleri uygulanan yükle artmıştır. Bu davranış literatürde *ters çentik boyutu etkisi (TÇBE)* olarak adlandırılır. MgB-05-20B numunesinin sertliği ise davranış değiştirerek, yükle azalmış ve *çentik boyutu etkisi (ÇBE)* davranışı göstermiştir. Ayrıca tablodan 0,5 saatte üretilen numunelerin, 1 saatte üretilenlere oranla daha sert olduğu açıkça görülebilir.



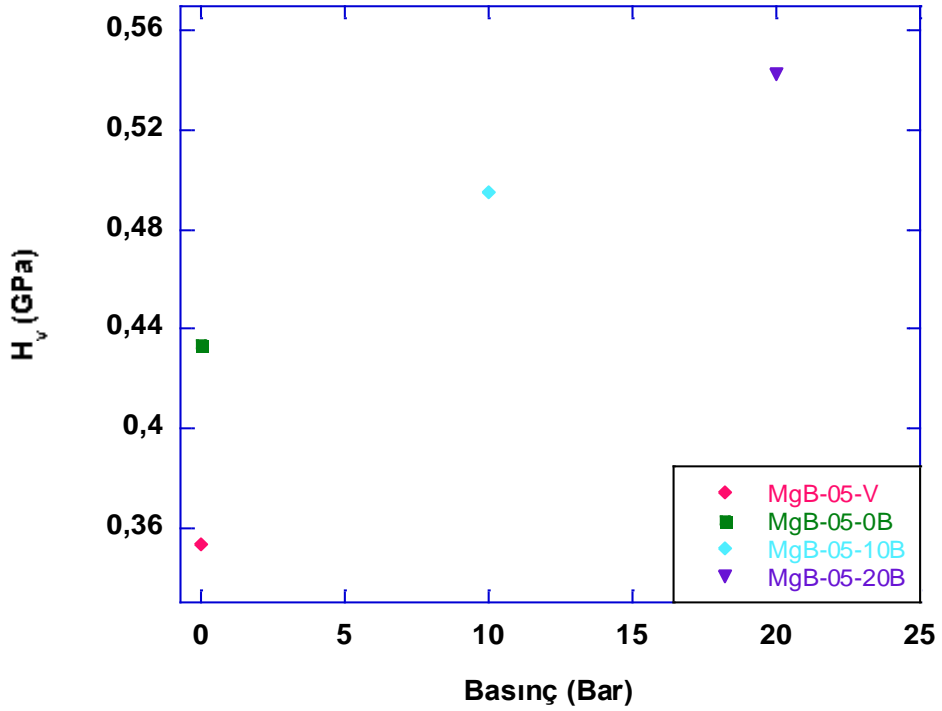
(a)

Üretilen numunelerin Vickers Mikrosertliklerinin basınçla değişimi Şekil 4.19'da verilmiştir. Şekilden de görüleceği üzere uygulanan basıncın artmasıyla sertlik değerleri artmıştır. Bu durum gözenekliliğin azalması sonucu sertliğin artmasına yorulabilir.

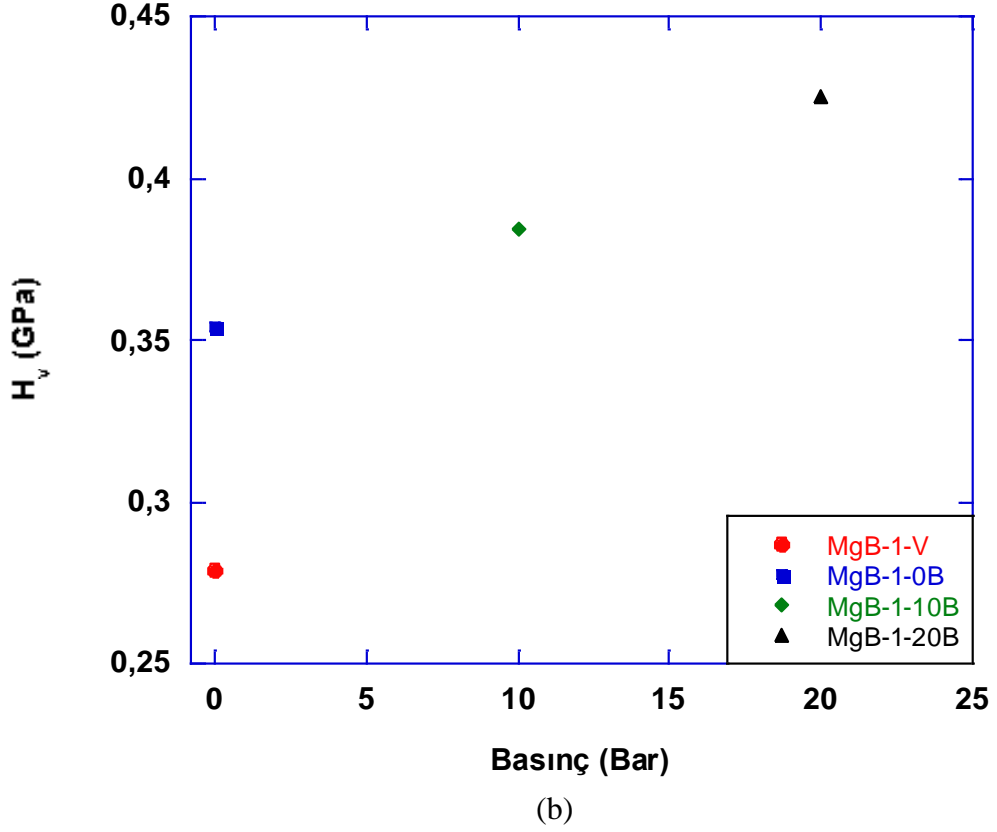


(b)

Şekil 4.18. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı değişimi



(a)

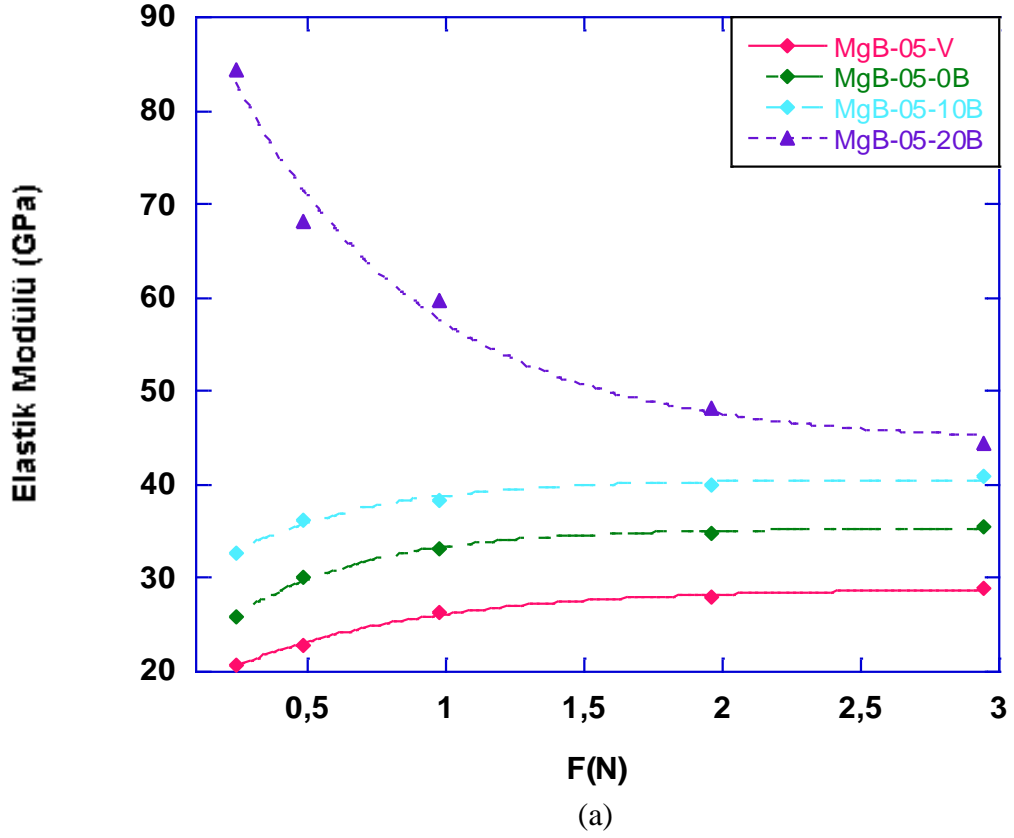


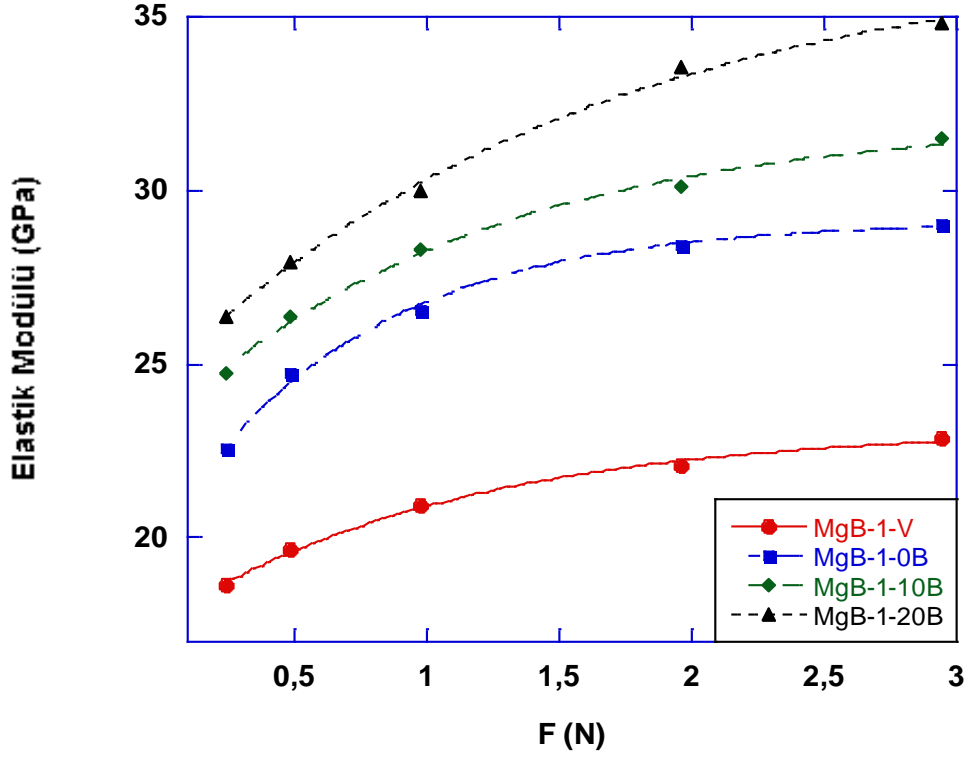
Şekil 4.19. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin mikrosertliklerinin basınçla değişimi

Numunelerin yüke bağlı *elastik modülü (E)*, *gerilme (Y)* ve *kırılma dayanımı (K_{IC})* gibi diğer mekanik özellikleri de hesaplanıp Tablo 4.1’de verilmiştir. Tablodan da görüldüğü üzere 0,5 saatte üretilen seride elastik modülü, gerilme, kırılma dayanımı değerleri Ar atmosferinde basınçsız olarak üretilen numunede vakum ortamında üretilen numuneden daha yüksektir. Ve basıncın sırasıyla 10B ve 20B değerlerine ulaşmasıyla *E*, *Y* ve (*K_{IC}*) değerleri de artmıştır. Ayrıca *MgB-05-V*, *MgB-05-0B*, *MgB-05-10B* numunelerinde *E*, *Y* ve (*K_{IC}*) değerleri uygulanan yükün artmasıyla artmıştır. Fakat *MgB-05-20B* numunesinde bu değerler uygulanan yükün artmasıyla azalmıştır. Bu durum *ÇBE* davranışıyla ilişkilidir.

1 saatte üretilen numunelere bakıldığında ise *E*, *Y* ve (*K_{IC}*) değerlerinin 0,5 saatte üretilen numunelere kıyasla daha düşük olduğu görülür. Burada da vakum ortamında üretilen numunenin *E*, *Y* ve (*K_{IC}*) değerleri Ar atmosferinde basınçsız olarak üretilen numuneden daha küçüktür. Uygulanan basıncın 10B ve 20B değerlerine ulaşmasıyla

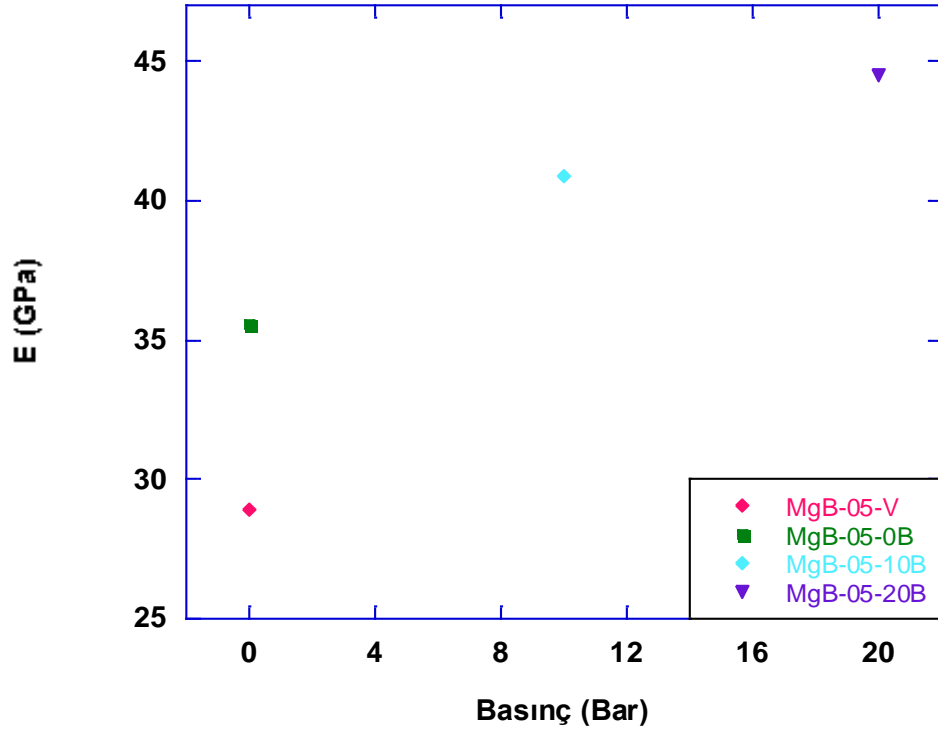
E deęerleri belirgin bir artış göstermiştir. Ayrıca 1 saatte üretilen tüm numunelerde uygulanan yükün artmasıyla E , Y ve (K_{IC} deęerleri de artmıştır. Tüm numueler için *elastik modülünün (E) ve gerilmenin (Y) uygulanan yükle deęişimi* Şekil 4.20'de gösterilmiştir.



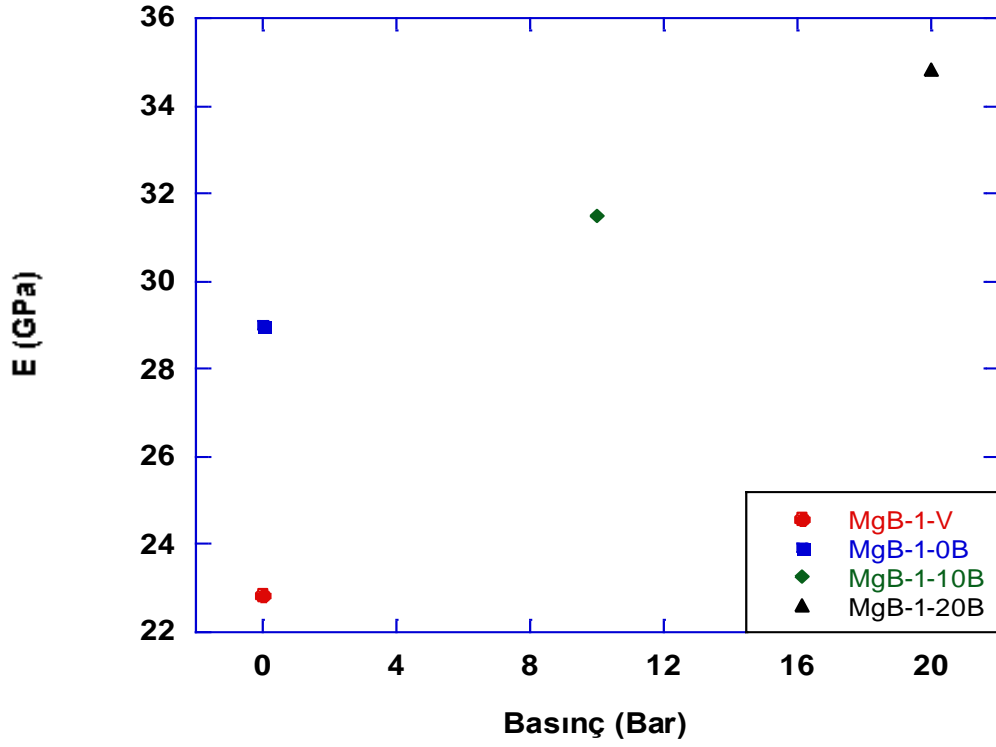


(b)

Şekil 4.20. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelerin elastik modülünün (E) uygulanan yüke bağlı olarak değişimi

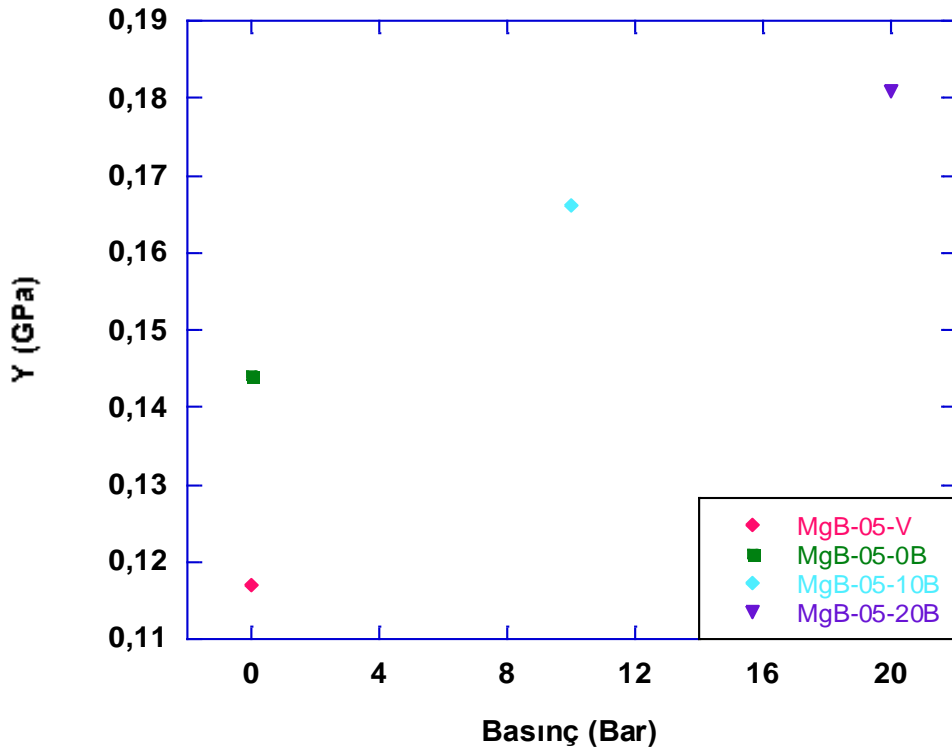


(a)



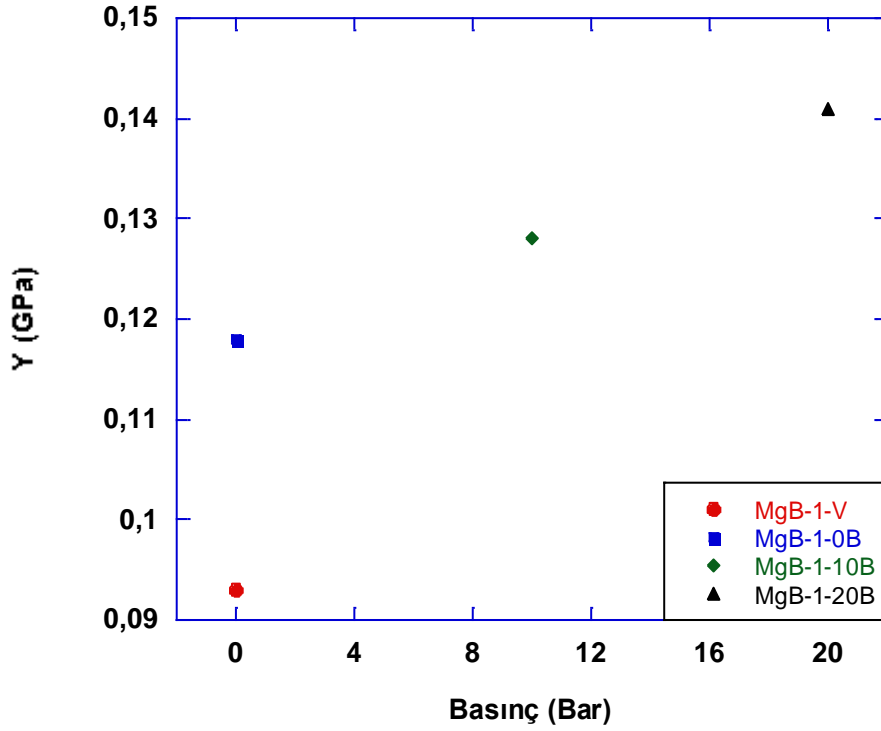
(b)

Şekil 4.21. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelere ait *Elastik modülü (E) - Basınç* grafikleri



(a)

Elastik modülünün (E) ve gerilmenin (Y) uygulanan basınçla değişimi Şekil 4.21 ve Şekil 4.22’de verilmiştir. E ve Y değerleri Vickers Mikrosertlik değerleriyle doğrudan ilişkili olduğu için beklenildiği üzere basıncın artmasıyla artmıştır. $MgB-1$ serisinin E ve Y değerlerinin, $MgB-05$ serisinden daha büyük olduğu grafiklerden açıkça görülebilir.



(b)

Şekil 4.22. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelere ait Y - $Basınc$ grafikleri

Literatürde numunelerin uygulanan yük karşısında gösterdikleri $\dot{\epsilon}$ BE ve $T\dot{\epsilon}$ BE davranışlarını incelemek için çeşitli metotlar geliştirilmiştir. Bunlar

- Meyer Kanunu
- Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli
- Hays-Kendall (HK) Modeli
- Elastik/Plastik Deformasyon Modeli
- Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci ($MPSR$) Modeli
- Çentici Kaynaklı Yarımlama (IIC) Modeli

olarak sıralabilir. Üretilen numunelerin sertliğinin yüklerle gösterdiği davranışı incelemek üzere tüm modeller uygulanmış; yapılan analiz ve sonuçlar sıralanmıştır.

4.3.1.1. Meyer Kanununa Göre Analiz

Meyer kanunu, numunelerdeki ÇBE davranışını incelemek üzere geliştirilmiş basit deneysel bir ifadededir. Bu kanuna göre çentme yükü F ile oluşan izin diagonal uzunluğu d arasındaki ilişki

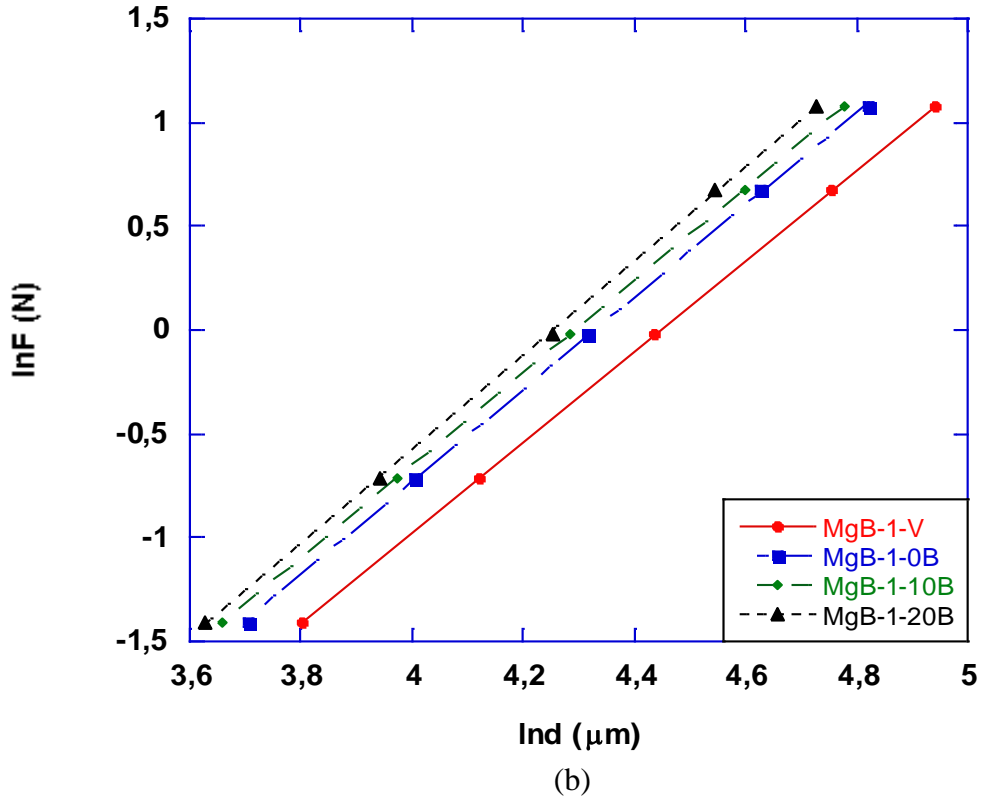
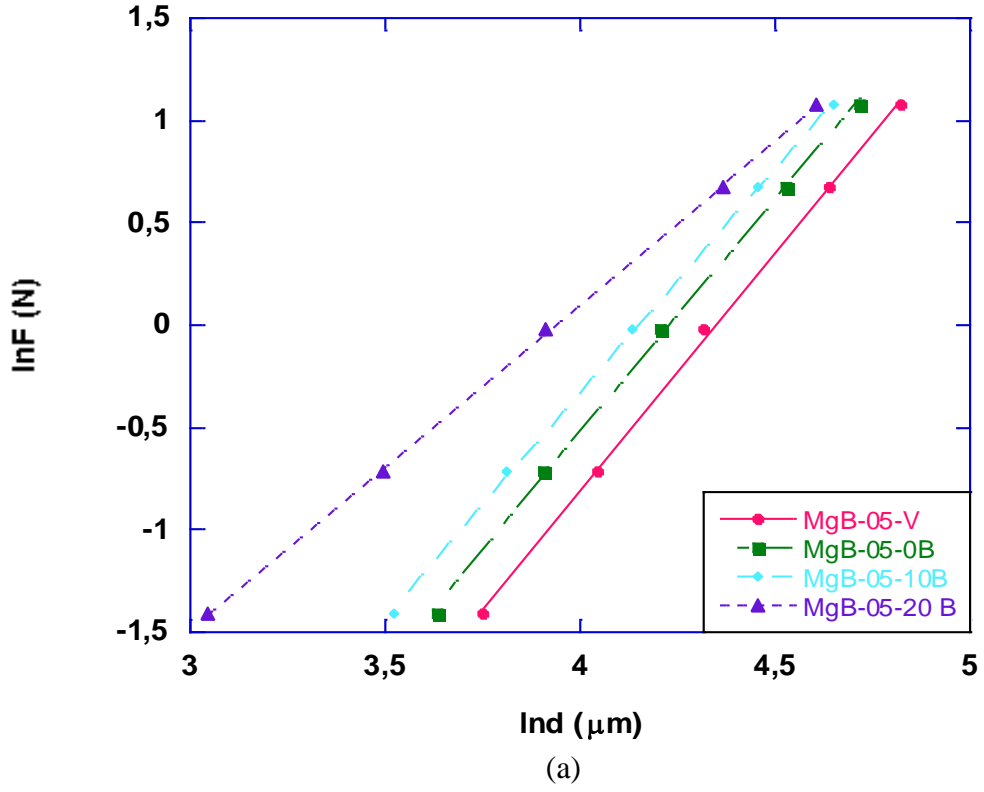
$$F = Ad^n \quad (4.6)$$

$$\ln F = \ln A + n \ln d \quad (4.7)$$

ifadesi ile verilir (Tabor, 1951). Burada A bir sabit ve n üssü *boyut etkisi üssü* olarak da bilinen *Meyer indisidir*. Denklemdaki A ve n deneysel verileri, yükleme verilerine bir eğrinin fit edilmesinden direkt olarak elde edilir. Eğer bir numunede $n < 2$ ise ÇBE, $n > 2$ ise TÇBE davranışı gözlenir. $n = 2$ olduğu durumdaysa Meyer kanunu *Kick yasasına* dönüşür. Kick yasası

$$F = A_{1K} d^2 \quad (4.8)$$

bağıntısı ile verilir. Bu durumda sertlik yükten bağımsızdır. Buradan yola çıkarak Kick yasası; Meyer kanununun özel bir hali olarak ifade edilebilir. Numunelere ait $\ln d - \ln F$ grafikleri şekil Şekil 4.23'te verilmiştir.



Şekil 4.23. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin Meyer kanununa göre $\ln F - \ln d$ grafiği

Grafiğin eğimi n_k , düşey eksen kestiği nokta ise A_{1k} değerini verir. Elde edilen veriler lineer bir davranış gösterdi. Numunelerde *MgB-05-20B* hariç tüm numunelerde Meyer indisi, n değeri, 2'den büyük çıkmıştır. Bu da söz konusu numunelerde *TÇBE* davranışının gözlemlendiğini doğrulamaktadır. *MgB-05-20B* numunesinde ise n değeri 2'den küçük çıkarak bu numune için *ÇBE* davranışının gözlemlendiğini teyit etmiştir. Tüm bu veriler Tablo 4.14'te verilmiştir.

Tablo 4.14. Meyer kanununa göre elde edilen n_k , In_{A1k} ve LRC değerleri

<i>Numune</i>	<i>Eğim n_k</i>	<i>In_{A1k} (GPa)</i>	<i>LRC</i>
<i>MgB-05-V</i>	2,321	-10,091	0,9996
<i>MgB-05-0B</i>	2,283	-9,664	0,9993
<i>MgB-05-10B</i>	2.190	-9,087	0,9997
<i>MgB-05-20B</i>	1,591	-6,259	0,9998
<i>MgB-1-V</i>	2,180	-9,694	1
<i>MgB-1-0B</i>	2,227	-9,643	0,9999
<i>MgB-1-10B</i>	2,212	-9,499	1
<i>MgB-1-20B</i>	2,261	-9,620	0,9998

Onitsch (1974), numuneleri n değerlerine göre sınıflandırmıştır. Buna göre “ n ” değeri 1 ile 1,6 arasında olan numuneler “sert”, 1,6'dan büyük olan numuneler “yumuşak” olarak gruplandırılır. Tablo 4.14'te verilen n değerlerinin (*MgB-05-20B* numunesi hariç) 1,6'dan oldukça büyük olması üretilen numunelerin *yumuşak* olduğu sonucunu doğurur. Fakat *MgB-05-20B* numunesinin n değerinin 1,6'dan küçük olduğunu göz önüne alarak bu numune için sert bir numune diyebiliriz.

Meyer kanunu, ÇBE davranışının varlığını ortaya koymasına rağmen bu davranışı tam olarak açıklayamamaktadır (Li et al., 1996; Şahin v.d., 2008). Ayrıca yükten bağımsız sertlik değerini belirleyememekte ve bu geçişi tanımlayamamaktadır (Kölemen, 2006). Bu yüzden üretilen MgB_2 numunelerinin sertlik değerlerinin kapsamlı olarak incelenebilmesi için literatürdeki diğer modellerin de uygulanması faydalı olacaktır.

4.3.1.2. PSR Modeline Göre Analiz

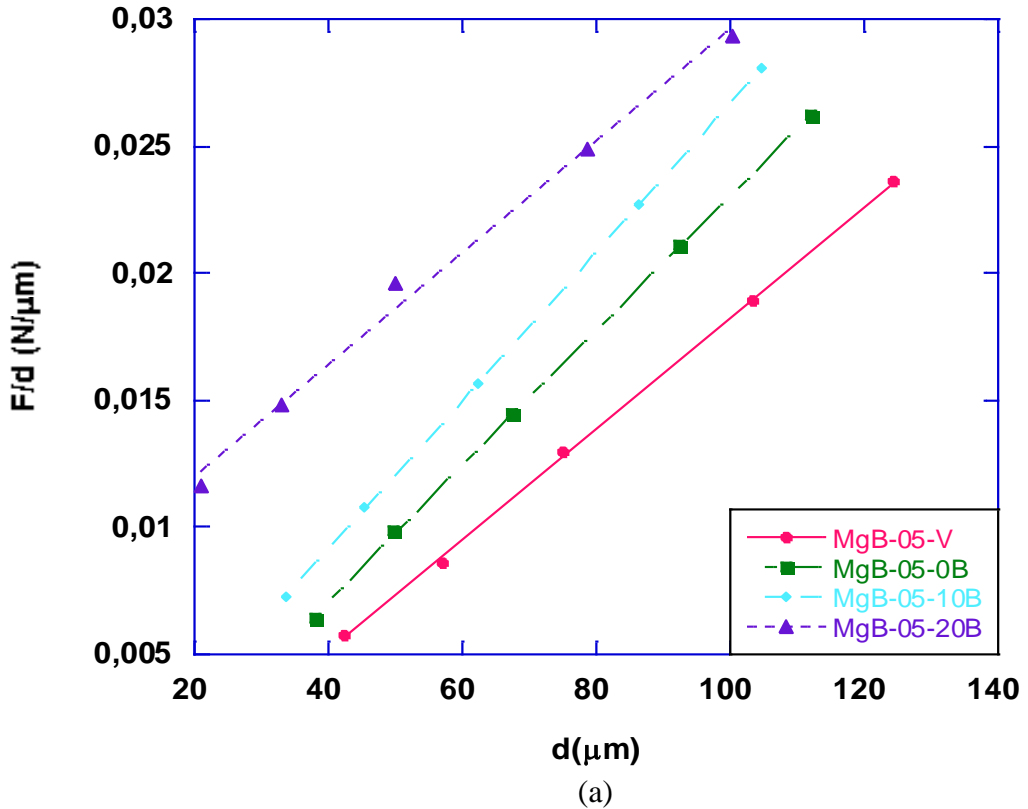
ÇBE davranışını incelemek için kullanılan bir diğer model olan *PSR modeli*; Li ve Bradt (1994) tarafından öne sürülmüştür. Bu modelde; numune direncinin Hays Kendall yaklaşımındaki gibi sabit olmadığı ve çentik derinliği ile arttığı ifade edilir. Bu modeli ifade eden denklem

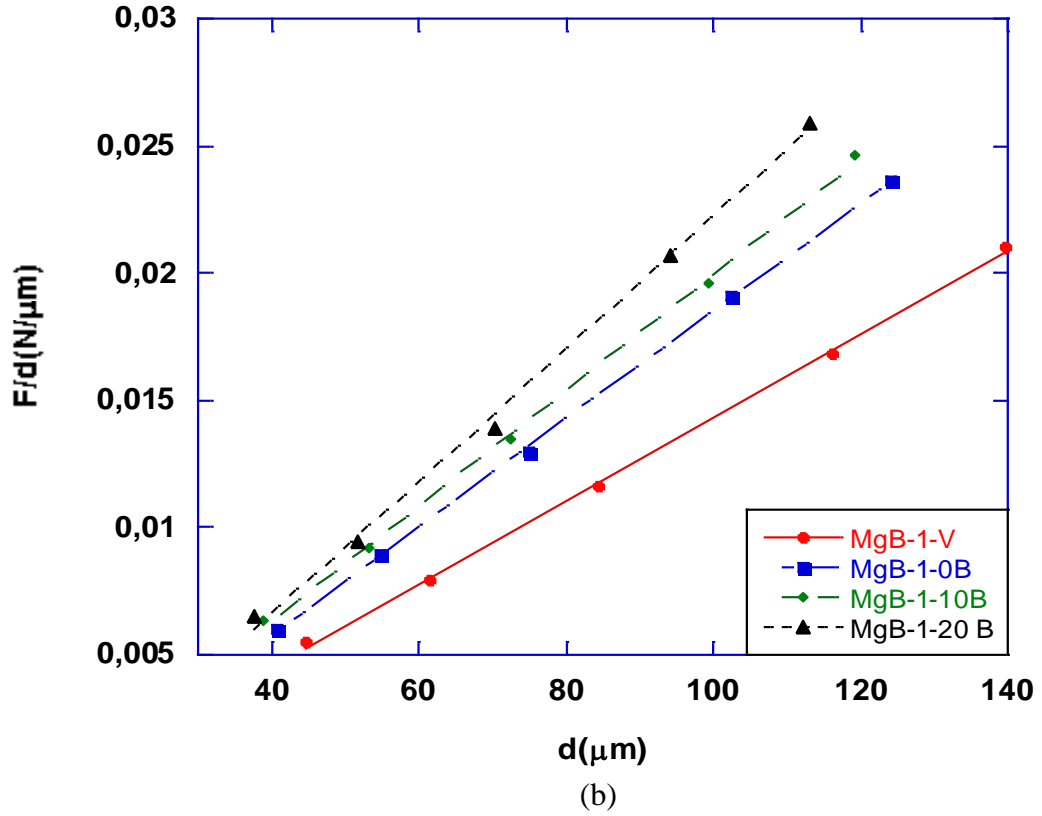
$$F = a_1 d + a_2 d^2 \quad (4.9)$$

ile verilir. $F/d - d$ grafiğinden hesaplanan a_1 elastik deformasyon ve a_2 plastik deformasyon ile alakalı sabitlerdir (Machaka et al., 2011). a_1 , yüzey enerjisini verirken, a_2 yükten bağımsız sertlik değerini verir. PSR modelinde yükten bağımsız sertlik değeri

$$H_{PSR} = 1884.4 a_2 \quad (4.10)$$

bağıntısı ile hesaplanır. Numunelerin $F/d - d$ grafikleri (Şekil 4.24) ve grafiklerden hesaplanan a_1, a_2 , LRC, yükten bağımsız ve yüke bağlı sertlik değerleri (Tablo 4.15) verilmiştir.





Şekil 4.24. (a) 0,5 saatte, (b) 1 saatte üretilen numunelerin $F/d - d$ grafiği

Tablo 4.15. $a_1, a_2, LRC, (H_{PSR})$ ve (H_V) değerleri

<i>Numune</i>	$a_1 \times 10^{-3}$ (N)	$a_2 \times 10^{-5}$ (N/μm)	<i>LRC</i>	H_{PSR} (GPa)	H_V (GPa)
<i>MgB-05-V</i>	-3,65	21,91	0,9997	0,406	0,322-0,353
<i>MgB-05-0B</i>	-3,47	26,54	0,9999	0,492	0,404-0,434
<i>MgB-05-10B</i>	-2,58	29,34	0,9999	0,544	0,469-0,499
<i>MgB-05-20B</i>	7,57	22,04	0,9962	0,408	0,543-0-588
<i>MgB-1-V</i>	-2,02	16,32	0,9996	0,302	0,269-0,279
<i>MgB-1-0B</i>	-2,67	21,17	0,9998	0,392	0,347-0,354
<i>MgB-1-10B</i>	-2,75	22,71	0,9994	0,425	0,367-0,384
<i>MgB-1-20B</i>	-3,68	25,86	0,9985	0,479	0,409-0,425

Tablo 4.15'ten de görüldüğü gibi, *MgB-05-20B* hariç tüm numunler için a_1 değerleri negatif çıkmıştır. Bu, üretilen numunelerde yer değiştirme karakterinin *TÇBE* şeklinde olduğunu göstererek, *TÇBE* davranışı sergileyen numunelerde sadece plastik deformasyonun olduğunu doğrular. *MgB-05-20B* için ise a_1 pozitif çıkmıştır. a_1 değerinin pozitif çıkması da bu malzemelerde *ÇBE* davranışının gözlemlendiğini ve plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonun da olduğunu doğrular.

Yükten bağımsız H_{PSR} değerini kullanarak *yükten bağımsız elastik modülü* (E_0), *gerilme* (Y_0) ve *kırılma dayanımı* (K_{IC}) değerleri sırasıyla (4.11), (4.12), (4.13) denklemleri ile hesaplanıp Tablo 4.16' da verilmiştir.

$$E_0 = 81.963H_0 \quad (4.11)$$

$$Y_0 \approx H_0/3 \quad (4.12)$$

$$K_{IC} = \sqrt{2E_0\gamma} \quad (4.13)$$

Tablo 4.16. *Uygulanan yükten bağımsız hesaplanan E_0, Y_0 ve K_{IC} değerleri*

<i>Numune</i>	H_0 (GPa)	E_0 (GPa)	Y_0 (GPa)	K_{IC} (Pa/m ^{1/2})	H_v (Gpa)
<i>MgB-05-V</i>	0,406	32,277	0,135	485,409	0,322-0,353
<i>MgB-05-0B</i>	0,491	40,244	0,163	528,482	0,404-0,434
<i>MgB-05-10B</i>	0544	44,588	0,181	479,660	0,469-0,499
<i>MgB-05-20B</i>	0,371	30,408	0,123	678,510	0,543-0-588
<i>MgB-1-V</i>	0,302	24,752	0,100	316,224	0,269-0,279
<i>MgB-1-0B</i>	0,392	32,129	0,130	414,208	0,347-0,354
<i>MgB-1-10B</i>	0,425	34,834	0,141	437,706	0,367-0,384
<i>MgB-1-20B</i>	0,479	39,260	0,159	537,544	0,409-0,425

Quinn ve Quinn (1997), sertlik-yük deęişimi eğrilerinde belli bir yük deęerinden sonra sertlięin deęişmeden kaldığı açık bir plato geçiş bölgesi gözlemişlerdir *Plato bölgesi* olarak adlandırılan bu bölgeye karşılık gelen sertlik deęerini numunenin gerçek sertlięi olduğunu ifade etmişlerdir. Üretilen MgB₂ süperiletkenlerinin H_v deęerleri analiz edildiğinde (Tablo 4.13) *MgB-05* serisinde MgB-05-20B numunesinin 1,960 N'dan sonra, dięer numunelerin 0,980 N'dan sonra plato bölgesine geçtięi görülür. *MgB-1* serisinin tüm numunelerinin ise 1,960 N'dan sonra plato bölgesine geçtięi gözlenir. Elde edilen yükten bağımsız (Tablo 4.16) ve H_{PSR} (Tablo 4.15) sertlik deęerleri plato bölgesine karşılık gelen deęerlerle kıyaslandığında; bu deęerlerin plato bölgesinden oldukça uzak olduğu görülür. Bu nedenle bu modelin üretilen MgB₂ numunelerinin gerçek sertlik deęerini belirlenmesinde yetersiz kaldığı sonucuna ulaşılmıştır.

4.3.1.3. Geliştirilmiş PSR (MPSR) Modeline Göre Analiz

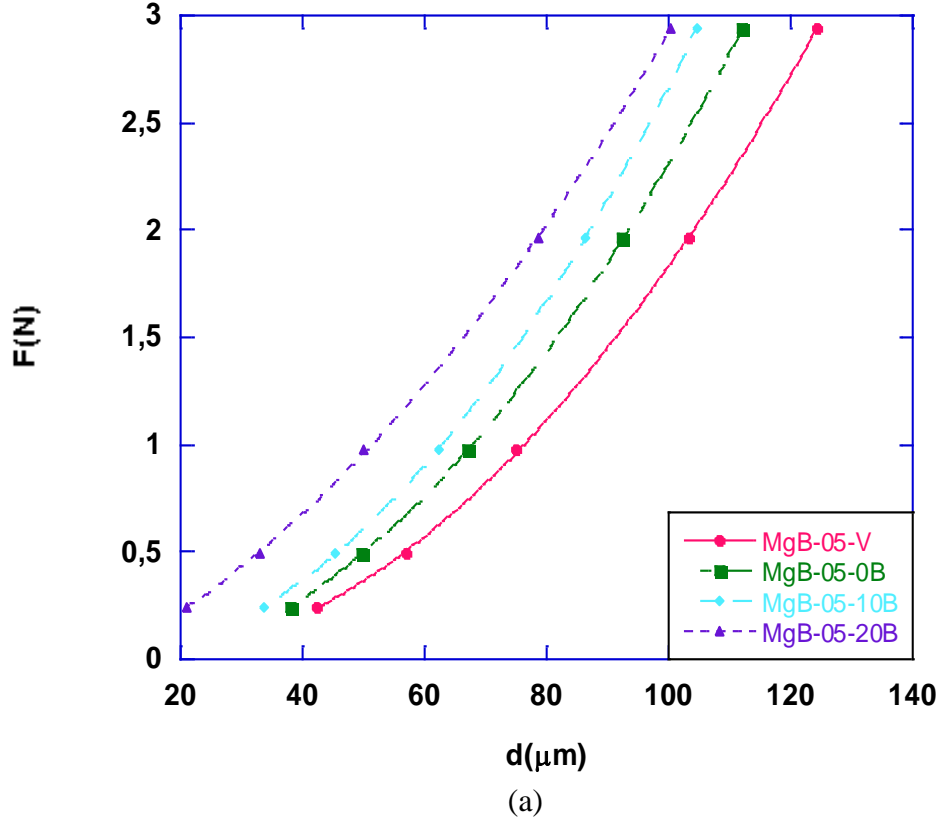
MPSR modeli, ÇBE davranışını inceleyen PSR modelinin geliştirilmiş halidir. PSR modeline göre girme derinlięi $d=0$ olduğunda numunenin direnci, $W = A_1d = 0$ olur. Bu durumda bir numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için gerekli minimum yük de sıfır olur. Fakat Gong et. al., (1999); yüzey parlatılması ve zımparalanması gibi mekanik süreçlere maruz kalan numunelerin serbest bir yaydan ziyade sıkıştırılmış bir yay olarak davranacağını ifade ederek bu durumun pek olası olmadığını belirtmişlerdir. Buna ilaveten PSR modelindeki $F/d - d$ grafięindeki lineerlikten sapmanın, plastik deformasyona karşı numune direncinin yanlış tanımlanmasından kaynaklanabileceęi ifade edilmiştir (Şahin, 2006). Bu nedenlerden dolayı PSR modeli

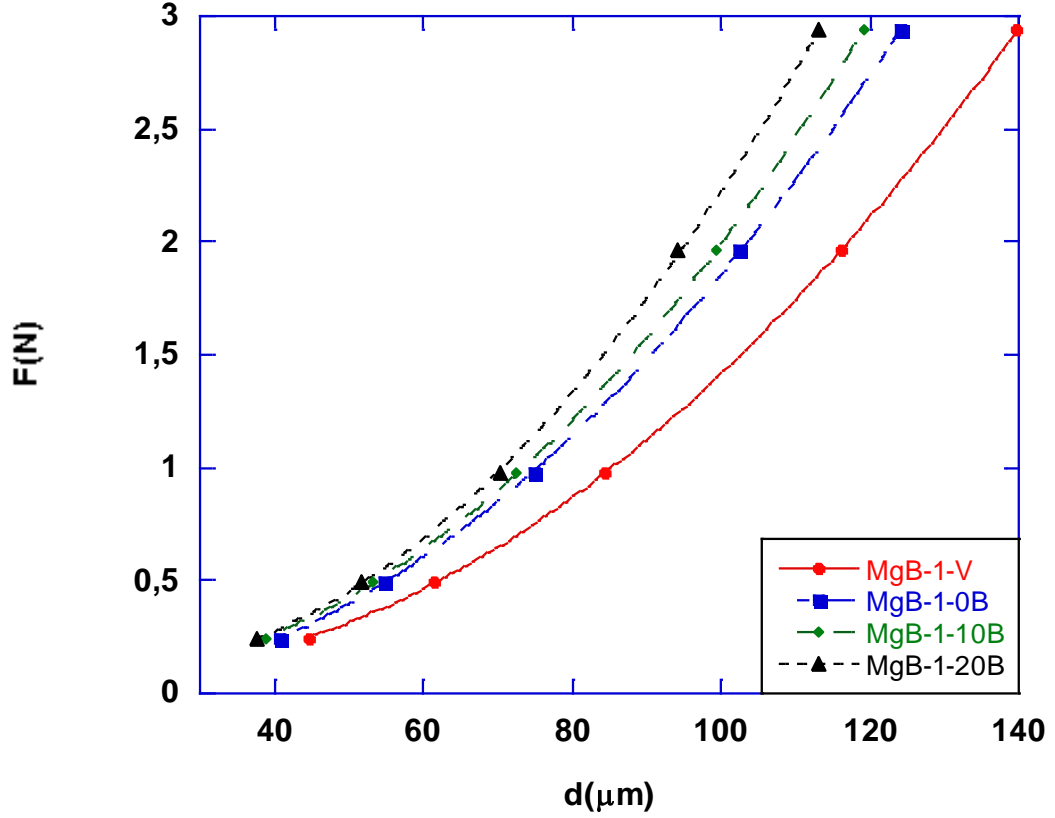
$$F = W + a_1d + a_2d^2 \quad (4.14)$$

şeklinde yeniden düzenlenmiştir (Gong et. al., 1999). Denklemden W , yüzey gerilimiyle ilgili bir sabittir. a_1 ve a_2 deęerlerinin fiziksel anlamı PSR modelindekiyle aynıdır. Bu parametreler $F - d$ grafięinden elde edilir. MPSR modelinde yükten bağımsız sertlik deęeri

$$H_{MPSR} = 1854.4 a_2 \quad (4.14)$$

İfadesi ile hesaplanır. Bu çalışmada üretilen MgB₂ numunelerinin MPSR modeline göre $F - d$ grafikleri Şekil 4.25'te; W , a_1 , a_2 ve yükten bağımsız sertlik değerleri Tablo 4.17'de verilmiştir.





(b)

Şekil 4.25. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $F - d$ grafiği

Tablo 4.17. $F - d$ grafiğine göre hesaplan. W , a_1 , a_2 , H_{MPSR} ve LRC değerleri

Numune	W (N)	$a_1 \times 10^{-5}$ (N/ μm)	$a_2 \times 10^{-5}$ (N/ μm^2)	LRC	H_{MPSR} (GPa)	H_V (GPa)
MgB-05-V	-0,00916	-344,00	21,85	0,9999	0,405	0,322-0,353
MgB-05-0B	-0,07866	-90,47	24,83	1	0,460	0,404-0,434
MgB-05-10B	-0,00372	-242,45	29,24	0,9999	0,542	0,469-0,499
MgB-05-20B	0,08843	1190,80	18,22	0,9999	0,337	0,543-0,588
MgB-1-V	-0,10565	-485,13	17,95	0,9999	0,332	0,269-0,279
MgB-1-0B	-0,01556	-317,84	21,57	0,9999	0,399	0,347-0,354
MgB-1-10B	-0,14149	-717,98	25,69	0,9999	0,476	0,367-0,384
MgB-1-20B	-0,18314	-967,08	30,07	0,9999	0,557	0,409-0,425

Tablodan TÇBE davranışı gösteren numunelerde (*MgB-05-20B* hariç), a_1 değerinin negatif olduğu görülmektedir. Bu TÇBE davranışı gösteren numuneler için beklenen bir durumdur. Bu numunelerde sadece plastik deformasyon gözlenir. Yüzey zorları bazı numuneler için sıkıştırma, bazılarında ise çekme durumundadır. Li ve Bradt (1993)'e göre elastik yüzey zorlarının sıkıştırıcı olması durumunda a_1 'in işareti pozitif; yüzey zorlarının gerilme etkisi yarattığı durumda ise a_1 'in işareti negatif olmaktadır. Bu durum literatürde mekanik işlemlerin yüzeye yakın bölgelerde sıkışma, yüzeyin altında çekme durumunda olması olarak yorumlanmıştır (Gong et. al., 2000). TÇBE davranışı, çentici tarafından yüzeyde oluşturulan bu zorların gevşemesi ile alakalıdır. Tablo 4.17'de verilen değerlerden de anlaşılacağı üzere numunelerin yükten bağımsız sertlik değerleri plato bölgesine karşılık gelen sertlik değerlerinden oldukça uzaktır. Numunelerdeki TÇBE etkisini incelemek için kullanılan MPSR modeli, ÇBE davranışı gösteren *MgB-05-20B* numunesi dahil, numunelerin sertlik değerlerini açıklamada yetersiz kalmıştır.

4.3.1.4. Elastik/ Plastik Deformasyon Modeline Göre Analiz

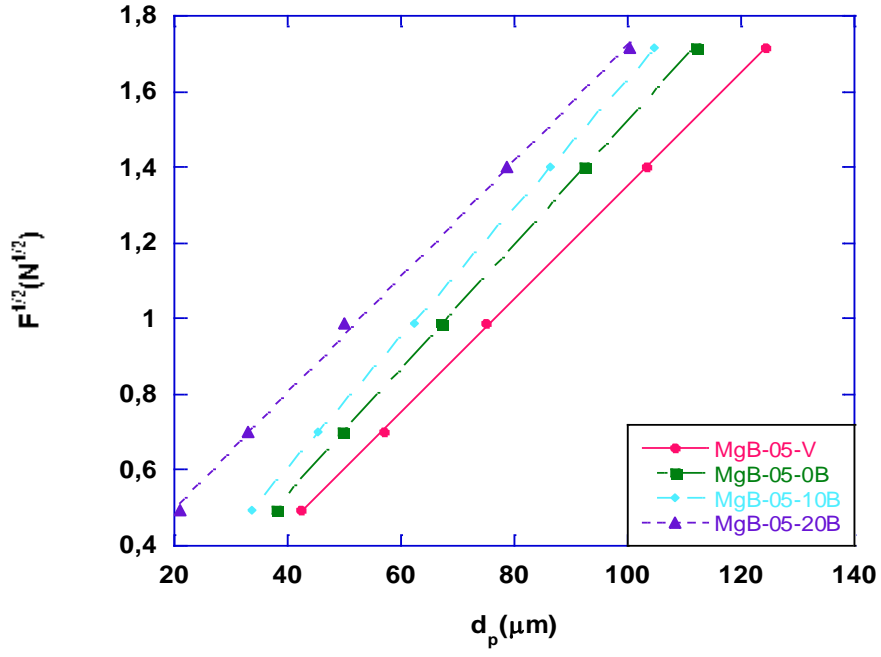
Çoğu çentik testinde çentiğin boyutu, çentici numune üzerinden kaldırıldıktan sonra ölçülür. Uç kaldırıldıktan sonra kalan çentik izi etrafında *elastik geri kazanım* ortaya çıkar. Böylece çentik boyutu belli bir dereceye kadar küçülür bu durumu göz önüne alarak yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamak için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terimin eklenmesi uygun görülmüştür (Tarkanian et. al., 1973). Bu durumu göz alarak, *EPD modelinde* sertlik,

$$F^{1/2} = A_1^{1/2} d_p + A_2^{1/2} d_e \quad (4.15)$$

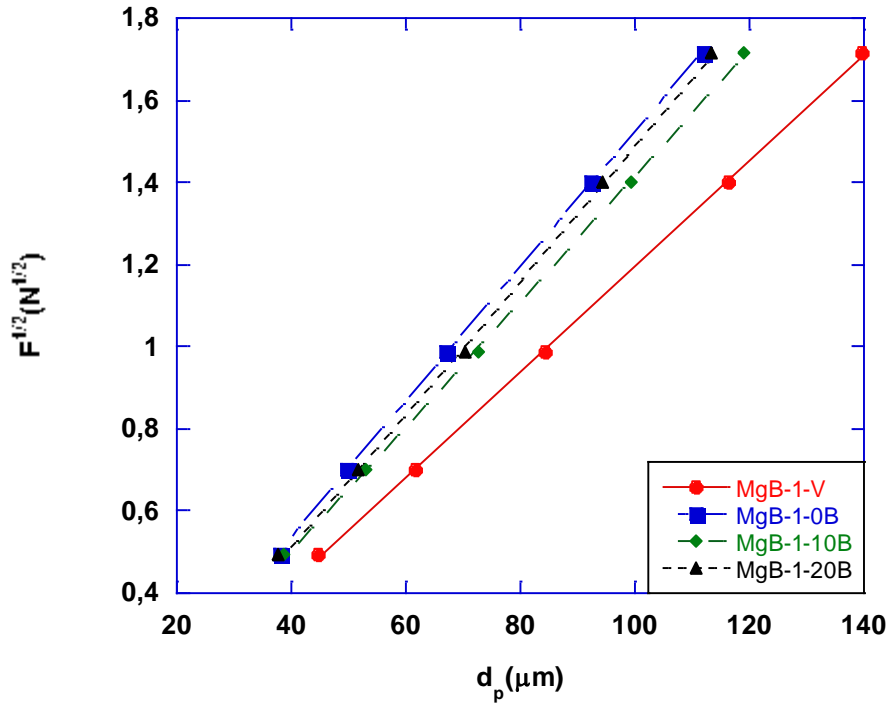
ifadesinden elde edilir. Burada d_e ; elastik geri kazanımdan dolayı d_p 'ye eklenen düzeltme terimidir. A ve d_e değerleri $F^{1/2}$ - d_p grafiğinden (Şekil 4.26) elde edilir. EPD modelinde yükten bağımsız sertlik ise

$$H_{EPD} = 1854,4 A_2 \quad (4.16)$$

bağıntısı ile verilir.



(a)



(b)

Şekil 4.26. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerde plastik deformasyonun (d_p), uygulanan yükün karekökü ($F^{1/2}$) ile değişimi

Tablo 4.18 EPD modeline göre hesaplanan $A_2^{1/2}$, d_e , LRC , H_{EPD} değerleri

<i>Numune</i>	$A_2^{1/2}$	d_e (μm)	LRC	H_{EPD} (GPa)	H_v (GPa)
<i>MgB-05-V</i>	0,0149	-0,144	0,9999	0,411	0.322-0.353
<i>MgB-05-0B</i>	0,0164	-0,120	0,9991	0,498	0.404-0.434
<i>MgB-05-10B</i>	0,0171	-0,082	0,9999	0,542	0.469-0.499
<i>MgB-05-20B</i>	0,0153	0,193	0,9991	0,434	0,543-0-588
<i>MgB-1-V</i>	0,0128	-0,087	0,9999	0,303	0.269-0.279
<i>MgB-1-0B</i>	0,0164	-0,120	0,9999	0,498	0.347-0.354
<i>MgB-1-10B</i>	0,0151	-0,103	0,9998	0,422	0.367-0.384
<i>MgB-1-20B</i>	0,0162	-0,131	0,9995	0,486	0.409-0.425

Tablo 4.18’de üretilen numuneler için elde edilen $A_2^{1/2}$, d_e , LRC , H_{EPD} değerleri verilmiştir. H_{EPD} değerleri ile plato bölgesine karşılık gelen H_v değerleri karşılaştırıldığında bir uyum gözlenmemektedir. Ayrıca ÇBE davranışı gösteren *MgB-05-20B* numunesi hariç tüm numunelerde d_e değeri negatif çıkmıştır. Yani uygulanan bu yüklerde hiçbir elastik deformasyon gözlenmemiştir. *MgB-05-20B* numunesinde ÇBE davranışı gözlenmesinin sebebi ise plastik deformasyonun yanında elastik deformasyonun da oluşumudur. Sonuç olarak EPD modeli de üretilen MgB_2 numunesinin davranışını açıklamada yetersiz kalmıştır.

4.3.1.5. Hays-Kendall Yaklaşımına Göre Analiz

Hays ve Kendall, bir numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için minimum bir yük değerinin (W) olması gerektiğini ileri sürmüşlerdir. Eğer uygulanan yük bu direnci aşamaz ise kalıcı deformasyon oluşmaz ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Yani bir test yükü belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise hem plastik hem de elastik deformasyon meydana getirilebilecektir.. (Hays ve Kendall, 1973). Daha sonra bu durum, farklı numunelerde çentiginin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi bu değerden sonra aniden numuneye girmesi şeklinde gözlenmiştir (Gane ve Bowden, 1968). Ayrıca kritik yük değerine ulaşmadan, test yükünün artmasına rağmen

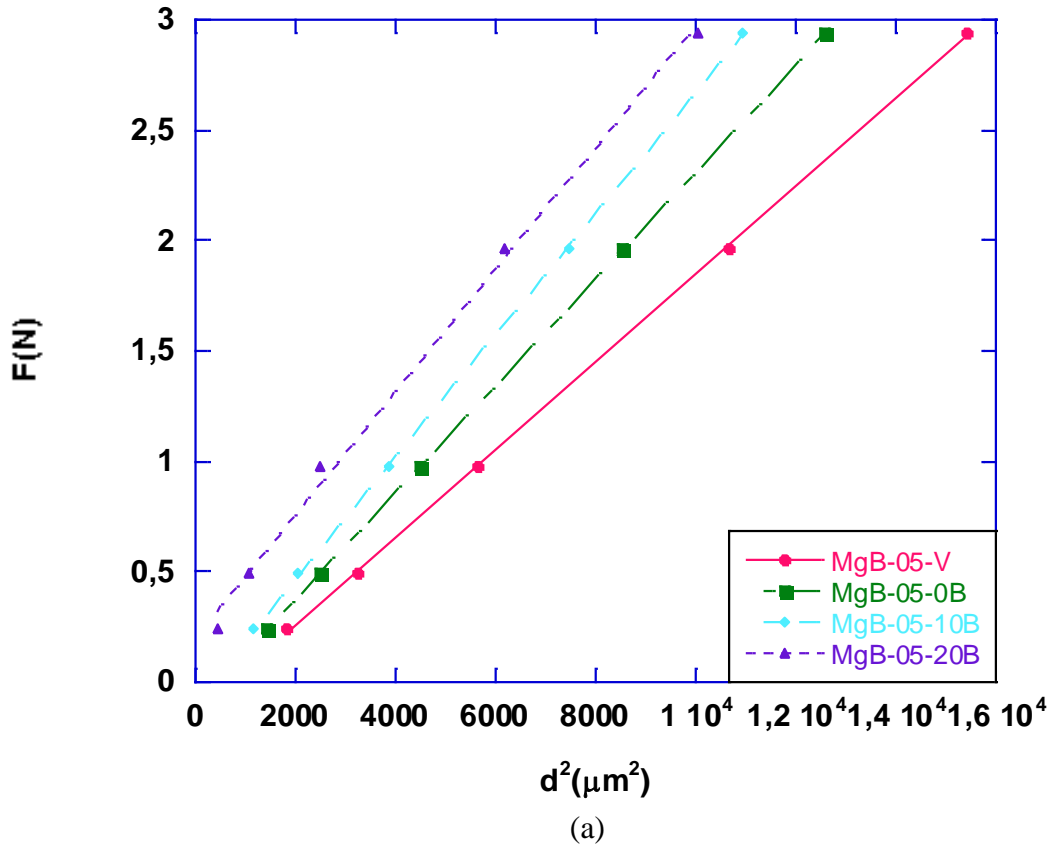
çentiğın büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P yerine etkin yük $F_{etkin} = F - W_{HK}$ ile orantılı olduğu

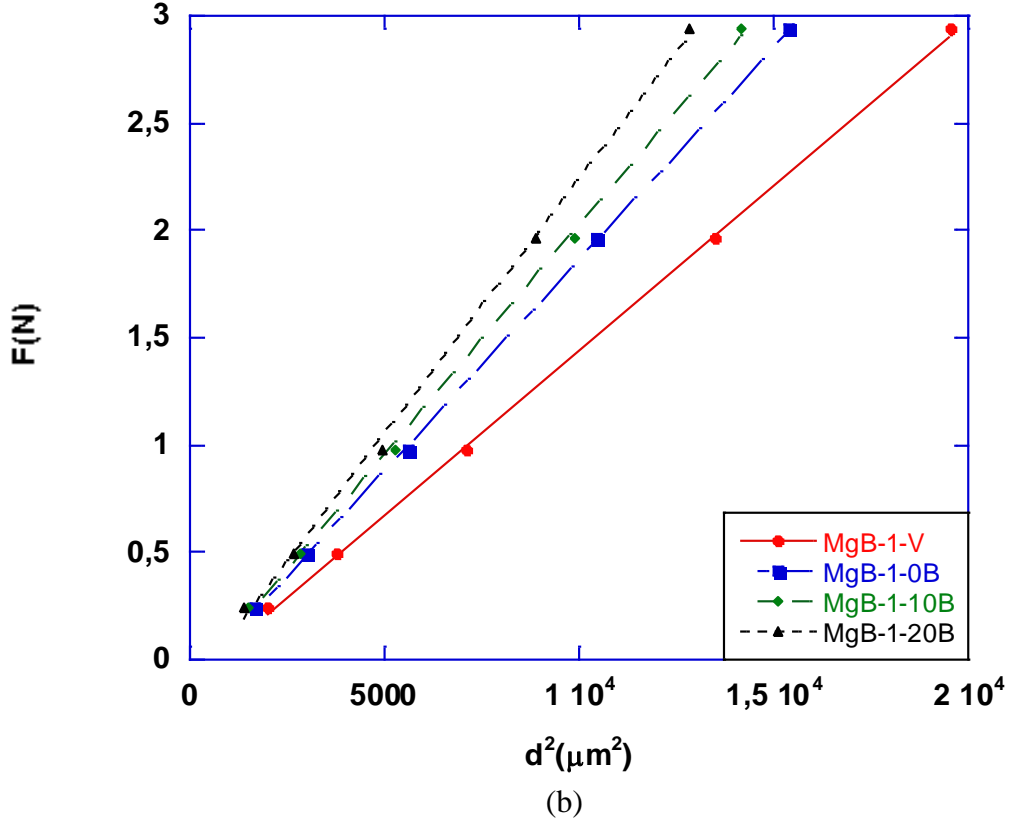
$$F - W_{HK} = A_{1HK}d^2 \quad (4.17)$$

bağıntısıyla verilmiştir. Burada A_1 uygulanan yükten bağımsız bir sabittir. W ve A_1 değerleri $P - d^2$ grafiğinden (Şekil. 4.27) hesaplanır. Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{HK} = 1854,4A_1 \quad (4.18)$$

ile hesaplanır. Numunelerin $F - d^2$ ve $\ln(F - W_{HK}) - \ln d$ grafikleri sırasıyla 4.27 ve 4.28'de verilmiştir.

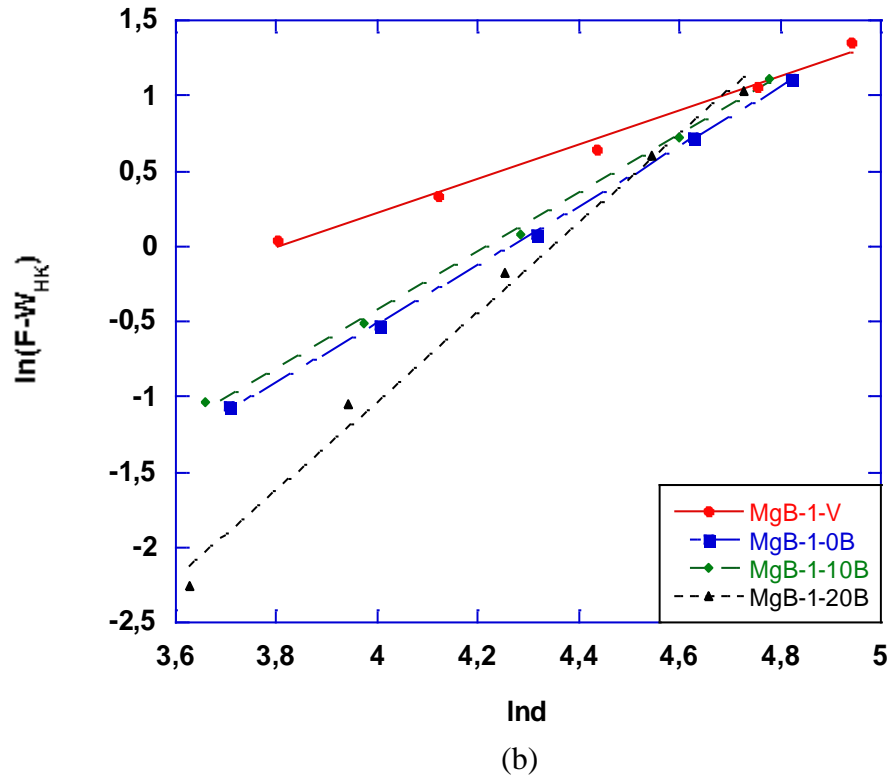
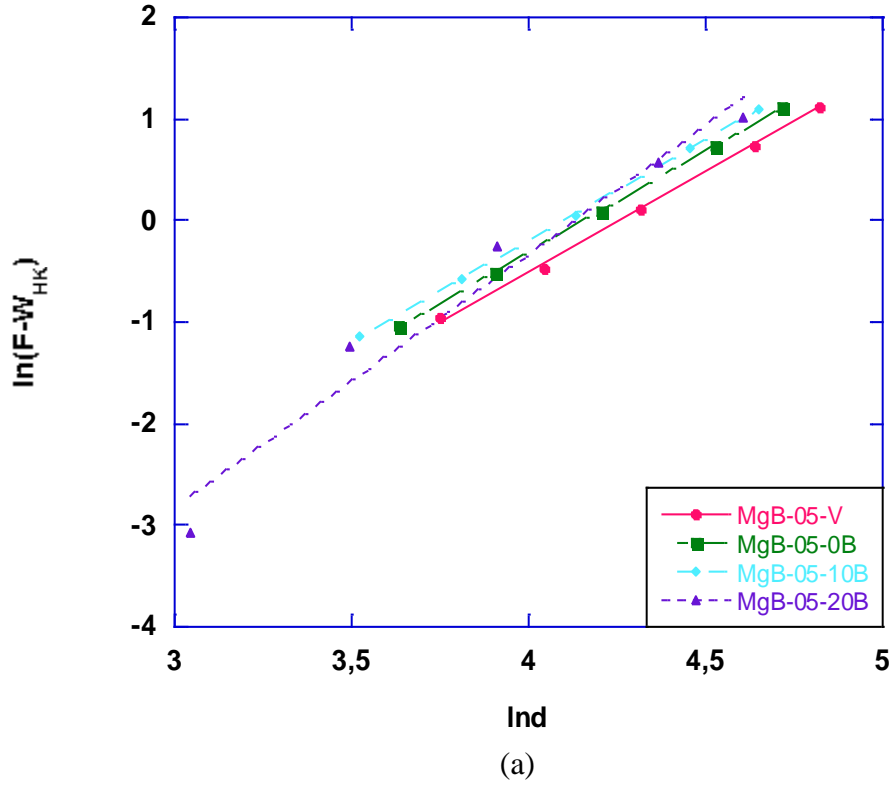




Şekil 4.27. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $F-d^2$ grafiği

Tablo 4.19. Hays-Kendal kanununa göre hesaplanan $A_1, H_{HK}, W_{HK}, n_{HK}$ değerleri

Numune	Yükten bağımsız $A_{HK} (GPa)$	W_{HK} (N)	n_{HK}	Yükten bağımsız $H_{HK} (GPa)$	H_V (GPa)
MgB-05-V	$19,83 \times 10^{-5}$	-0,137	1,96	0,367	0,322-0,353
MgB-05-0B	$24,24 \times 10^{-5}$	-0,108	1,99	0,449	0,404-0,434
MgB-05-10B	$27,52 \times 10^{-5}$	-0,077	1,98	0,510	0,469-0,499
MgB-05-20B	$27,74 \times 10^{-5}$	0,199	2,52	0,514	0,543-0,588
MgB-1-V	$15,38 \times 10^{-5}$	-0,910	1,13	0,285	0,269-0,279
MgB-1-0B	$19,68 \times 10^{-5}$	-0,099	1,96	0,364	0,347-0,354
MgB-1-10B	$21,24 \times 10^{-5}$	-0,108	1,92	0,393	0,367-0,384
MgB-1-20B	$23,74 \times 10^{-5}$	-0,140	2,94	0,440	0,409-0,425



Şekil 4.28. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $\ln(F - W_{HK})$ -Ind grafiği

Tablo 4.19’da özetlenen veriler incelendiğinde W değerlerinin ($MgB-05-20B$ hariç) negatif çıkması uygulanan yükün plastik deformasyon oluşturmak için yeterli fakat elastik deformasyon için yetersiz olduğu şeklinde yorumlanabilir (Awad et al., 2011). Bu sonuca göre elastik deformasyon sadece numunesinde gözlenmiş, diğer numunelerde gözlenmemiştir. $MgB-05-20B$ numunesi için 0,514 olan H_{EPD} değeri plato bölgesine yakın olması sebebiyle EPD modelinin bu numunenin sertliğini belirlemede en uygun model olduğu söylenebilir.

4.3.1.6. Çentici Kaynaklı Yarıлма (IIC) Modeli

IIC modeli, numunelerdeki TÇBE davranışını açıklamak için geliştirilmiştir (Li et al., 1996). TÇBE davranışında numunenin sertliği uygulanan yüklerle artmaktadır. Bu davranış çeşitli numunelerde gözlenmekle birlikte nedeni hala tam olarak açıklanamamıştır. Literatürde farklı yaklaşımlar mevcuttur. Metalik numuneler için yükleme sırasında numunenin sertleşebileceği; kırılmalı numuneler için çentici yüklenmesi sırasında numunede yarıkların oluşabileceği ifade edilmiştir. Feltham ve Banerjee’ye göre ise bu davranış; yükleme sırasında numunede çentici etrafında ufanmaların olmasıyla meydana gelen enerji kabıyla alakalıdır. Çünkü numunede yarıkların oluşması daha küçük çentik boyutuna sebep olur ve böylece çentme işleminde, uygulanan yüklerle daha yüksek mikrosertlik değerleri elde edilir.

Çentme esnasında yarıkların oluşumu numunede elastik deformasyon enerjisi salınımına neden olur. Bu da numunenin çenticiye karşı olan direncini azaltır. Uygulanan test yükü maksimum derinlikte toplam numune direnci tarafından dengelenir. Bu direnç

$$F = R_e + R_f + R_p + R_c \quad (4.18)$$

şeklinde ifade edilir. Burada F uygulanan test yükü. R_e elastik deformasyondan, R_f ara yüzeylerde ucun ya da numunenin kaymasından, R_p plastik deformasyondan ve R_c numune yarıklarından kaynaklanan dirençtir.

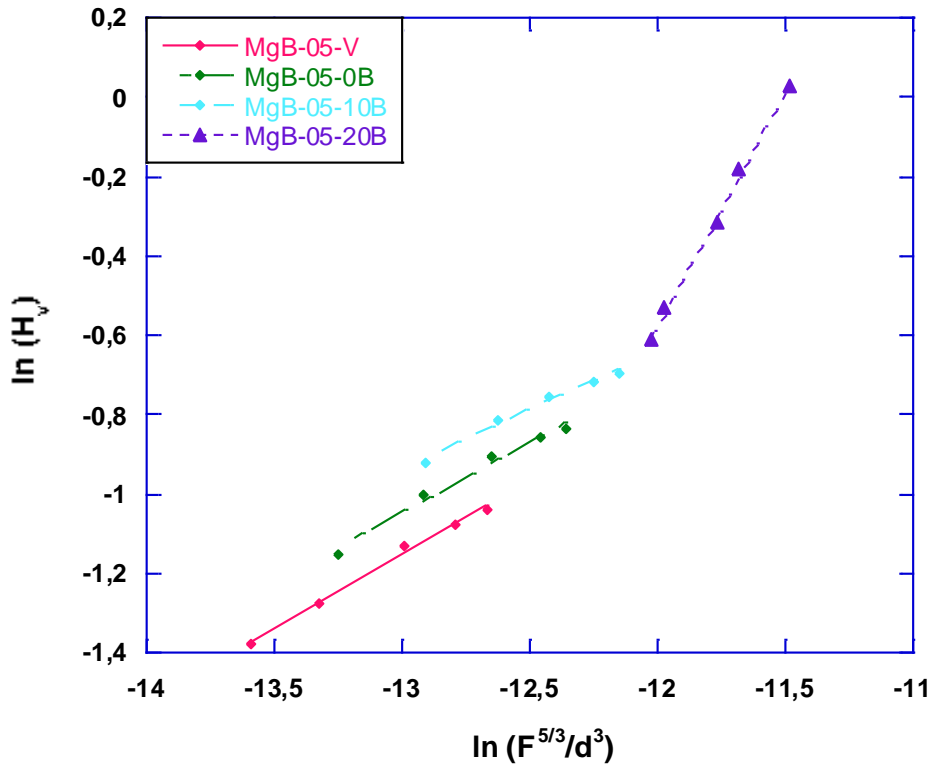
Bu modelde sertlik değeri,

$$H_v = \lambda_1 K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right) + K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) \quad (4.19)$$

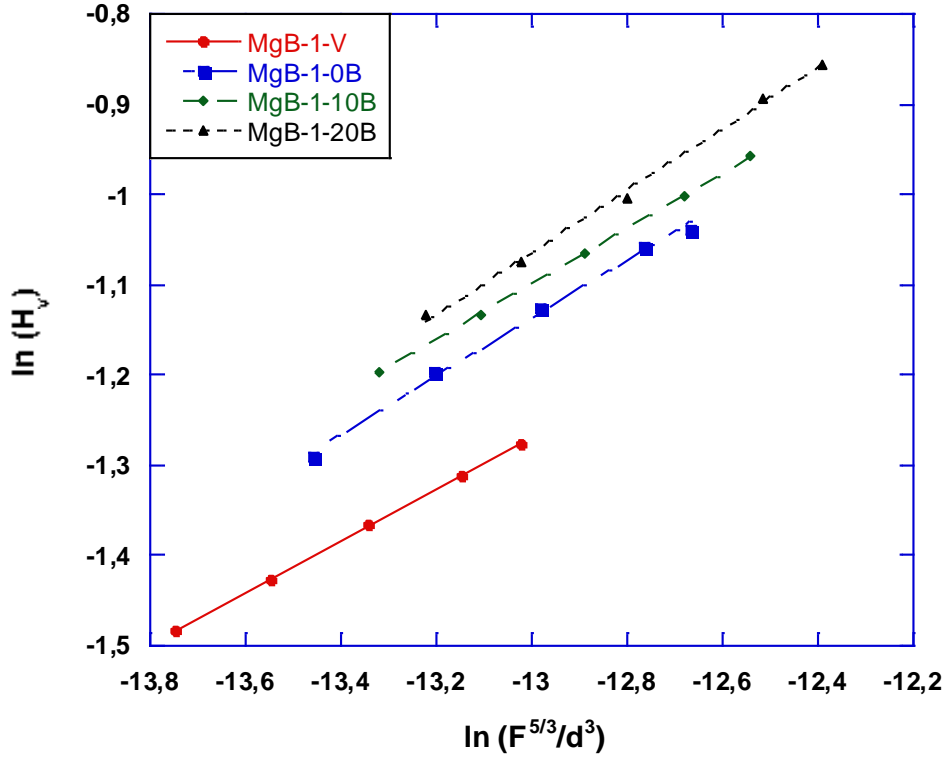
bağıntısıyla verilir. Burada d izin çapı, λ_1 ; K_1 ve K_2 sabittir. K_2 sabiti uygulanan yüke bağlı iken K_1 çentici geometrisine bağlı bir değerdir. İdeal bir plastik numune için $H_v = K_1(P/d^2)$. $\lambda_1 = 1$ ve $K_2(P^{5/3}/d^3) = 0$ iken kusursuz kırılmalı katılar için $H_v = K_2(P^{5/3}/d^3)$ ve $\lambda_1 = 0$ 'dır. Denklem (4.19) için $d = 7h$ alınabilir. Bu eşitlik çentiginin karşılıklı kenarları arasındaki 148° 'lik açı ile ilgili olup; h , oluşan izin derinliğidir. Eğer incelenen numune kırılmalı bir numune ise denklemin sadece ikinci kısmı kullanılır. Bu çalışmada *MgB-05-20B* numunesi hariç tüm numunelerde elastik deformasyon gözlenmiştir. Yani kırılmalılıkları fazladır. Bu nedenle denklem (4.19)'dan türetilen denklem (4.20) kullanılarak numuneler için sertlik değerleri hesaplanacaktır.

$$H_v = K \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right)^m \quad (4.20)$$

K ve m değerleri yükten bağımsız sabitlerdir ve $\ln(H_v) - \ln(P^{5/3}/d^3)$ grafiğinden elde edilir (Şekil 4.29). m üssü *ISE* davranışını açıklamada kullanılır. $m > 0,6$ iken numune normal *ÇBE* davranışı gösterirken, $m < 0,6$ olduğunda ise *TÇBE* davranışı gösterir.



(a)



Şekil 4.29. (a) 0,5 saatte (b) 1 saatte üretilen numunelerin $\ln H_v$ - $\ln(F^{5/3}/d^3)$ grafikleri

Tablo 4.20. IIC modeline göre hesaplanan m , K ve H_{IIC} değerleri

Numune	m	$K \times 10^4$ ($N^{(3-5m)/3}/\mu m^{(2-3m)}$)	H_{IIC} (GPa)	H_v (GPa)
<i>MgB-05-V</i>	0,37	3,69	0,307	0,322-0,353
<i>MgB-05-0B</i>	0,35	3,61	0,388	0,404-0,434
<i>MgB-05-10B</i>	0,29	2,92	0,457	0,469-0,499
<i>MgB-05-20B</i>	1,16	13,43	0,807	0,543-0-588
<i>MgB-1-V</i>	0,28	2,43	0,255	0,269-0,279
<i>MgB-1-0B</i>	0,32	3,03	0,322	0,347-0,354
<i>MgB-1-10B</i>	0,30	2,91	0,340	0,367-0,384
<i>MgB-1-20B</i>	0,34	3,37	0,372	0,409-0,425

Grafiğin eğiminden bulunan m üssü, *MgB-05* serisi için sırasıyla 0,37; 0,35; 0,29 ve 1,16 *MgB-1* serisi için ise 0,28; 0,32; 0,30; 0,34 olarak elde edilmiştir. *MgB-05-20B* için m değerinin 0,6'dan büyük olması bu numune için *ÇBE*; diğer numunelerin m değerlerinin 0,6'dan küçük olması ise *TÇBE* davranışının gözlemlendiğini teyit eder.

Tablo 4.20'deki veriler incelendiğinde *IIC* modeli sertlik değerlerinin, *TÇBE* davranışı gösteren numunelerin sertlik değerlerine yakın olduğu görülür. Bu durum *MgB-05-20B* hariç tüm numunelerde elastik deformasyon gözlenmediği, plastik deformasyon gözlemlendiği sonucunu doğrular

Uygulanan tüm modelleri kıyaslamalı olarak analiz edebilmek için her bir modelin sertlik değerleri Tablo 4.21'de verilmiştir. Tablodan da görüleceği üzere *ÇBE* davranışı gösteren *MgB-05-20B* numunesi için en uygun modelin HK yaklaşımı; *TÇBE* davranışı gösteren diğer tüm numuneler için ise en uygun modelin *IIC* modelidir.

Tablo 4.21. Tüm modellere göre hesaplanan sertlik ve H_v değerleri

<i>Numune</i>	H_{PSR} (GPa)	H_{MPSR} (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{HK} (GPa)	H_{IIC} (GPa)	H_v (Plato Bölgesi) (GPa)
<i>MgB-05-V</i>	0,406	0,405	0,411	0,367	0,307	0,322-0,353
<i>MgB-05-0B</i>	0,492	0,460	0,498	0,449	0,388	0,404-0,434
<i>MgB-05-10B</i>	0,544	0,542	0,542	0,510	0,457	0,469-0,499
<i>MgB-05-20B</i>	0,408	0,337	0,434	0,514	0,807	0,543-0-588
<i>MgB-1-V</i>	0,302	0,332	0,303	0,285	0,255	0,269-0,279
<i>MgB-1-0B</i>	0,392	0,339	0,498	0,364	0,322	0,347-0,354
<i>MgB-1-10B</i>	0,425	0,476	0,422	0,393	0,340	0,367-0,384
<i>MgB-1-20B</i>	0,479	0,557	0,486	0,440	0,372	0,409-0,425

5.SONUÇLAR

Bu çalışmada ex-situ yöntemiyle üretilen MgB_2 süperiletkenin yapısal, elektriksel, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri incelendi. Numuneler ex-situ reaksiyon yöntemiyle hazırlandı. Hazırlanan numuneler vakum ortamında, basınçsız, 10 bar ve 20 barlık Ar atmosferi olmak üzere 4 farklı ortam şartlarında; 0,5 ve 1 saat süreyle ısıtılma işlemine maruz bırakılarak iki seri MgB_2 üretildi. Numunelerin mikroyapısal özelliklerini incelemek için XRD, EDS, SEM ölçümleri gerçekleştirildi. Elektriksel ve süperiletkenlik özelliklerini araştırmak için manyetik alan altında öz direnç ölçümleri yapıldı. Mekanik özelliklerini incelemek için ise Vickers Mikrosertlik testi gerçekleştirildi. Tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerlerine Meyer kanunu, PSR Modeli, MPSR modeli, EPD modeli, HK modeli ve IIC modeli uygulanarak en uygun modelin saptanması amaçlandı. Tüm bu ölçümlerden elde edilen veriler, çeşitli hesaplamalar ve bilgisayar programlarıyla literatür bazlı analiz edilerek çıkan sonuçlar aşağıda maddeler halinde sıralandı.

- Üretilen MgB_2 süperiletkenlerinin a ve c parametreleri $MgB-V$ numunelerinde en yüksek değerde çıktı. Ar atmosferine geçilmesiyle ve uygulanan basıncın artmasıyla kayda değer bir azalma gözlemlendi. En düşük örgü parametreleri değerleri $MgB-05$ serilerinde gözlemlendi. Bu durum literatürdeki sonuçlarla tutarlıdır çünkü basıncın bağlar arasındaki mesafeyi kısaltması sonucu örgü parametrelerinde azalma meydana gelir.
- Numunelerin tanecik boyutlarına bakıldığında ise yine $MgB-V$ serilerinin tanecik boyutlarının diğer numunelere kıyasla büyük olduğu görüldü. Tanecik boyutundaki azalma yine basıncın etkisiyle ilişkilendirilebilir. 0,5 ve 1 saatte üretilen numuneler kıyaslandığında ise 1 saatlik ısıtılma işlemi görmüş serinin tanecik boyutunun daha büyük olduğu saptandı ki bu durum önceki çalışmalarla tutarlıdır. Bunun nedeni ısıtılma süresinin artmasıyla termal genişlemeden dolayı tanecik boyutu artması olarak düşünülebilir. Bu sonuçlar SEM görüntüleriyle de doğrulanmıştır.

- *SEM* görüntüleri incelendiğinde, tüm numunelerin MgB_2 'nin karakteristik morfolojisi olan tanecikli bir yapı sergilediği gözlenmiştir. Bu tanecikli yapılarda, tanecik boyutları birbirinden farklı olup yer yer topaklanmalar gözlenmiştir. Ayrıca tanecikler arasında belirli bir yönelim de söz konusu değildir. Tanecik boyutunun küçülmesiyle (özellikle *MgB-05-20B* ve *MgB-1-20B* için) tanecikler arası boşlukların azaldığı ve böylece daha güçlü bir tanecik bağlantısının elde edildiği söylenebilir. Güçlü tanecik bağlantısı da yüksek J_c eldesi için önemlidir. Ayrıca tanecik boyutunun azalması, gözenekliliği azaltarak, numunenin mekanik açıdan daha sert bir hale gelmesine neden olur. Bu durum *Vickers Mikrosertlik* ölçümleriyle doğrulanmıştır.
- *EDS* ölçüm sonuçlarına göre, yapı içerisinde Mg, B ve az miktarda O elementlerine rastlanmıştır. Hazır toz kullanılmasına rağmen O elementinin varlığı az da olsa safsızlık fazlarının mevcut olduğuna işaret eder. 1 saatte üretilen numunelerde Oksijen miktarının daha fazla olduğu görüldü bu da daha fazla ısı işlem süresinin numunelerde oksijen miktarını arttırabileceği sonucunu doğurur.
- Manyetik öz direnç ölçüm sonuçlarına göre, iki seride de *MgB-V* numunelerinin yüksek öz direnç değerlerine sahip olduğu saptanmıştır. *MgB-V* ve *MgB-20B* öz direnç değerleri arasında bariz bir fark saptandı. Bunun yanında *MgB-0B*, *MgB-10B* ve *MgB-20B* numunelerinin öz direnç değerlerinde kayda değer bir farklılık gözlenememiştir. Bu sonuca göre ısı işlem süresinin ve basıncın artmasıyla numunelerin öz direncinin azaldığı söylenebilir.
- Hesaplanan aktivasyon enerjisi değerlerine bakıldığında vakum ortamından Ar atmosferine geçilmesiyle ve daha sonra uygulanan basıncın artmasıyla numunelerin aktivasyon enerjileri arttığı görüldü. Aktivasyon enerjilerindeki bu artış; basınçla birlikte tanecik boyutunun ve numune içerisindeki boşlukların azalmasıyla açıklanabilir. *SEM* görüntüleriyle de desteklenen bu durum numune yoğunluğunun artmasına neden olarak daha iyi ara yüzey

mikroyapısına dolayısıyla daha iyi tanecik sınırlarına ve güçlü tanecik bağlantısına neden olur. Bu da numunede yüksek J_c elde edilebilecek bölgelerin oluşumunu tetikler.

- Vakum ortamında üretilen numunelerin kritik sıcaklık değerlerinin en yüksektir. Ar atmosferinde üretilen numuneler vakum ortamında üretilenlere göre daha düşük T_c değerleri sergilemişlerdir. Uygulanan basıncın artmasıyla bu T_c değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. Süperiletken metallerde basınçla birlikte T_c 'de meydana gelen azalma birçok çalışmada gözlenen bir durumdur ve MgB_2 süperiletkenin basınca olumsuz tepki verdiği bilinmektedir. Bu durum, $B-B$ ve $B-Mg$ bağlarının kısılmasından kaynaklanan Fermi enerjisindeki durum yoğunluğunun azalmasının, T_c ' de artışa sebep olabilecek fonon frekansındaki artışa karşı daha baskın olduğunu gösterir.
- *Vickers Mikrosertlik* ölçümlerine göre, farklı ısıl işlem sürelerinde ve farklı basınçlarda üretilen MgB_2 numunelerin sertliklerinin uygulanan yüke bağlı olduğu görüldü. *MgB-05-20B* hariç tüm numunelerin sertlikleri uygulanan yükle artmıştır. Bu davranış literatürde *ters çentik boyutu etkisi (TÇBE)* olarak adlandırılır. *MgB-05-20B* numunesinin sertliği ise davranış değiştirerek, yükle azalmış ve *çentik boyutu etkisi (ÇBE)* davranışı göstermiştir. Ayrıca tablodan 0,5 saatte üretilen numunelerin, 1 saatte üretilenlere oranla daha sert olduğu saptandı. Bu durum ısıl işlem süresinin artmasıyla numune içindeki boşlukların artışından kaynaklanmış olabilir.
- 0,5 saatte üretilen seride elastik modülü, gerilme, kırılma dayanımı değerleri Ar atmosferinde basınçsız olarak üretilen numunede vakum ortamında üretilen numuneden daha yüksektir. Ve basıncın sırasıyla *10B* ve *20B* değerlerine ulaşmasıyla E , Y ve (K_{IC}) değerleri de artmıştır. Ayrıca *MgB-05-V*, *MgB-05-0B*, *MgB-05-10B* numunelerinde E , Y ve (K_{IC}) değerleri uygulanan yükün artmasıyla artmıştır. Fakat *MgB-05-20B* numunesinde bu değerler uygulanan yükün artmasıyla azalmıştır. Bu durum *ÇBE* davranışıyla ilişkilidir.

- Meyer kanunu, PSR Modeli, MPSR modeli, EPD modeli, HK modeli ve IIC modelinin tüm numunelere uygulanması sonucu ÇBE davranışı gösteren MgB-05-20B için en uygun modelin *HK*; TÇBE davranışı gösteren diğer tüm numuneler için *IIC* modelinin uygun olduğu belirlenmiştir. Yani *MgB-05-20B* numunesinde hem elastik hem plastik deformasyon; diğer numunelerde sadece plastik deformasyon gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

- Varilci, A., Yegen, D., Tassi, M., Stamopoulos, D., Terzioğlu C. (2009). Effect Of Annealing Temperature On Some Physical Properties Of MgB_2 By Using The Hall Probe Ac-Susceptibility Method. *Physica B, Physics Of Condensed Matter*, 404 (21), 4054-4059.
- Li, H., Bradt, R. C. (1996). The Effect Of Indentation-Induced Cracking On The Apparent Microhardness. *J. Mat. Sci.*, 31, 1065–1070.
- Awad, R., Abou-Aly, A. I., Kamal, M., Anas, M. (2011). Mechanical Properties Of $(Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223$ Substituted By Pr. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 24, 1947-1956.
- Sangwal, K. (2000). On The Reverse Indentation Size Effect And Microhardness Measurement Of Solids. *Materials Chemistry And Physics*, 63 (2), 145-152.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N. (2005). Modulus And Hardness Of Polycrystalline Superconductors By Dynamic Microindentation Technique. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25, 969-977.
- Uzun, O., Karaaslan, T., Keskin, M. (2003). Hardness Evaluation Of $Al_2Si_0.5Sb$ Melt Spun Ribbons. *J. Alloys And Compd.*, 358, 104-111.
- Uzun, O., Karaaslan, T., Gogebakan, M., Keskin, M. (2004). Hardness And Microstructural Characteristics Of Rapidly Solidified Al-8-16 Wt.%Si Alloys. *J. Alloys And Compd.*, 376, 149-157.
- Sahin, O., Uzun, O., Sopicka-Lizer, M., Gocmez, H., & Kolemen, U. (2008). Dynamic Hardness And Elastic Modulus Calculation Of Porous Sial On Ceramics Using Depth-Sensing Indentation Technique. *Journal Of The European Ceramic Society*, 28 (6), 1235–1242.
- Tabor, D. (1951). The Hardness And Strength Of Metals. *J. Inst. Metals*, 79, 1-18.
- Onitsch, E. M. (1961). Micro-Indentation Hardness. *J. Dent. Res.*, 40, 1116-1126.
- Kölemen, U. (2006). Analysis Of ISE Microhardness Measurement Of Bulk MgB_2 Superconductors Using Different Models. *Journal Of Alloys And Compounds*, 425, 429-435.
- Li, H., Han, Y. H., Bradt, R. C. (1994). Knoop Microhardness Of Single Crystal Sulphur. *J. Mater. Sci.*, 29, 5641-5645.
- Quinn, J. B., Quinn, G. D. (1997). Indentation Brittleness Of Ceramics: A Fresh Approach. *J. Mater. Sci.*, 32, 4331–4346.
- Machaka, R., Derry T. E., Sigalas, I. & Herrmann, M. (2011). Analysis Of The Indentation Size Effect In The Microhardness Measurements In B_6O . *Materials Science And Engineering*, Doi:10.1155/2011/539252.

Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. (2000). Load-Dependence Of Knoop Hardness Of Al₂O₃-Tic Composites. *Journal Of The European Ceramic Society*, 20, 1895-1900.

Gong, J., Wu, J., Guan, Z. (1999). Examination Of The Indentation Size Effect In Low-Load Vickers Hardness Testing Of Ceramics. *Journal Of European Ceramic Society*, 19 (15), 2625-2631.

Sahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B. & Uçar, N. (2005). Indentation Size Effect And Microhardness Study Of Sn Single Crystals. *Chin. Phys. Lett.*, 22 (12), 3137-3140.

Sahin, O., Uzun, O., Kölemen, U. & Uçar, N. (2007). Vickers Microhardness Studies Of β -Sn Single Crystals. *Materials Characterization*, 58, 197-204.

Hays, C., Kendall, E. G. (1973). An Analysis Of Knoop Microhardness. *Metall.*, 6, 275-282.

Gane, N., Bowden, F. P. (1968). Microdeformation Of Solids. *Journal Of Applied Physics*, 39, 1432-1435.

Abou-Aly, A. I., Awad, R., Mahmoud, S. A., Baraka, M. M. (2012). Synthesis, Characterization And Magneto-resistance Studies Of Tl_{0.5}Pb_{0.5}Sr_{1.6}Ba_{0.4}CaCu_{2-x}Ru_xO_{7- δ} . Superconductor. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 25, 451-461. Doi 10.1007/S10948-011-1292-4

Abou-Aly, A. I., Mahmoud, S. A., Awad, R., Barakat, M. M. E. (2010). Electrical Resistivity And Magneto-resistance Studies Of (Bi,Pb)-2223 Phase Substituted By Ru. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 23, 1575-1588, Doi 10.1007/S10948-010-0815-8.

Vo, N. V., Liu, H. K. & Dou, S. X. (1996). Effect Of Sintering Periods On The Pinning Force, Activation Energy And Microstructure Of High Superconducting Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Tapes. *Supercond. Sci. Technol.*, 9, 104.

Anderson, P.W. (1962). Pinning And Thermal Fluctuations Of A Flux Line In High-Temperature Superconductors. *Phys. Rev. Lett.* 9, 309.

Anderson, P.W., Kim, Y. B. (1964). Hard Superconductivity: Theory Of The Motion Of Abrikosov Flux Lines. *Rev. Mod. Phys.* 36, 39.

Pu, M. H., Song, W. H., Zhao, B., Wu, X. C., Sun, Y. P., Du, J. J., Fang, J. (2001). Enhanced Flux Pinning In (Bi,Pb)-2223/Ag Tapes By Slight Pr-Doping. *Physica C*, 361, 181-188.

Vinu, S., Sarun, P. M., Shabna, R., Syamaprasad, U. (2009). Analysis Of Thermo-Magnetic Fluctuations In Bi_{1.6}Pb_{0.5}Sr_{2-x}Lu_xCa_{1.1}Cu_{2.1}O_{8+ δ} (0.000 \leq X \leq 0.125) Superconductor. *J. Alloys Compd.*, 487, 1-4.

Abou-Aly, A.I., Korayem, M.T., Gomaa, N.G., Awad, R., Al- Hajji, M.A. (1999). Synthesis And Study Of The Ceramic High- T_c Superconductor, $Hg_{1-x}Tl_xBa_2Ca_{1.8}Y_{0.2}Cu_3O_{8+\Delta}$ ($X=0,3, 0.5, 0.7, 0.9$ And 1) *Supercond. Sci. Technol.*, 12, 147.

Zhang, C., Zhang, X. (2011). Effect Of Negative Pressure On Superconducting Transition Temperature Of MgB_2 . *Computational Materials Science*, 50 (3), 1097-1101.

Jorgensen, J. D., Hinks, D. G., & Short, S. (2001). Lattice Properties Of MgB_2 Versus Temperature And Pressure. *Materials Science Division*, Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439.

Schneider, T. & Di Castro, D. (2005). Pressure And Isotope Effect On The Anisotropy Of MgB_2 . *Phys. Rev. B*, 72, 054501.

Sekkina Moroy, M. A., Elsabawy Khaled, M. (2002). Fluoride Doping And Boron Particle Size Effect On $MgB_{2-x}F_x$ Superconductor, *Solid State Com.*, 123, 1-6.

Buzea C., Yamashita, T. (2001). Review Of The Superconducting Properties Of MgB_2 . *Superconductor Science And Technology*, 14, 11.

Kacrowski, D. Zaleski, A. J., Żogał, O. J., Klamut, J. (2001). Incipient Superconductivity In TaB_2 . *Condensed Matter-Superconductivity*.

Rose Innes, A. C. & Rhoderick, E. H. (1978). *Introduction To Superconductivity*, Revised Edition.

Schmidt, V.V. (1982). *The Physics Of Superconductors*, Moskau: Nauka Publisher.

Caplin, A.D, Bugoslavsky, Y., Cohen, L. F, Cowey, L., Driscoll, J., Moore, J. & Perkins, G. K. (2003). Critical Fields And Critical Currents In MgB_2 . *Superconductor Science And Technology*, 16 (2), 176-182.

Cava, R. J., Batlogg, B., Sunshine, S., Rietman, E. A. (1987). Bulk Superconductivity At 91 K In Single-Phase Oxygen-Deficient Perovskite $Ba_2YCu_3O_{9-\Delta}$. *Phys. Rev. Lett.* 58 (16), 1676–1679.

Handstein, A., Hinz, D., Fuchs, G., Muller, K. H., Nenkov, K., Gutfleisch, O., Narozhnyi, V. N. & Schultz, L. (2001). Preprint, Fully Dense MgB_2 Superconductor Textured By Hot Deformation. Cond-Mat/0103408.

Jung, C. U., Choi, J. H., Chowdhury, P., Kim, K. H. P., Park, M. S., Kim, H. J., Kim, J. Y., Du, Z., Kim M. S., Kang, W. N., Lee, S. I., Sung, G. Y., Lee, J. Y. (2001). Growth And Physical Properties Of Single Crystalline MgB_2 , *Condensed Matter*, 010533.

Lima, O. F., Ribeiro, R. A., Avila, M. A., Cardoso, C. A., Coelho, A. A. (2001). Anisotropic Superconducting Properties Of Aligned MgB_2 Crystallites. *Phys. Rev. Lett.*, 86 (26), 5974-5977.

Jung, M. H., Jaime, M., Lacerda, A. H., Boebinger, G. S., Kang, W. N., Kim, H. J., Choi, E. M., Lee, S. I. (2001). Anisotropic Superconductivity In Epitaxial MgB₂ Films. *Condensed Matter*, 0106146.

Ferdeghini, C., Ferrando, V., Grassano, G., Ramadan, W., Bellingeri, E., Braccini, V., Marré, D., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Borgatti, F., Felici, R., Lee, T.L. (2001). Growth Of C-Oriented MgB₂ Thin Films By Pulsed Laser Deposition: Structural Characterization And Electronic Anisotropy. *Superconductor Science And Technology*. 14 (11), 952.

Bud'ko, S. L., Kogan, V. G., Canfield, P. C. (2001). Determination Of Superconducting Anisotropy From Magnetization Data On Random Powders As Applied To LuNi₂B₂C, YNi₂B₂C And MgB₂. *Phys. Rev. B*, 64, (18) 180506.

Bud'ko, S. L., Lapertot, G., Petrovic, C., Cunningham, C. E., Anderson, N. & Canfield, P. C. (2001). Boron Isotope Effect In Superconducting MgB₂. *Phys. Rev. Lett.*, 86 (9) 1877–1880.

Hinks, D. G., Claus, H. & Jorgensen, J. D. (2001). The Complex Nature Of Superconductivity In MgB₂ As Revealed By The Reduced Total Isotope Effect, *Nature* 411, 457-460.

Larbalestier, D. C., Rike, M. O. L., Cooley, L. D., Polyanskii, A. A., Jiang, Y. J., Patnaik, S., Cai, X. Y., Feldmann, D. M., Gurevich, A., Squitieri, A. A., Naus, M. T., Eom, C. B., Hellstrom, E. E., Cava, R. J., Regan, K. A., Rogado, N., Hayward, M. A., He, T., Slusky, J. S., Khalifah, P., Inumaru, K., Haas, M. (2001). Strongly Linked Current Flow In Polycrystalline Forms Of The Superconductor MgB₂. *Nature*, 410, 186-189.

Kawano, K., Abell, J. S., Kambara, M., Hari Babu, N., Cardwell, D. A. (2001). Evidence For High Intergranular Current Flow In A Single-Phase Polycrystalline MgB₂ Superconductor. *Appl. Phys. Lett.*, 79 (14), 2216.

Kazakov, S. M., Puzniak, R., Rogacki, K., Mironov, A.V., Jun, J., Zhigadlo, N. D., Soltmann, C. H., Batlogg, B., Karpinski, J. (2005). Carbon Substitution In MgB₂ Single Crystals: Structural And Superconducting Properties. *Phys. Rev.B*, 71, 024533.

Slusky J. S., Rogado N., Regan K. A., Hayward M. A., Khalifah P., He T., Inumaru K., Lourerio S. M., Haas M. K., Zandbergen H. W., Cava R. J. (2001). Loss Of Superconductivity With The Addition Of Al To MgB₂ And A Structural Transition In Mg_{1-x}Al_xB₂. *Nature*, 410, 343-345.

Mickelson, W., Cumings, J., Han, W. Q., Zettl, A. (2002). Effects Of Carbon Doping On Superconductivity In Magnesium Diboride. *Physical Review B*, 65 (5), 052505.

Buzea, C. & Yamashita, T. (2001). Review Of The Superconducting Properties Of MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.*, 14, 115-146.

- Sinha, B. B., Kadam, M. B., Mudgel, M., Awana, V. P. S., Kishan, H., Pawar, S.H. (2010). Synthesis And Characterization Of Excess Magnesium MgB₂ Superconductor Under Inert Carbon Environment. *Physica C*, 470, 25-30.
- Huang, X., Mickelson, W., Regan, B. C., & Zettl, A. (2005). Enhancement Of The Upper Critical Field Of MgB₂ By Carbon-Doping. *Solid State Communications*, 136, 278-282.
- Serquis, A., Civale, L., Hammon, D.L., Coulter, J.Y., Liao, X. Z., Zhu, Y. T., Peterson, D. E., Mueller, M. (2001). Effect Of Lattice Strain And Defects On The Superconductivity Of MgB₂. *Appl. Phys. Lett.* 79 (26), 4399.
- Hsieh, C. H., Chang, C. H., Sou, U. C., Sheu, H. S., Hsu, H. C., Yang, H. C. (2006). X-Ray Absorption Spectroscopic Study Of A Hot Pressed MgB₂. *Solid State Commun.*, 137, 97–100.
- Bordet, P., Mezouar, M., Nunez-Regueiro, M., Monteverde, M., Nunez-Regueiro, M. D., Rogado, N., Regan, K. A., Hayward, M. A., He, T., Loureiro, S. M., Cava, R. J. (2001). Absence Of A Structural Transition Up To 40 Gpa In MgB₂ And The Relevance Of Magnesium Nonstoichiometry. *Phys. Rev. B*, 64 (17), 2502.
- Buzza, C. & Yamashita, T. (2001). Review Of The Superconducting Properties Of MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.*, 14, 115-146.
- Tissen, V.G., Nefedova, M.V., Kolesnikov, N.N., Kulakov, M.P. (2001). Effect Of Pressure On The Superconducting T_c Of MgB₂. *Physica C*, 363 (3), 194–197.
- Tomita, T., Hamlin, J. J., Schilling, J. S., Hinks, D. G., Jorsensen, J. D. (2001). Dependence Of T_c On Hydrostatic Pressure In Superconducting MgB₂. *Phys. Rev. B*, 64 092505.
- Saito, E., Taknenobu, T., Ito, T., Iwasa, Y., Prassides, K., Arima, T. (2001). Pressure Dependence Of T_c In The MgB₂ Superconductor As Probed By Resistivity Measurements. *J. Phys. Condens. Matter.*, 13 (12) L267.
- Vogt, T., Schneider, G., Hriljac, J. A., Yang, G., Abell, J. S. (2001). Compressibility And Electronic Structure Of MgB₂ Up To 8 Gpa. *Phys. Rev. B*, 63 (22), 0505.
- Monteverde, M., Nunez-Regueiro, M., Rogado, N., Regan, K. A., Hayward, M. A., He, T., Loureiro, S. M., Cava, R. J. (2001). Pressure Dependence Of The Superconducting Transition Temperature Of Magnesium Diboride. *Science*, 292 (5514), 75- 77.
- Lorenz, B., Meng, R. L., Chu, C. W. (2001). High-Pressure Study On MgB₂. *Phys. Rev. B*, 64 (1), 12507. Prassides K., Iwasa Y., Ito T., Chi D. H., Uehara, K., Nishibori, E., Takata, M., Sakata, M., Ohishi, Y., Shimomuka, O., Akimitsu, J. (2001). Compressibility Of The MgB₂ Superconductor. *Phys. Rev. B*, 64 (1), 12509.
- Kambara, M., Hari Babu, N., Sadki, E.S., Cooper, J.R., Minami, H., Cardwell, D.A., Campbell, A.M. & Inove, I.H. (2001). High Intergranular Critical Currents In Metallic MgB₂ Superconductor. *Superconductor Science And Technology* 14, 5-7.

Larbalestier, D.C., Cooley, L.D., Rikel, M.O., Polyanskii, A.A., Jiang, J., Patnaik, S., Cai, X.Y., Feldmann, D.M., Gurevich, A., Squitieri, A.A., Naus, M.T., Eom, C.B., Hellstrom, E.E., Cava, R.J., Regan, K.A., Rogado, N., Hayward, M.A., He, T., Slusky, J.S., Khalifah, P., Inumaru, K. & Haas, M. (2001). Strongly Linked Current Flow In Polycrystalline Forms Of The Superconductor MgB₂. *Nature*, 410, 186-189.

Muranaka, T., Zenitani, Y., Shimoyama, J. & Akimitsu, J. (2005). Superconductivity In MgB₂ In *Frontiers In Superconducting Materials*; Narlikar, A. V., Ed., *Springer Berlin Heidelberg*, 937-981.

Collings, E. W., Sumption, M. D., Bhatia, M., Susner, M. A., Bohnenstiehl, S. D. (2008) . Prospects For Improving The Intrinsic And Extrinsic Properties Of Magnesium Diboride Superconducting Strands. *Supercond. Sci. Technol.*, 21, 103001.

Buzea, C. & Yamashita, T. (2001). Review Of The Superconducting Properties Of MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.*, 14, 115-146.

Jiang, J., Senkowicz, B. J., Larbalestier, D. C., Hellstrom, E. E., (2006). Influence Of Boron Powder Purification On The Connectivity Of Bulk MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.*, 19 (8), 33-36.

Ahn, J.-H., Oh S. (2009). Pore Structures And Grain Connectivity Of Bulk MgB₂. *Physica C: Superconductivity*, 469, 1235–1238.

Serquis, A., Liao, X. Z., Zhu, Y. T., Coulter, J. Y., Huang, J. Y., Willis, J. O., Peterson, D. E., Mueller, F. M., Moreno, N. O., Thompson, J. D., Nesterenko, V. F. & Indrakanti, S. S. (2002). Influence Of Microstructures And Crystalline Defects On The Superconductivity Of MgB₂. *J. Appl. Phys.*, 92 (1), 351.

Handstein, A., Hinz, D., Fuchs, G., Müller, K.-H., Nenkov, K. Gutfleisch, O., Narozhnyi, V.N., Schultz Fully, L. (2001). Dense MgB₂ Superconductor Textured By Hot Deformation. *Journal Of Alloys And Compounds*, 329 (1-2), 285-289.

Gumbel, A., Eckert, J., Fuchs, G., Nenkov, K., Muller, K.-H., Schultz, L. (2002). Improved Superconducting Properties In Nanocrystalline Bulk MgB₂. *Applied Physics Letters*, 80 (15), 2725 – 2727.

Pradhan, A. K., Shi, Z. X., Tokunaga, M. & Tamegai, T. (2001). Electrical Transport And Anisotropic Superconducting Properties In Single Crystalline and Dense Polycrystalline MgB₂. *Physical Review B*, 64 (21), 2125091-2125094.

Takano, Y., Takeya, H., Fujii, H., Kumakura, H., Hatano, T., Togano, K., Kito, H. & Ihara, H. (2001). Superconducting Properties Of MgB₂ Bulk Materials Prepared By High-Pressure Sintering. *Appl. Phys. Lett.*, 78 (19), 2914 – 2916.

Russel, V., Hirst, R., Kanda, F. A. & King, J. (1953). An X-Ray Study Of The Magnesium Borides. *Acta Cryst.*, 6, 870.

Jones, M. E. & Marsh, R. E. (1954). The Preparation And Structure Of Magnesium Boride, MgB₂. *J. Am. Chem. Soc.*, 76 (5), 1434-1436.

Angst, M. & Puzniak, R. (2003). Two Band Superconductivity In MgB₂: Basic Anisotropic Properties And Phase Diagram. *Condensed Matter* <http://Arxiv.Org/Abs/Cond-Mat/0305048v2>.

Lima, O.F., Cardoso, C.A. (2003). Anisotropy In MgB₂. *Brazilian Journal Of Physics*, 33 (4), 709-712.

Kogan, V. G., Bud'ko, S. L. (2003). Anisotropy Parameters Of Superconducting MgB₂. *Physica C: Superconductivity*. 385 (1-2) 131-142.

Eltsev, Y., Lee S., Nakao, K., Chikumoto, N., Tajima, S., Koshizuka, N., Murakami, M. (2002). Anisotropic Superconducting Properties Of MgB₂ Single Crystals Probed By In-Plane Electrical Transport Measurements. *Phys. Rev. B*, 65 (14), 10-13.

Jorgensen, J.D., Hinks, D.G., Short, S. (2001). Lattice Properties Of MgB₂ Versus Temperature And Pressure. *Phys. Rev. B*, 63 (22), 224522.

Tzeli D. And Mavridis A., (2005). Ab Initio Investigation Of The Electronic And Geometric Structure Of Magnesium Diboride, MgB₂. *J. Phys. Chem. A*, 109 (47), 10663-10674.

Ivanovskiĭ, L. (2003). Band Structure And Properties Of Superconducting MgB₂ And Related Compounds. *Physics Of The Solid State*, 45 (10), 1829-1859.

Mori, H., Lee, S., Yamamoto, A., Tajima S. And Sato S., (2002). Electron Density Distribution In A Single Crystal Of Mg_{1-x}B₂ [X=0.045(5)]. *Physical Review B*, 65, 092507.

Larbalestier, D., Gurevich, A., Feldmann, D. M., Polyanskii, A. (2001). High-T_c Superconducting Materials For Electric Power Applications. *Nature*, 414, 368-377.

Nagamatsu, N., Nakagawa, J., Muranaka, T., Zenitani, Y. & Akimitsu, J. (2001). *Nature*, 410, 63-64.

Jones, M. E; Marsh, R.E. (1954). The Preparation And Structure Of Magnesium Boride MgB₂. *Journal Of The American Chemical Society*, 76 (5), 1434- 1436.

Physics World, Superconductivity Sayısı, Nisan (2011).

Onnes, H. K. (1911). Disappearance Of The Electrical Resistance Of Mercury At Helium Temperatures. *Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden*, 12, 120.

Meissner, W. & Ochsenfeld, R. (1933). Ein Neuer Effekt Bei Eintritt Der Supraleitfähigkeit. *Superconductivity Naturwiss*, 21, (44), 787-788.

London, F., London, H. (1935). The Electromagnetic Equations Of The Superconductor. *Proc Roy. Soc.*, A149, 71-88.

- Ginzburg, V.L. & Landau, L. D. (1950). *Zh. Eksperim. I. Teor. Fiz.* 20, 1064.
- Fröhlich, H., (1950). Theory Of The Superconducting State. I. The Ground State At The Absolute Zero Of Temperature *Phys. Rev.* 79 (5), 845-856.
- Maxwell, E. (1950). Isotope Effect In The Superconductivity Of Mercury. *Phys. Rev.*, 78 (4), 477.
- Josephson, B.D. (1962). Possible New Effects In Superconductive Tunneling. *Phys. Lett.*, 1, 251-253.
- Bednorz, J. G., Muller, K. A. (1986). Possible High- T_c Superconductivity In The Ba-La-Cu-O System. *Zeitschrift Für Physik B*, 64, 189-193.
- Chu, M. K., Ashbourn, J. R., Tourng, C. J., Meng, L. R., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y. Q. & Chu, C. W. (1987). Superconductivity At 93 K In A New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System At Ambient Pressure. *Physical Review Letters*, 58, 908-910.
- Michel, C., Hervieu, M., Borel, M.M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J., Raveau, B. (1987). Superconductivity In The Bi - Sr - Cu - O System. *Physics B, Condensed Matter*, 68, 421-423.
- Schilling, A., Cantoni, A., Guo, J.D, Ott, H. D. (1993). Superconductivity Above 130 K In The Hg-Ba-Ca-Cu-O System. *Nature*, 363, 56-58.
- Gao, L. , Huang, Z.J., Meng, R.L., Lin, J.G., Chen, F., Beauvais, L., Sun, Y.Y., Xue, Y.Y., Chu, C.W. (1993). Study Of Superconductivity In The Hg-Ba-Ca-Cu-O System *Physica C: Superconductivity*, 213,61-265.
- Maeda, H., Tanaka, Y. , Fukutomi, M., Asano, T. (1988). A New High- T_c Oxide Superconductor Without A Rare Earth Element. *Jpn. J. Appl. Phys.* 27, L209-L210.
- Hongbao, L. , Liezhao, C., Ling, Z., Zhiqiang, M., Xiaoxian, L., Zhidong, Y., Bai, X., Xianglem Guien, Z., Yaozhong, R., Zhaojia, C., Yuheng, Z. (1989). Zero Resistance At 132k In The Multiphase System Of $Bi_{1.9-x}Pb_xSb_{0.1}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ With $x=0.3,0.4$. *Solid State Communications*, 69, 867-868.
- Kaneko, T., Wada, T., Yamauchi, H. & Tanaka, S. (1990). (Tl, Pb, Bi) $Sr_2Ca_2Cu_3O_z$ Superconductors With Zero Resistance At 120 K. *J. Of Appl. Phys. Lett.*, 56 (13), 1281-1284.
- Putilin, S N., Antipov, E. Chmaissen, V., O. & Marezio, M. (1993). Superconductivity At 94 K In $HgBa_2CuO_{4+\Delta}$. *Nature*, 362, 226-228.
- Chu, C. W., Gao, L., Chen, F., Huang, Z. J., Meng, R. L. & . Xue, Y. (1993). Superconductivity Above 150 K In $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+\Delta}$ At High Pressures. *Nature*, 365, 323-325.

- Akimitsu, J. (2001). Symposium On Transition Metal Oxides Sendai, Japan, Superconductivity Of Metallic Boron In MgB₂. *Phys. Rev. Lett.*, 864656.
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. & Akimitsu, J. (2001). Superconductivity At 39 K In Magnesium Diboride. *Nature*, 410, 63-64.
- Bardeen, J., Cooper, L. N. & Schrieffer, J. R. (1957). Microscopic Theory Of Superconductivity. *Phys. Rev.* 106, 162–164.
- Gor'kov, L.P. (1960). Theory Of Superconducting Alloys In A Strong Magnetic Field Near The Critical Temperature, *Sov. Phys. JETP.*, 10, 998-1004.
- Abrikosov, A. A. (1957). On The Magnetic Properties Of Superconductors Of The Second Group. *Sov. Phys. JETP.*, 5, 1174- 1182.
- Takano, K., Takeya, H., Fujii, H., Kumakura, H., Hatano, T., Togano, K. (2001). Superconducting Properties Of MgB₂ Bulk Materials Prepared By High-Pressure Sintering. *Applied Physical Letters*, 78, 2914-2917.
- Handstein, A., Hinz, D., Fuchs, G., Muller, K. H., Nenkov, K., Gutfleisch, O., Narozhnyi, V. N. & Schultz, L. (2001). Preprint, Fullydense MgB₂ Superconductor Textured By Hot Deformation. *Cond-Mat*.0103408.
- De Lima, O. F., Ribeiro, R. A., Avila, M. A., Cardoso, C. A. & Coelho, A. A. (2001) (A). Anisotropic Superconducting Properties Of Aligned MgB₂ Crystallites. *Phys. Rev. Lett.*, 86, 5974.
- De Lima, O. F., Cardoso, C. A., Ribeiro, R. A., Avila, M. A. & Coelho, A. A. (2001) (B). Preprint, Angular Dependence Of The Bulk Nucleation Field H_{c2} Of Aligned MgB₂ Crystallites. *Cond-Mat*,0105332.
- Patnaik, L., Cooley, D., Gurevich, A., Apolyanski, A., Jiang, J., Cai, X. Y., Squitieri, A. A., Naus, M. T., Lee, M. K., Choi, J. H., Belenky, L., Bu, S.D., Letteri, J. Song, X., Schlom, D. G., Seabcock, C., Eom, B., Hellstrom, E. E. & Larbalestier, D. C. (2001). Electronic Anisotropy, Magneticfield-Temperature Phase Diagram And Their Dependence On Resistivity In C-Axisoriented MgB₂ Thin Films. *Superconductor Science And Technology*, 14, 315.
- Joshi, A. G., Pillai, C. G. S., Raj, P. & Malik, S. K. (2001) (A), Magnetization Studies On Superconducting MgB₂ – Lower And Upper Critical Fields And Critical Current Density, *Solid State Commun.*, 118 445.
- Xu, M., Kitazawa, H., Takano, Y., Ye, J., Nishida, K., Abe, H., Matsushita, A. & Kido, G. (2001). Preprint, Single Crystal MgB₂ With Anisotropic Superconducting Properties. *Cond Mat.*, 0105271.
- Simon, F., Janossy, A., Feher, T., Muranyi, F., Garaj, S., Forro, L., Petrovic, C., Bud'ko, S. L., Lapertot, G., Kogan, V. G. & Canfield, P. C. (2001). Anisotropy Of Superconducting MgB₂ As Seen In Electron Spin Resonance And Magnetization Data. *Phys. Rev. Lett.* 87 047002.

Goldacker, W., Schlachter, S. I., Reiner, J., Zimmer, S. Nyilas, A. Kiesel, H. (2003). Mechanical Properties Of Reinforced MgB₂ Wires. *Applied Superconductivity*, 13, 3261-3264.

Dogruer, M., Gorur, O., Zalaoglu, Y., Ozturk, O., Yildirim, G., Varilci, A. & Terzioglu, C. (2012). Role Of Diffusion-Annealing Time On The Superconducting, Microstructural And Mechanical Properties Of Cu-Diffused Bulk MgB₂ Superconductor. *J. Mater. Sci. Mater Electron*, Doi: 10.1007/S10854-012-0755-0.

Constantinidis, G., Tomlinson, R.D. & Neumann, H., Microhardness Of Cuinse. (1988). *Philos. Mag. Lett.*, 57, 91

Ascheron, C., Haase, C., Kuhn, G., Neumann, H. (1989). Microhardness Of Sn-Doped Inp. *Cryst. Res. Technol.*, 24, 33-35.

Sangwal, K. (2000). On The Reverse Indentation Size Effect And Microhardness Measurement Of Solids. *Mater. Chem. Phys.* 63, 145.

Gong, J. Miao, H. Zhao, Z. Guan, Z. (2001). Load-Dependence Of The Measured Hardness Of Ti(C,N)-Based Cermets. *Mater. Sci. Eng. A*, 303, 179

Basu, B., Mukhopadhyay, N., Manisha, K. (2009). Understanding The Mechanical Properties Of Hot Pressed Ba-Doped S-Phase Sialon Ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.* 29, 801

Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U. & Uçar, N. (2007). Dynamic Hardness And Reduced Modulus Determination On The (001) Face Of B-Sn Single Crystals By A Depth Sensing Indentation Technique. *J. Phys., Condens. Matter.*, 19, 306001.

Sangwall, K., Surowska, B., Blaziak, P. (2002). Analysis Of The Indentation Size Effect In The Microhardness Measurement Of Some Cobalt-Based Alloys. *Mater. Chem. Phys.*, 77, 511.

Graaf, D.D., Braciszewicz, M., Hintzen, H. T., Sopicka-Lizer, M., De With, G. (2004). The Influence Of The Composition On (The Load-Dependence Of) The Microhardness Of Y–;Si–;Al–;O–;N Glasses As Measured By Vickers Indentation. *J. Mater. Sci.*, 39, 2145.

Marwaha, R. K., Shah, B.S. (1988). Microhardness Studies On Benzoic Acid Single Crystals. *Cryst. Res. Technol.*, 23, 63-65.

Bajpai, R., Datt, S.C. (1986). *Indian J. Pure Appl. Phys.*, 24, 254.

Kölemen, U. (2006). Analysis Of Ise In Microhardness Measurements Of Bulk MgB₂ Superconductors Using Different Models. *Journal Of Alloys And Compounds*, 425, 429–435.

Gümbel, A., Eckert, J., Fuchs, G., Nenkov, K., Müller, K.-H. & Schultz, L. (2002). Improved Superconducting Properties In Nanocrystalline Bulk MgB₂. *Appl. Phys. Lett.*, 80. 2725-2727.

Prikhna, T., Gawalek, W., Savchuk, Y., Sergienko, N., Moshchil, V., Dub, S. Sverdun, V., Kovalev, L., Penkin, V., Zeisberger, M., Wendt, M., Fuchs, G.,

Habisreuther, T., Litzkendorf, D., Nagorny, P., Melnikov, V. (2007). High-Pressure–High-Temperature Synthesis Of Magnesium Diboride with Different Additions. *Physica C*, 460–462.

Güçlü, N. (2007). Mechanical Characterization Of Tl-Added MgB₂/Cu Superconducting Wires Using Vickers Hardness Test. *Materials Chemistry And Physics*, 101, 470–474.

Kitaguchi, H., Kumakura, H., Togano, K. (2001). Strain Effect In MgB₂/Stainless Steel Superconducting Tape. *Physica C: Superconductivity*, 363, 3, 198–201.

Dancera, C.E.J., Mikheenkob, P., Bevanb, A., Abellb, J.S., Todda, R.I., Grovenor, C.R.M. (2009). A Study Of The Sintering Behaviour Of Magnesium Diboride. *Journal Of The European Ceramic Society*, 29, 1817–1824.

Gorur, O., Nursoy, M., Terzioglu, C., Varilci, A., Belenli, I. (2009). Influence Of Annealing Temperature On The Microstructure And Mechanical Properties Of MgB₂. *Journal Of Physics: Conference Series*, 153, 012012.

Canfield, P. C., Finnemore, D. K., Bud'ko, S. L., Ostenson, J. E., Lapertot, G., Cunningham, C. E. & Petrovic, C. (2001). Superconductivity In Dense MgB₂ Wires. *Phys. Rev. Lett.*, 86, 2423-2426.

Larbalestier, D., Gurevich, A., Feldmann, D. M., Polyanskii, A. (2001). Review Article High-*T_c* Superconducting Materials For Electric Power Applications. *Nature*, 414, 368-377.

Dou, S. X., Braccini, V., Soltanian, S., Klie, R., Zhu, Y., Li, S., Wang, X. L., And Larbalestier, D. (2004). Nanoscale-SiC Doping For Enhancing *J_c* And *H_{c2}* Insuperconducting MgB₂. *Journal Of Applied Physics*, 96(12):7549.

Jung, S., Park, S. W., Seong, W. K., Ranot, M., Kang, W. N., Zhao, Y., And Dou, S. X. (2009). A Simple Method For The Enhancement Of *J_c* In MgB₂ Thick Films With An Amorphous SiC Impurity Layer. *Supercond. Sci. Technol*, 22(7), 1-5.

Kovac, P., Melisek, T., Kopera, L., Husek, I., Polak, M., And Kulich, M. (2009). Progress In Electrical And Mechanical Properties Of Rectangular MgB₂ Wires. *Supercond. Sci. Technol.*, 22:075026.

Ma, Y., Zhang, X., Nishijima, G., Watanabe, K., Awaja, S., And Bai, X. (2006). Significantly Enhanced Critical Current Densities In MgB₂ Tapes Made By A Scaleable Nanocarbon Addition Route. *Appl. Phys. Lett.*, 88(7), 072502.

Collings, E. W., Sumption, M. D., Bhatia M., Susner, M. A., Bohnenstiehl, S. D. (2008). Prospects For Improving The Intrinsic And Extrinsic Properties Of Magnesium Diboride Superconducting Strands. *Supercond. Sci. Technol.* 21 103001.

Jiang, J., Senkowicz, B. J., Larbalestier, D. C., Hellstrom, E. E.(2006). Influence Of Boron Powder Purification On The Connectivity Of Bulk MgB₂. *Supercond. Sci. Technol.* 19, L33-L36.

Dou, S. X., Soltanian, S., Yeoh, W. K., Zhang, Y.(2005). Effect Of Nano-Particle Doping On The Upper Critical Field And Flux Pinning In MgB₂ *IEEE Trans. Appl. Supercond.*,15, 3219.

Dou S. X., Sherbakova O., Yeoh W. K., Kim J. K., Soltanian S., Wang X. L., Senatore C., Flükiger R., Dhallé M., Husnjak O., Babic E.(2007). Mechanism Of Enhancement In Electromagnetic Properties of MgB₂ By Nano SiC Doping. *Phys. Rev. Lett.*, 98, 097002.

Yeoh, W. K., Dou S. X.(2007). Enhancement Of H_{c2} And J_c By Carbon-Based Chemical Doping. *Physica C*, 456, 170-179.

Bhatia, M., Sumption, M.D., And Collings, E.W.(2005). Effect Of Various Additions On Upper Critical Field And Irreversibility Field Of In-Situ Mgb₂superconducting Bulk Material. *Ieee Trans. Appl. Supercond.*, 15, 3204-3206 .

Chou E. M., Lee H. S., Kim H. J., Lee S. I., Kang V. N. (2004). Enhancement at low temperatures of the critical current density for Au-coated MgB₂ thin films.*Appl. Phys. Letters*, 84,(82),doi.org/10.1063/1.1637944.

Delfany, M., Wang, W. L., Soltanian, S., Horvat, J., Liu, H. K., Dou, S. X. (2004). Nano-Sized Al₂O₃ Doping Effects On The Critical Current Density Of Mgb₂ Superconductors. *Ceramics International*, 30(7),1581-1583.

Shen T. M., Li .G., Zhu X. T., Cheng C. H., Zhou Y.(2005). Magnetic Properties And Critical Current Density Of Bulk MgB₂ Polycrystalline With Bi-2212 Addition. *Supercond Sci Technol*, 18, L49.

Aksan, M. A., Yakıncı, M. E., Balcı Y. (2004). Enhanced J_c Properties Of MgB₂ Materials Processed Under A Magnetic Field. *Physica C*,408-410, 132-133.

Jung C. U., Park M-S, Kang W. N., Kim M-S, Kijoon H. P. K, Lee S. Y.And Lee S-I. (2001). Effect Of Sintering Temperature Under High Pressureon The Superconductivity Of MgB₂. *Applied Physics Letters*, 78(26), 4157.

Lorenz B., Meng R. L. And Chu C. W. (2005). High Pressure Effects On Superconductivity. [Http://Arxiv.Org/Ftp/Cond-Mat/Papers/0410/0410367](http://Arxiv.Org/Ftp/Cond-Mat/Papers/0410/0410367).

Li A.H., Wang X.L., Ionescu M., Soltonian S., Horvat J., Silver T., Liu H.K., And Dou S.X.(2001). Fast Formation And Superconductivity Of MgB₂ Thick Films Grown On Stainless Steel Substrate. *Physica C*, 361(2), 73-78.

Zhang X, Gao Z., Wang D., Yu, Z., Ma Y. (2006). Improved Critical Current Densities In MgB₂ Tapes With ZrB₂ Doping. *Appl. Phys. Lett*, 89, 132510.

Vajpayee A., Jha R., Srivastava A. K., Kishan H., Tropeano M., Ferdeghini C. And Awana V.P.S.(2011). Effect Of Synthesis Temperature On Superconducting

Properties Of *n*-SiC Added Bulk MgB₂ Superconductor. *Supercond. Sci. Technol.*, 24, 04501.

Yamamoto A., J., Shimoyama, S., Ueda, Y., Katsura, I., Iwayama, S., Horii, K., Kishio. (2006). Crystallinity And Flux Pinning Properties Of MgB₂ Bulks. *Physica C* 445–448, 806–810.

Zhao Q., Han Y.L., Ma Z., Shi Q., Gao Z. (2009). Effect Of Heating Rates On Microstructure And Superconducting Properties Of Pure MgB₂. *Physica C*, 469, 857–861.

Matsumoto A., Kamakura H., Kitaguchi H., Fujii H., Togano K., The Annealing Effects Of MgB₂ Superconducting Tapes. *Physica C*, 382, 207–212.

Wu T., Yau J.K.F., Cai Y. M., Cui Y. G., Gu D. W., Yuan G. Q., Shen L. J., Jin X. (2003). Study Of Synthesis Technology And Superconductivity Of MgB₂. *Physica C*, 386, 638–642.

Yamamoto A., Shimoyama J., Iwayama I., Katsura Y., Horii S., Kishio K. (2007). Influence Of Dopant Particle Size On The Critical Current Properties And Microstructures Of MgB₂ Bulks Doped With TiC And SiC. *Physica C*, 463–465, 807–811.

Shcherbakova O.V., Pan A.V., Soltanian S., Dou S.X. (2007). Cooling Rate Effect On Microstructure And Superconducting Properties Of Pure And SiC Doped MgB₂ Superconductors. *Physica C*, 460–462, 579–580.

Hirsch J.E., Marsiglio F. (2001). Electron-Phonon Or Hole Superconductivity In MgB₂. *Phys. Rev. B*, 64, 144523.

Vogt T., Schneider G., Hriljac J. A., Yang G., Abell J. S. (2001) Compressibility And Electronic Structure Of MgB₂ Up To 8 GPa. *Phys. Rev. B*, 63(22), 220505.

Gubser, D.U., Webb A.W., (1975). High-Pressure Effects On The Superconducting Transition Temperature Of Aluminum. *Phys. Rev. Lett.*, 35, 104–107.

Jennings L.D., Swenson C.A., (1958). Effects Of Pressure On The Superconducting Transition Temperatures Of Sn, In, Ta, Tl, And Hg. *Phys. Rev.*, 112, 31–43.

Wittig J. (1966). Superconductivity Of Germanium And Silicon At High Pressure. *Z. Phys.*, 195, 27–215.

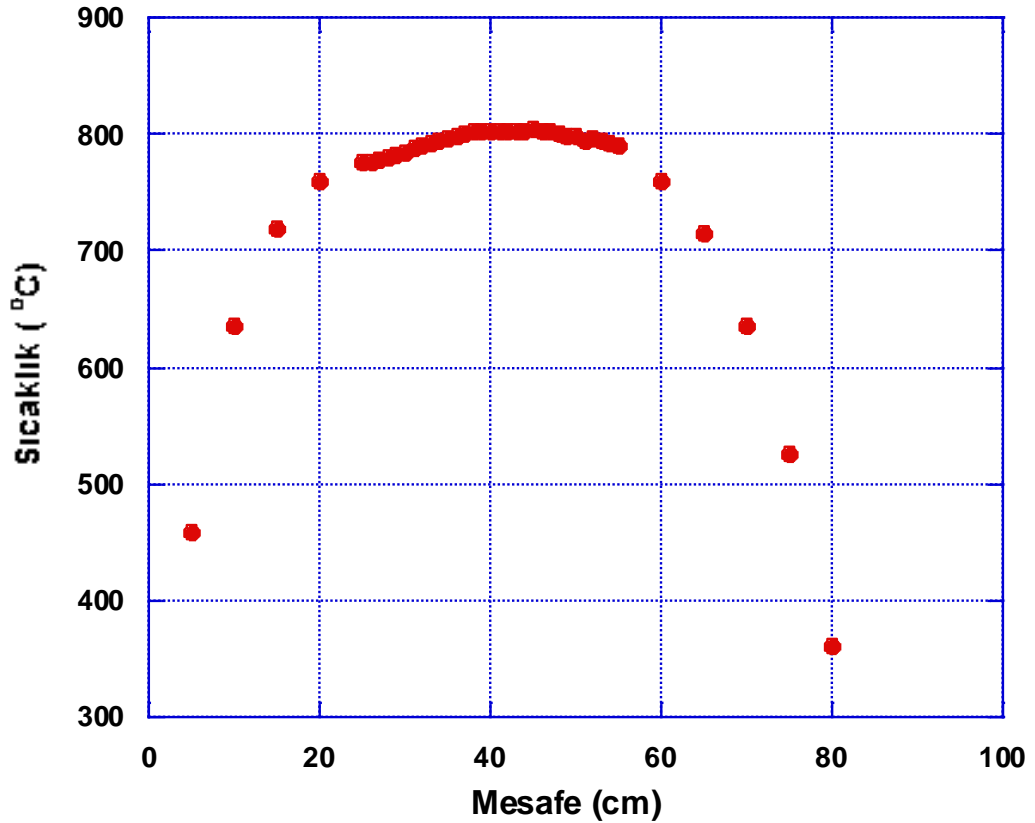
Il'ina M.A., Itskevich E.S. (1971). Superconductivity Of Bismuth, Barium, And Lead At Pressures Exceeding 100 Kbar. *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* 61, 2357–2361.

EKLER

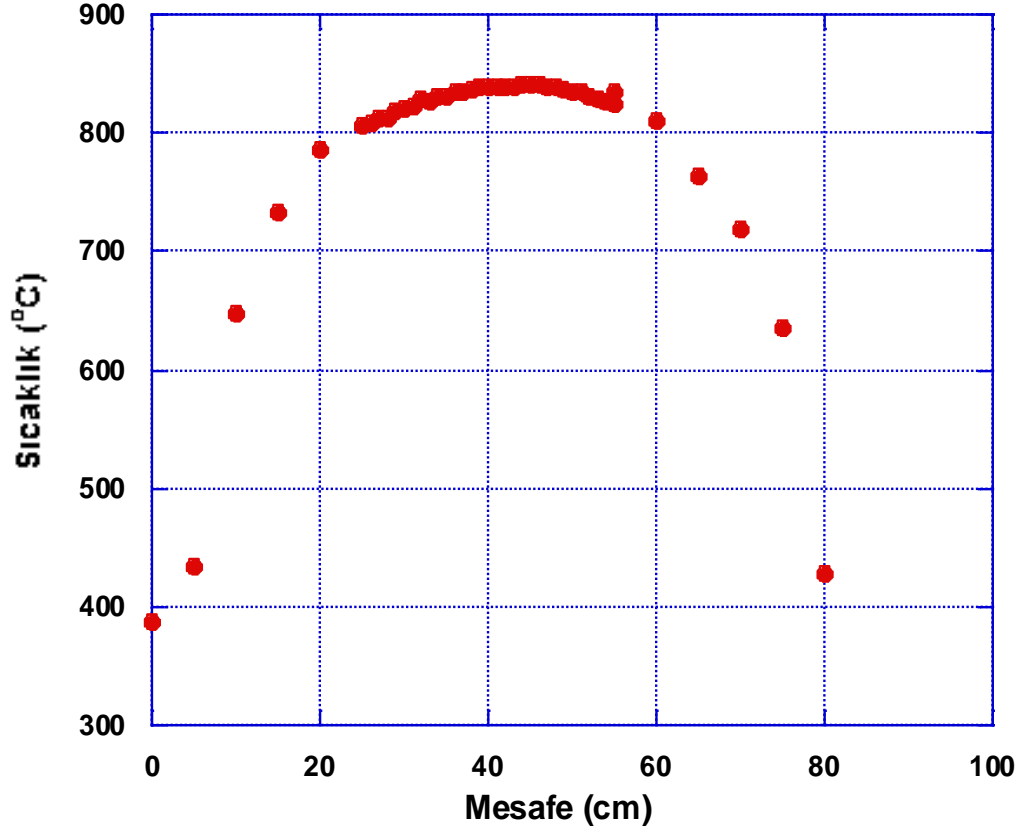
EK 1:

TÜP FİRİN İÇİN SICAKLIK BÖLGELERİNİN BELİRLENMESİ

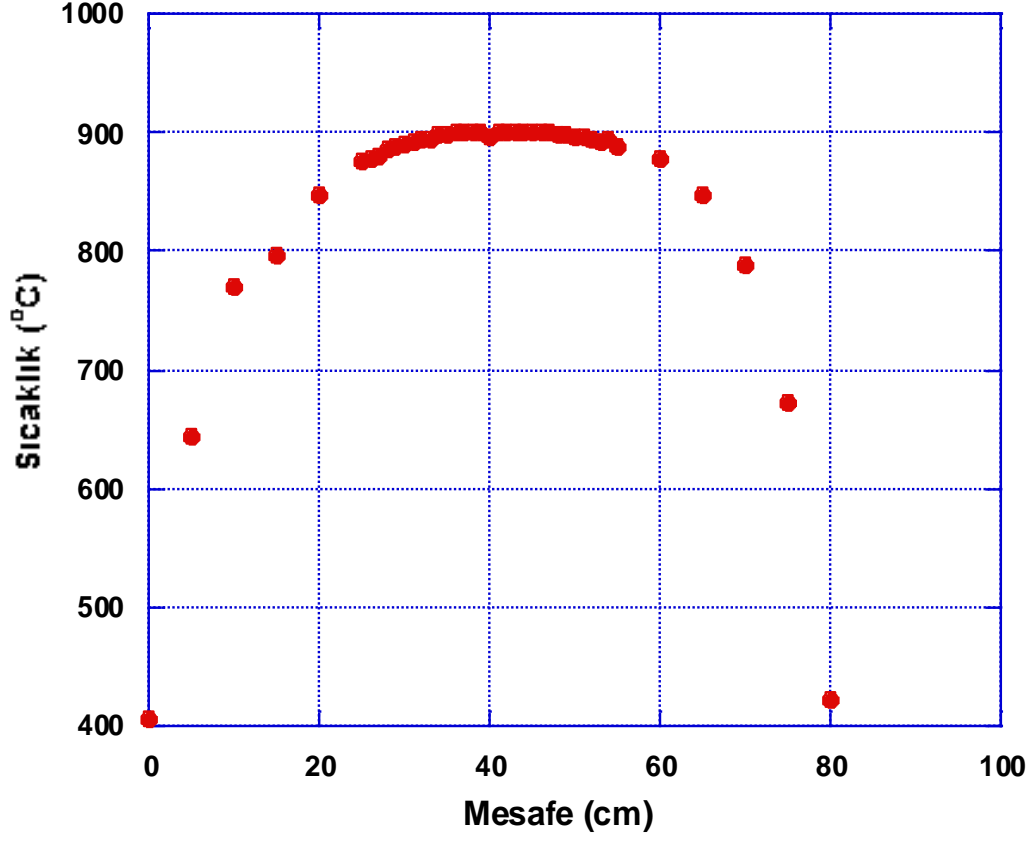
Yüksek kalitede süperiletken malzeme hazırlamak amacıyla, tavlama esnasında kullanılan fırının kalibrasyonu oldukça önemlidir. Bu amaçla, fırın bir thermocouple ile kalibre edildi ve sıcaklığın aynı olduğu bölgeler belirlendi. Farklı sıcaklıklara ait veriler grafiklerde gösterildiği gibidir. Genel olarak, set sıcaklığından 3 – 5 K ' lik bir sapma gözlemlendi.



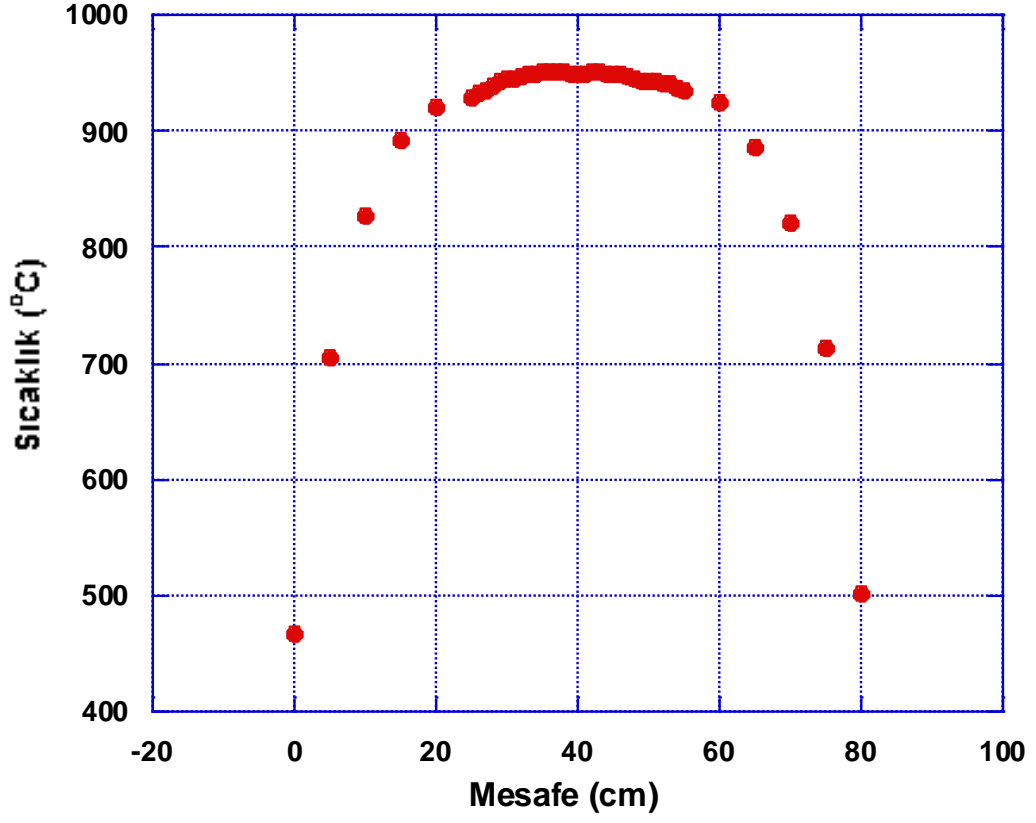
Şekil E1. Set sıcaklığı 800 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E2. Set sıcaklığı 850 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E3. Set sıcaklığı 900 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E4. Set sıcaklığı 950 °C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği

ÖZGEÇMİŞ

Ad : Şeydanur
Soyad: : Kaya
Cep Telefonu : 05453409696
E-Posta : ka.seyda@gmail.com
Doğum Tarihi : 05.09.1987
Medeni Durum : Bekar
Doğum Yeri : Zonguldak
Uyruk : Türkiye Cumhuriyeti
Eğitim Durumu : Yüksek Lisans (Öğrenci)

Yüksek Lisans:

Kastamonu Üniversitesi, Fen Bil. Ens., Fizik ABD. (2011-2013)

Üniversite:

Atatürk Üniversitesi Fizik Öğretmenliği (2005-2010)

Lise:

Akyazı Anadolu Lisesi (2004-2005)

Kocaeli Anadolu Lisesi (2001-2004)

Üniversitelerarası Kurul Yabancı Dil Sınavı (ÜDS) : 78,75

Akademik Personel Lisansüstü Eğitimi Giriş Sınavı (ALES) : 82.815

Akademik Not Ortalaması (Lisans) : 2.80 (72.00)

Yayınlar

A. Uluslararası Makaleler --SCI (Science Citation Index). SSCI (Social Science Citation Index). AHCI (Art and Humanites Citation Index) tarafından taranan dergilerde yayımlanan ve kabul edilen // Orjinal Makale ve Derlemeler

A1. O. Ozturk, E. Asikuzun, **S. Kaya**, M. Coskunyurek, G. Yildirim, M. Yılmazlar and C. Terzioglu " Physical Properties and Diffusion Coefficient Calculation of Iron Doped $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ System" Journal of Superconductivity and Magnetism, Volume 25, Issue 7, Page 2481-2487, DOI: 10.1007/s10948-012-1673-3, 2012.

A2. O. Ozturk, **S. Kaya**, E. Asikuzun, N. Soylu, H. Koralay, S. Cavdar, C. Terzioglu. The Role of Ar Ambient Pressure On Microstructural, Superconducting Properties and Activation Energy Calculation of MgB_2 Superconductor. *Journal of Material Science: Materials in Electronics*.(İncelemede, 2013)

A3. Ozturk, **S. Kaya**, E. Asikuzun, G. Yildirim, A. Varilci, C. Terzioglu. The Effect Of Different Ar Ambient Pressure And Annealing Time On Mechanical Properties Of MgB_2 Superconductor. *Journal of Material Science: Materials in Electronics*.(Hazırlanıyor)

A4. Ozturk, E. Asikuzun, **S. Kaya**, C Terzioglu. Investigation of Indentation Size Effect (ISE) Behavior and Modeling of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaNd}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ Superconducting System Using Vickers Microhardness Test Method. *Journal of Material Science: Materials in Electronics*.(İncelemede)

B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceedings) basılan bildiriler :

B1. O. Ozturk, **S. Kaya**, E. Asikuzun, M. Coskunyurek, G. Yildirim, C. Terzioglu "Physical properties and diffusion coefficient calculation of Iron doped $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ system" International Conference on Superconductivity and Magnetism, İstanbul-Turkey, 29 April-4 May (2012).

B2. E. Asikuzun, O. Yildiz, **S. Kaya**, M. Coskunyurek, G. Yildirim and O. Ozturk "Role of the Lu addition on structural and superconducting properties of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Lu}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ superconductors" International Conference on Superconductivity and Magnetism, İstanbul-Turkey, 29 April-4 May (2012).

B3. E.Asikuzun, O.Ozturk, M. Coşkunyurek, **S.Kaya** and G. Yıldırım "Determination of optimum annealing temperature and time of Bi-2212 superconductor by structural analysis and mechanical characterization" Bodrum-Turkey, 5-8 September (2012).

B4. M.Coşkunyürek, Ö.Öztürk, E.Aşıkuzun, **Ş.Kaya** ve N.Soylu "Nd₂O₃ Katkılı Bi-2212 Süperiletkeninin Yapısal Ve Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi" Bodrum-Turkey, 5-8 September (2012).

B5. E. Asıkuzun, O. Ozturk, **S. Kaya**, M. Coskunyurek, N. Soylu, A. Varılcı, C.Terzioglu. Investigation of Indentation Size Effect (ISE) of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaNd}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ Superconducting System using Vickers Microhardness Test Method, March13 Meeting of The American Physical Society, ABD, 2013.

B6. E. Asıkuzun, M. Coskunyurek, **S. Kaya**, M. Yılmazlar, G. Yıldırım, C. Terzioglu. Micromechanical and Structural Properties and Activation Energy Calculation of Nd₂O₃ Added $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ Superconducting System, , , March 13 Meeting of The American Physical Society, Amerika, 2013.

C. Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler:

C1. E.Aşıkuzun, Ö.Yıldız, M.Coskunyürek, **S.Kaya**, S.P.Altıntaş ve Ö.Öztürk. Bi-2212 Süperiletkenlerinin mekanik özellikleri üzerine Lu (Lutesyum) katkısının etkisi. 18.Yoğun Madde Fiziği Ankara Toplantısı (YMF-18), Ankara, 25 Kasım (2011).

**KATILDIĞI ULUSAL-ULUSLARARASI KONGRELER,
SEMPOZYUMLAR ÇALIŞTAYLAR ve YAZ OKULLARI:**

- 1-** 5. Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu, İzmir, 03-06 Temmuz (2011).
- 2-** Yoğun Madde Fiziği Toplantısı, Ankara, 25 Kasım (2011).
- 3.** International Conference on Superconductivity and Magnetism, İstanbul-Turkey, 29 April-4 May (2012).
- 4.** The Spring School and Educational Courses, İstanbul 24 April- 29 April (SSEC-2012)