

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

YBa₂Cu₃O_{7-x} SÜPERİLETKENLERİNİN “ERİTME-HİZLI SOĞUTMA-BÜYÜTME”
METODU İLE ÜRETİLMESİ, YAPISAL VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİİNİN
İNCELENMESİ

Fizikçi Alev ATEŞ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitünce
“Yüksek Lisans (Fizik)”
Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 05.01.1998
Tezin Savunma Tarihi : 25.02.1998

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Ekrem YANMAZ
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ
Jüri Üyesi : Doç. Dr. Selahattin ÇELEBİ

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN

Trabzon 1998

ÖNSÖZ

Bu çalışmada, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ süperiletkeni “Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye” (FQMG) metodu kullanılarak üretildi, yapısal ve fiziksel özellikleri incelendi.

Bu çalışma, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim dalı Yüksek Lisans Programında yapıldı.

Deneysel çalışmaların büyük bir kısmı, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Araştırma Laboratuvarı ile Jeoloji Bölümü DTA ve Optik Mikroskop Laboratuvarında gerçekleştirildi.

Tez danışmanlığını üstlenerek gerek konu seçimi gerekse çalışmaların yönlendirilmesindeki katkılarından dolayı hocam, Sayın Doç. Dr. Ekrem YANMAZ'a öncelikle teşekkür ederim. Ayrıca emeği geçen tüm Fizik Bölümü öğretim üyesi hocalarımı ve araştırma görevlisi arkadaşımı teşekkür ederim.

Numunelerin optik fotoğraflarının çekilmesinde yardımcılarını esirgemeyen Karadeniz Teknik Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Jeoloji Mühendisliği Öğretim Üyelerinden Sayın Yrd. Doç. Dr. Mithat VICİL'a teşekkür ederim.

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan ve TÜBİTAK TBAG-1343 projesiyle desteklenerek alınan, Lake Shore 7130 magnetik alınganlık sisteminde ölçümlerin yapılmasını sağlayan, Sayın Doç. Dr. Ali GENCER'e teşekkür ederim.

Alev ATEŞ

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER	III
ÖZET.....	VI
SUMMARY	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ	XII
SEMBOLLER DİZİNİ	XIII
1. GENEL BİLGİLER	1
1.1. Giriş	1
1.2. Meissner-Ochsenfeld Olayı	2
1.3. Magnetik Alanla Süperiletkenliğin Yok Edilmesi	4
1.3.1. I.Tip Süperiletkenler	4
1.3.2. II. Tip Süperiletkenler	6
1.4. II.Tip Süperilekenlerde Kritik Akımlar	8
1.5. Akı Akısı (Flux Flow)	9
1.6. Girdapların Sabitleştirilmesi	11
1.7. Akı Sürüklenmesi (Flux Creep)	12
1.7.1. Yüksek T_c 'li Süperiletkenlerde Yeni Olgular	13
1.8. Y_2BaCuO_5 (211) Normal Bölgelerinin YBCO Süperiletkeni Üzerindeki Etkileri	15
1.9. AC Magnetik Alınganlık	17
1.9.1. Bean Modeli	19
1.10. $YBa_2Cu_3O_7$ Bileşiginin Faz Diyagramı	22
1.11. $YBa_2Cu_3O_7$ Bileşiginin Kristal Yapısı	24
1.12. Bazı Katkı Maddelerinin YBCO Süperiletkeni Üzerindeki Etkileri	26
1.13. Süperiletken Üretim Teknikleri	30

1.13.1.	İnce Film	30
1.13.2.	Kalın Film	31
1.13.3.	Süperiletken Teller	32
1.13.3.1.	Metal Kaplı Kompozit Teller	33
1.13.3.2.	Metal Gövde Üzerinde Kompozit Tel	34
1.13.3.3.	Kaplamasız Y-Ba-Cu-O Teller	34
1.13.4.	Bulk Süperiletkenler	35
1.13.4.1.	Sinterlenmiş Bulk YBCO	35
1.13.4.2.	Eritme Yöntemleri	36
1.13.4.2.1.	Eritme-Yönlendirme-Büyütmeye [Melt-Textured-Growth (MTG)]	36
1.13.4.2.2.	Geliştirilmiş Eritme-Yönlendirme-Büyütmeye	37
1.13.4.2.3.	Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütmeye [Quench-Melt Growth (QMG)]	38
1.13.4.2.4.	Eritme-Toz-Eritme-Büyütmeye [Melt-Powder-Melt-Growth (MPMG)]	39
1.13.4.2.5.	Ark-Döküm [Arc-Casting]	39
2.	DENEYSEL ÇALIŞMA	42
2.1.	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Bileşığının Hazırlanması	42
2.2.	Ag Katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Bileşığının Hazırlanması	46
2.3.	Yapısal Analiz	47
2.3.1.	X-Işınları Kırınımı Analizi	47
2.3.2.	Diferansiyel Termal Analiz (DTA)	48
2.3.3.	Metalografik Analiz	49
2.4.	Fiziksel Analiz	50
2.4.1.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	50
2.4.2.	Magnetik Alınganlık Ölçümleri	52
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA	55
3.1.	Kristal Büyütmeye Kullanılan YBCO Malzemesinin Yapısal Özellikleri	55
3.1.1.	X-Işını Kırınım Desenleri	55
3.1.2.	DTA Ölçümleri	57
3.2.	YBCO Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri	57
3.2.1.	X-Işını Kırınım Desenleri	57

3.2.1.1.	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin X-Işını Kırınım Desenleri	57
3.2.1.2.	Ag Katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin X-Işını Kırınım Desenleri ..	60
3.2.2.	Metalografik Analiz	63
3.2.2.1.	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Metalografik Analizi	63
3.2.2.2.	Ag Katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Metalografik Analizi	71
3.3.	YBCO Süperiletkenlerinin Fiziksel Özellikleri	75
3.3.1.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	75
3.3.1.1.	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	75
3.3.1.2.	Ag katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	77
3.3.2.	Magnetik Alan Altında Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	80
3.3.2.1.	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Magnetik Alan Altındaki Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	80
3.3.2.2.	Ag katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Magnetik alan Altında Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	84
3.3.3.	Ag Katkılı ve Katkısız YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinin Aktivasyon Enerjileri	92
3.3.4.	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletkenlerinde AC Alınganlık Ölçümleri	98
4.	SONUÇLAR	104
5.	ÖNERİLER	107
6.	KAYNAKLAR	108
7.	ÖZGEÇMİŞ	116

ÖZET

Bu çalışmada, Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye (FQMG) metodu kullanılarak hazırlanan YBCO-123 süperiletkenlerinin yapısal ve fiziksel özellikleri XRD, optik, elektriksel özdirenç ve AC alınganlık ölçümleri kullanılarak araştırıldı.

Büyük taneli, magnetik alana dayanıklı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkeni için uygun kristal büyütme sıcaklığının 1050°C ve büyütme süresinin ise 10 saat ve üzeri olduğu bulundu. Uygun miktarda gümüş katkısı süperiletken fazın oluşumunu artırdı ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını az miktarda yükseltti. Ag katkılı süperiletkenler üzerinde oksijen tavlamanın etkisi incelendi, süperiletkenliğe geçişin daha keskin ve $T_{c,zero}$ 'nin belirgin bir şekilde arttığı görüldü.

Gümüş katkılı ve katkısız numunelerin magnetik alan altındaki davranışları dış magnetik alan altında özdirenç ölçümleri ile belirlendi. Magnetik alan altında gümüş katkılı numunelerin daha düşük sıcaklıkta süperiletkenlige geçtiği görüldü.

TAFF bölgesi için aktivasyon enerjileri, tüm numunelerin magnetik alan altında ölçülmüş, $\ln \rho$ 'nun T^{-1} 'e göre çizilmiş özdirenç eğrilerinin eğimli kısmından hesaplandı. Aktivasyon enerjisini gümüş miktarı ve magnetik alan artarken azaldığı görüldü.

Anahtar Kelimeler: $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, FQMG Yöntemi, Ag Katkısı, Oksijen Tavlama, Kritik Sıcaklık AC Alınganlık, Kritik Akım Yoğunluğu, Aktivasyon Enerjisi, TAFF.

SUMMARY

The Preparation of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Superconductors by “Flame-Quench-Melt-Growth” (FQMG) Method, Investigation of Microstructure and Physical Properties

In this work, the microstructural and physical properties of YBCO-123 superconductors prepared by the Flame-Quench-Melt-Growth (FQMG) method have been investigated in terms of XRD, optical, electrical resistivity and AC susceptibility measurements.

It was found that the optimum growth temperature and time were to be 1050°C and over 10 h for $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ superconductors with large grain and enduring in high magnetic field. The appropriate amount of silver addition enhances the formation of the superconducting phase and slightly increases the transition temperatures. The effect of oxygen annealing on the Ag-added samples was examined and the curves of resistive transition were became sharper and $T_{c,zero}$ significantly increased.

The magnetic behaviour of YBCO with silver and without silver were determined by measurements of the resistivity in an external magnetic field. It was found that samples with silver showed a lower transition temperature in a magnetic field.

The activation energy, U_0 , for TAFF was estimated for all samples from the slope of the Arrhenius plot of $\ln p$ versus T^{-1} which measured under magnetic field. It was found that the activation energy of the samples decreases with increasing silver content and magnetic field.

Key Words: $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, FQMG Method, Ag Addition, Magnetic Field, Oxygen Annealing, Critical Temperature, AC Susceptibility, Critical Current Density, Activation Energy, TAFF.

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1. Süperiletken bir malzemeden zayıf bir magnetik alanın dışarılanması.....	3
Şekil 2. I. tip süperiletkenler için $B_c(T)$ 'nin şematik gösterimi	5
Şekil 3. (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletken için magnetik alanın fonksiyonu olarak mıknatışlanmanın değişimi	6
Şekil 4. Karışık halde magnetik akının süperiletkene nüfuz etmesi	7
Şekil 5. Nb-Ta katkılı numunede, farklı $t=T/T_c$ değerleri için, B 'nin fonksiyonu olarak akı akış direnci. Noktalı çizgi $t=0$ için davranışını temsil etmektedir. Dikey çizgiler $B_{c2}(t)$ değerini göstermektedir	11
Şekil 6. Farklı durumlarda akım-gerilim karakteristiklerinin şematik gösterimi	14
Şekil 7. Bean Modeline göre alanın numuneye nüfuz edişi	20
Şekil 8. Y-Ba-Cu-O sisteminin ikili faz diyagramı	23
Şekil 9. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ bileşığının kristal yapısı	25
Şekil 10. MTG ve geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimi	37
Şekil 11. QMG yönteminin şematik gösterimi	38
Şekil 12. MPMG yöntemine göre hazırllanmış 211'li YBaCuO ve 211'siz YBaCuO numunesinin magnetik alana göre J_c değerinin değişimi	40
Şekil 13. AQPG yönteminin şematik gösterimi	41
Şekil 14. Euroterm kontrollü Lenton fırın	43
Şekil 15. Toz karışımın kalsinasyon işlemi	44
Şekil 16. Euroterm kontrollü Lenton marka tüp fırın	45
Şekil 17. Isıl işlemin şematik gösterimi	46
Şekil 18. Ag katkılı numunelere uygulanan isıl işlemin şematik gösterimi	47
Şekil 19. Rikagu D/Max III C difraktometresi	48
Şekil 20. DTA aletinin şematik olarak görünümü (1) fırın, (2) ölçülecek malzemenin, (3) standart malzemenin konacağı potalar ve termoçiftler, (4) fırın termoçifti tarafından kontrol edilen regülatör, (5) kayıt edici	49

Şekil 21. Logitech PM2 marka otomatik parlatma aleti	50
Şekil 22. Standart dört nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği	51
Şekil 23. Leybold-Heraeus HR1 model kriyostat ve ek birimleri	51
Şekil 24. 7130 AC alinganlık ölçüm sisteminin blok şeması	53
Şekil 25. Bobin sistemi	54
Şekil 26. X-ışını kırınım desenleri: (a) 900°C'de 8 saat kalsine edilmiş YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} tozu, (b) Eritilip-hızlı soğutulmuş YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} ve (c) 1050°C'de 10 saat süreyle büyütme işlemi uygulanmış YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} numuneleri	56
Şekil 27. (a) Katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan, (b) Etilip-hızlı soğutulmuş YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} malzemelerinden 1000°C'ye kadar alınan DTA sonuçları	58
Şekil 28. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin x-ışını kırınım desenleri: (a) A ₁₀ , (b) B ₁₀ , (c) C ₁₀ , (d) D ₁₀ , (e) E ₁₀	59
Şekil 29. 1050°C'de 1, 5, 10 ve 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin x-ışını kırınım desenleri: (a) D ₁ , (b) D ₅ , (c) D ₁₀ , (d) D ₂₀	61
Şekil 30. (a) % 5 Ag, (b) % 10 Ag, (c) % 15 Ag, (d) % 20 Ag, (e) % 25 Ag, (f) % 30 Ag katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} numunelerinin ~3 mm altından alınan (g) x-ışını kırınım desenleri	62
Şekil 31. 1100°C'de önceden ısıtılmış fırına konup (a) 20 dakika, (b) 60 dakika bekletilen YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} numunelerinin polarize optik fotoğrafları	64
Şekil 32. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin polarize optik fotoğrafları: (a) A ₁₀ , (b) B ₁₀ , (c) C ₁₀ , (d) D ₁₀ , (e) E ₁₀	66
Şekil 33. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin polarize optik fotoğrafları: (a) A ₁₀ , (b) B ₁₀ , (c) C ₁₀ , (d) D ₁₀ , (e) E ₁₀	69
Şekil 34. (a) % 5, (b) % 10, (c) % 15, (d) % 20, (e) % 25, (f) % 30 Ag katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} numunelerinin polarize optik fotoğrafları	72
Şekil 35. Farklı sıcaklıklarda 10 saat süre ile kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin özdirencinin sıcaklıkla değişimi	76

Şekil 36. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi	77
Şekil 37. Değişik oranlarda Ag katkılı numunelerin özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi. Siyah eğriler numuneye oksijen verilmeden önce, kırmızı eğriler ise 650°C'de 5 saat oksijen verildikten sonra elde edilmiştir	78
Şekil 38. Değişik oranlarda Ag katkılı numunelerin 650°C'de 5 saat oksijen verildikten sonra özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi	79
Şekil 39. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi:(a)ZFC, (b)FC	81
Şekil 40. 1040°C'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi:(a)ZFC, (b)FC	82
Şekil 41. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan olmadan ve değişik magnetik alanlarda alınan normalize edilmiş direnç eğrileri	83
Şekil 42. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri:(a)ZFC, (b)FC	85
Şekil 43. 1040°C'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri:(a)ZFC, (b)FC	86
Şekil 44. %15 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan altındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC	87
Şekil 45. %20 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan altındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC	88
Şekil 46. %15 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan altındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC	90
Şekil 47. %20 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan altındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC	91
Şekil 48. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümülerinden $\ln \rho$ 'nun $1/T$ 'ye	

göre çizilen eğrileri	93
Şekil 49. Değişik Ag katkı oranlarında hazırlanmış numunelerin özdirenç ölçümlerinden Inp'nun 1/T'ye göre çizilen eğrileri	94
Şekil 50. %15 wt. Ag katkılı numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümlerinden Inp'nun 1/T'ye göre çizilen eğrileri	95
Şekil 51. %20 wt. Ag katkılı numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümlerinden Inp'nun 1/T'ye göre çizilen eğrileri	96
Şekil 52. Farklı sıcaklıklarda 10 saat süre ile kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin AC alınganlık ölçümleri	98
Şekil 53. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin AC alınganlık ölçümleri	99
Şekil 54. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin farklı alanındaki AC alınganlık ölçümleri	100
Şekil 55. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin kritik akım yoğunlukları	101
Şekil 56. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin kritik akım yoğunlukları	102

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Çizelge 1. Au katkısız ve %8 Au katkılı numunelerin örgü parametreleri	26
Çizelge 2. Au katkısız ve Au katkılı numunelerin örgü parametreleri	27
Çizelge 3. Fe, Co, Al, Ni ve Zn katkılı numunelerin örgü parametreleri ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları	28
Çizelge 4. Fe, Co, Ni ve Zn katkılı numunelerin örgü parametreleri ve süperiletkenlige geçiş sıcaklıkları	29
Çizelge 5. Başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler ve miktarları	42
Çizelge 6. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bileşigine katılan Ag_2O miktarları	46
Çizelge 7. 1 T alan altında ZFC ve FC uygulamalarından TAFF için hesaplanan aktivasyon enerjileri	97
Çizelge 8. Farklı magnetik alanlarda %15 wt. Ag ve %20 wt. Ag katkılı numunelerden TAFF için hesaplanan aktivasyon enerjileri	97

SEMBOLLER DİZİNİ

T_c	: Kritik Geçiş Sıcaklığı
V	: Gerilim
I	: Akım
R	: Direnç
E	: Elektrik alan
ρ	: Özdirenç
J	: Elektriksel akım yoğunluğu
B	: Magnetik induksiyon
H	: Magnetik alan
M	: Miknatışlanma
μ_0	: Boşluğun magnetik geçirgenlik katsayısı
ϕ	: Magnetik akı
h	: Planck sabiti
e	: Elektronun yükü
n	: Girdap sayısı
η	: Viskozite
ξ	: Koherens uzunluğu
F_p	: Birim hacimdeki sabitleştirme kuvveti
f_p	: Tek bir girdabin sabitleştirme kuvveti
N	: Girdaplar ile sabitleştirme noktaları arasındaki etkileşme sayısı
U_0	: Aktivasyon enerjisi
k_B	: Boltzman sabiti
F_L	: Lorentz kuvveti
d	: Normal bölgenin büyüklüğü
a_f	: Akı örgü boşluğu (iki girdap arasındaki mesafe)
v	: Akı sürüklendirme hızı
ω	: Frekans
χ	: Magnetik alinganlık
χ'	: Magnetik alinganlık (reel kısım)
χ''	: Magnetik alinganlık (sanal kısım)

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Süperiletkenlik, geçiş sıcaklığı altında direnci sıfıra düşen malzemelerle ilgili katıhal fiziğinin bir dalıdır. Bu olay ilk kez Onnes [1] tarafından 1911 yılında gözlandı. Onnes civayı sıvı helyum sıcaklığına (4,2 K) kadar soğuttugunda, direncinin 10^{-16} mertebesine kadar düştüğünü (geçiş aralığı $< 0,05$ K) gördü. 1933 yılında, Meissner ve Ochsenfeld, süperiletkeni geçiş sıcaklığının altına kadar magnetik alan altında soğuttuklarında ise, alanın numune içerisinde girmedigini gördü [1]. Bu olay Meissner olayı olarak bilinir.

1950 yılında, Ginzburg ve Landau [2] normal hal ile süperiletken hal arasında bir düzen parametresinin varlığını ortaya attı. Aynı yıllarda Fröhlich [3] teorik olarak, Maxwell [4] ise deneysel olarak süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, ortalama kütlenin artmasıyla düştüğünü gözledi. Bu olayla da süperiletkenlerde elektron-fonon mekanizmasının varlığı ortaya çıktı.

Mikroskopik anlamda süperiletkenliğin teorisini Barden, Cooper ve Schrieffer 1957 yılında gerçekleştirdiler [5] ve bu teoriye kısaca “BCS” teorisi adı verildi. Daha sonra Bean [6] 1962 yılında bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun, alinganlık eğrilerinden bulunabileceğini gösterdi.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri ilk önce 1986 yılında Bernordz ve Müller tarafından La-Ba-Cu-O sisteminde gözlandı [7]. Bu sistemde süperiletkenlik geçiş sıcaklığı 35 K olarak belirlendi. Baryum (Ba) yerine stronzyum (Sr) kullanılarak geçiş sıcaklığı 48 K'e çıkarıldı. Bu sıralarda yapılan diğer çalışmalarda La-Ba-Cu-O sisteminde geçiş sıcaklığının atmosfer basıncında 40 K olduğu [8], yüksek basınçta ise 52 K'nin üzerine çıktıği tesbit edildi [9]. 1987 yılında lantanyum (La) yerine yitriyum (Y) kullanılarak süperiletkenlik geçiş sıcaklığı 90 K'nin üzerine çıkarıldı [10]. Böylece sıvı azot sıcaklığından (77 K) daha yüksek sıcaklıklara çıkmış oldu. Daha sonra Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde [11, 12] ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde [13, 14]

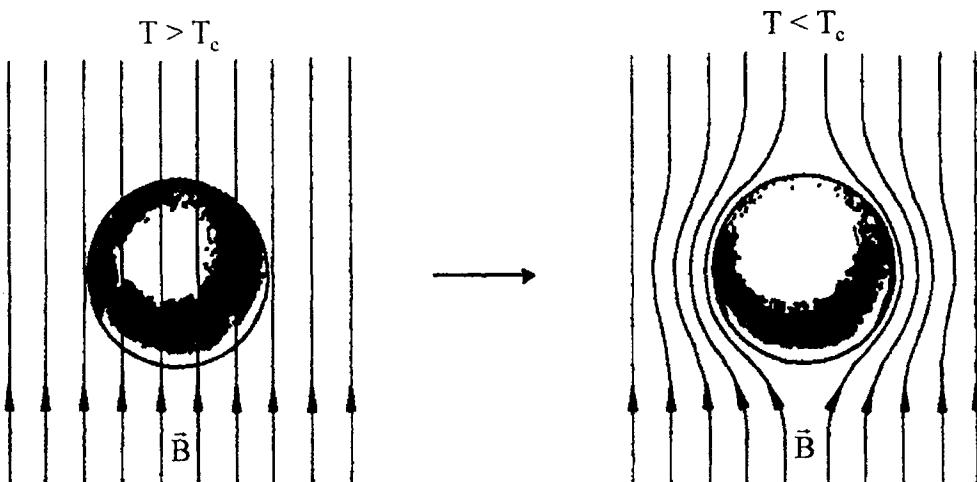
süperiletkenlik gözlendi. Geçiş sıcaklığı bizmutlu sistem için 110 K, talyumlu sistem için ise 125 K'dır.

Bu çalışmanın amacı büyük taneli, içerisinde çok miktarda akı sabitleştirme merkezleri (pinning centers) bulunan, akım taşıma kapasitesi yüksek ve magnetik alana dayanıklı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkenlerini üretmektir. Bunun için de uygun hazırlama şartları araştırıldı. Üretim tekniği olarak Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye yöntemi (Flame-Quench-Melt-Growth (FQMG)) kullanıldı. Eritilip-hızlı soğutulmuş malzemenin faz geçisi diferansiyel termal analiz (DTA) ile araştırıldı ve standart YBCO(123) ile karşılaştırıldı. Uygun hazırlama şartları AC alinganlık, optik mikroskop ve x-ışını toz kırınımı (XRD) desenlerine bağlı olarak belirlendi. Numunelerin alan altında elektriksel özdirenç ölçümleri yapıldı. Uygun hazırlama şartı belirlendikten sonra, bu kez numunelere değişik oranlarda gümüş (Ag) katılarak, gümüşün YBCO süperiletkeni üzerindeki etkileri incelendi.

1.2. Meissner-Ochsenfeld Olayı

Süperiletkenlerin dirençlerinin sıfır olmalarının yanısıra, magnetik alanı dışarılama özellikleri de vardır. Şekil 1'de görüldüğü gibi, süperiletken numune zayıf bir dış magnetik alan içine konulduğu zaman, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının (T_c) üstündeki sıcaklıklarda, alan çizgileri numune içine girerler. Numune T_c 'nin altına kadar soğutulduğunda ise, süperiletkenlik meydana gelir ve magnetik akı, numunenin yüzeyinde oluşan yüzey akımının oluşturduğu alandan dolayı dışarı itilir.

Meissner-Ochsenfeld olayı, bir süperiletkenin sonsuz iletkenliğinin sonucu olarak ortaya çıkmaz. Özelliklerinden biri, sıfır direnç göstermesi ve diğeri de numunenin iç bölgelerinde alanın sıfır olmasıdır. Süperiletkenlik sadece sıfır direnç olayından ibaret olsavdı, magnetik alan içinde T_c 'nin altına soğutulduğu zaman, numunenin iç bölgelerinde alan tuzaklanmış olacaktı. Dış alan kaldırıldığında, induklılenmiş olan girdap akımları numunenin içinde tuzaklanmış olan alanı muhafaza edecktir. Bu nedenle akının dışarlanmış olması, bu yeni süperiletken durumun, doğru bir termodinamik denge durumu olduğu anlamına gelir.



Şekil 1. Süperiletken bir malzemeden zayıf bir magnetik alanın dışarılanması [1].

Bu iddia, elektrodinamiğin birkaç formülü ile güçlendirilebilir. Ohm yasası göz önüne alınırsa, $V=I \cdot R$ eşitliği aşağıdaki gibi yazılabılır:

$$\mathbf{E} = \rho \mathbf{J} \quad (1)$$

Burada \mathbf{E} elektrik alan, ρ özdirenç ve \mathbf{J} de numunenin elektriksel akım yoğunluğuudur. Sıfır direnç, sıfır elektrik alan anlamına gelir.

Aşağıdaki Maxwell denkleminden,

$$\operatorname{curl} \mathbf{E} = -\partial \mathbf{B} / \partial t \quad (2)$$

$-\partial \mathbf{B} / \partial t = 0$ elde edilir. Buradan görülmektedir ki, numunenin içindeki magnetik induksiyon, zamana göre sıfır olmalıdır. Bir dış magnetik alan altında soğutulan numunenin alana karşı davranışları farklı olacaktır. Başlangıçta numune içinde alan mevcut iken; son durumda sıfır olmak zorundadır. Soğutma ve alan uygulama olaylarının sırasına bakmaksızın, numunenin aynı termodinamik durumda olması için, süperiletken içindeki alanı daima dışardan ve içteki alan $\mathbf{B}=0$ olur. Böylece, magnetik alanın dışarılanması, süperiletken durumunun bir termodinamik olay olduğunu gösterir.

1.3. Magnetik Alanla Süperiletkenliğin Yok Edilmesi

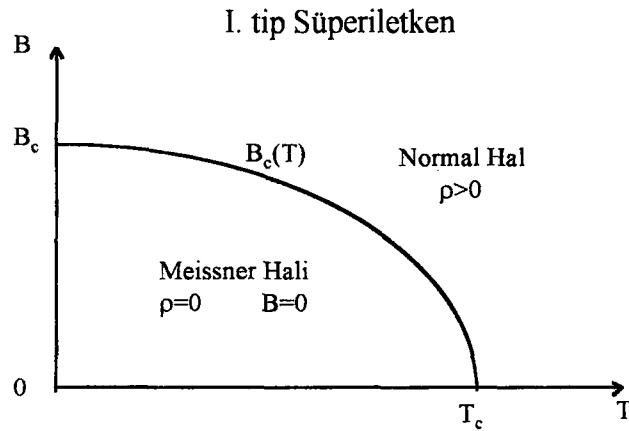
T_c 'nin altındaki sıcaklıklarda, süperiletken durum normal durumdakinden daha düşük serbest enerjiye sahiptir. Bu durum, alanın numune içinden itilmesini gerektirir. Bunun için, süperiletken duruma geçiş sırasında (yani, "rastgele" elektron gazından Cooper çiftleri topluluğu oluşturarak) kazanılan yoğunlaşma enerjisinden daha az olan bir magnetik enerjinin harcanması gereklidir. Açıkça, dış magnetik alanı artırmaya başlarsak, magnetik enerji harcaması, yoğunlaşma enerjisindeki kazancı aşacak ve bu durumda süperiletken, kısmen (belli bir numune geometrisinde) veya tamamen normal hale dönecektir.

Dışardan uygulanan ve şiddeti kritik bir B_c değerinden daha büyük olan bir magnetik alan, süperiletkenliğin ortadan kalkmasına ve malzemenin normal hale dönmesine neden olur. Bu alan, kritik termodinamik alan olarak adlandırılır.

Süperiletken durum, malzemeden aşırı bir akım geçirilerek de yok edilebilir. Malzemeden geçirilen bu yüksek akım, malzemenin yüzeyinde B_c 'ye eşit veya daha büyük bir magnetik alan meydana getirir. Bu durum, malzemenin çekebileceği maksimum akımı sınırlar ve süperiletken malzemeler için önemli bir problemdir.

1.3.1. I.Tip Süperiletkenler

Magnetik akımı, normal hale dönüşmeye kadar tamamen dışarılayan süperiletken malzemeler, I. tip süperiletkenler olarak adlandırılır. Bu süperiletkenler, "yumuşak" veya "saf" süperiletkenler olarak da adlandırılmalıdır. V ve Nb hariç bütün süperiletken elementler ve bunların alaşımlarının çoğu, I. tip süperiletkenlerdir. Süperiletken numunenin iç bölgesindeki ideal diamagnetik durumunu tamamen ortadan kaldırmak için uygulanması gereken magnetik alan şiddeti, termodinamik kritik alan (B_c) olarak adlandırılır. I. tip süperiletkenlerde, kritik alanın sıcaklıkla değişimi yaklaşık olarak paraboliktir (Şekil 2):



Şekil 2. I. tip süperiletkenler için $B_c(T)$ 'nin şematik gösterimi [1].

$$B_c = B_0 \left\{ 1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right\} \quad (3)$$

Burada B_0 , $T=0$ 'da ekstrapole edilmiş magnetik alanın değeridir.

İdeal bir süperiletken için mıknatışlanma eğrisi, Şekil 3(a)'daki gibidir. MKS birim sisteminde

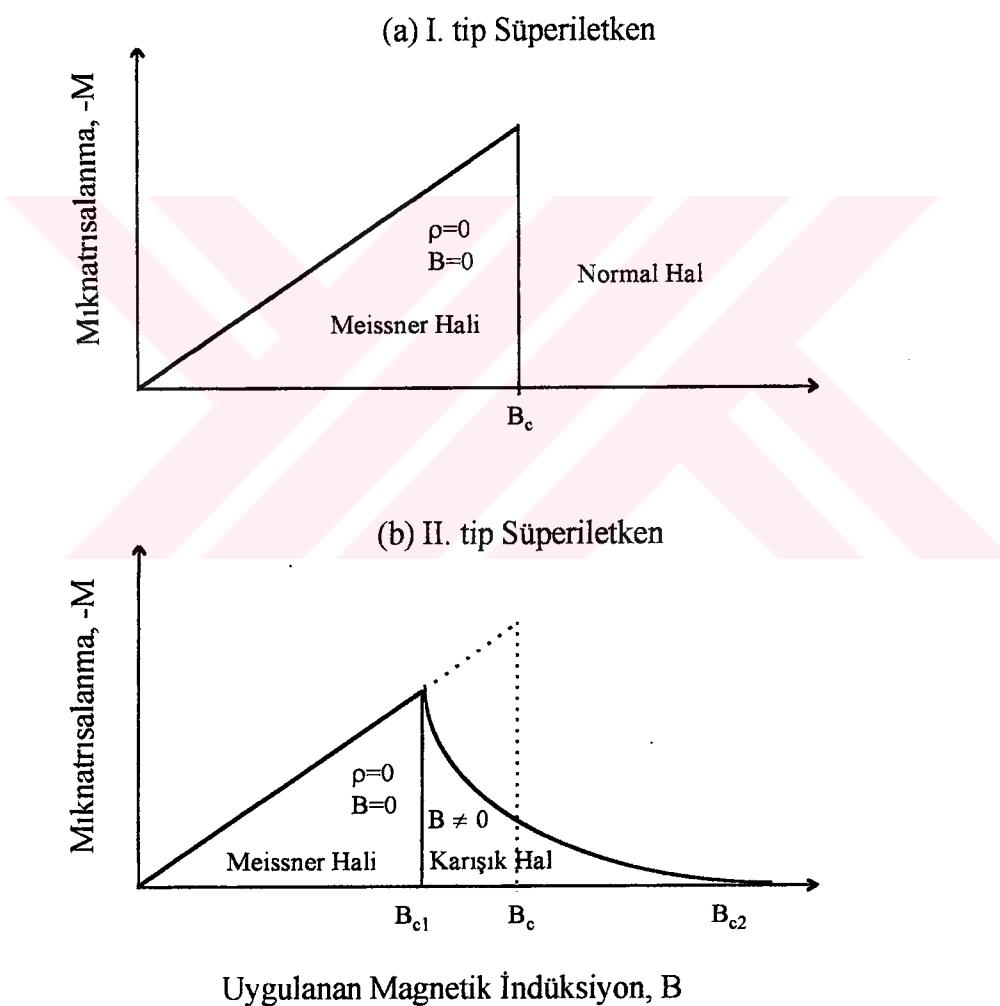
$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (4)$$

olarak yazılır. Burada \mathbf{M} , mıknatışlanma ve $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ boşluğun magnetik geçirgenlik katsayısıdır.

Meissner olayı, $\mathbf{B}=0$, $\mathbf{M}=-\mathbf{H}$ 'ya karşılık gelir. Kritik alanın üstünde malzeme normal hale gelir yani $\mathbf{M}=0$ olur. Negatif işaret, numunenin ideal bir diamagnetik hale geldiğini gösterir. Bu durumda, yüzey akımları nedeniyle numunenin iç bölgesindeki akı dışlanır.

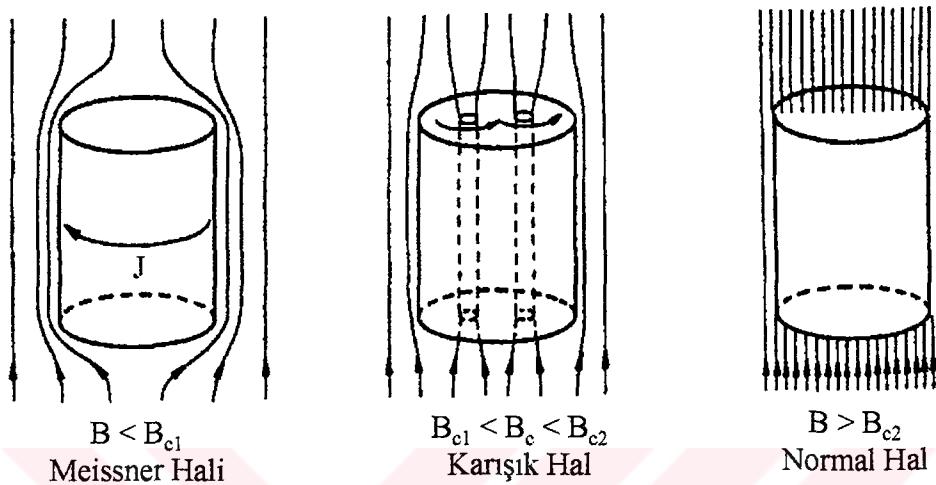
1.3.2. II. Tip Süperiletkenler

II. tip süperiletkenler için iki tane kritik alan vardır: alt kritik alan (B_{c1}) ve üst kritik alan (B_{c2}). B_{c1} 'den düşük alanlarda I. tip süperiletkenlerde olduğu gibi alan tamamen dışlanır (Meissner bölgesi). Uygulanan magnetik alan B_{c1} 'in üstünde olduğu zaman, üst kritik alan değeri olan B_{c2} 'ye ulaşılınca kadar, magnetik akı malzemeye kısmen nüfuz eder. Şekil 3(b)'de görüldüğü gibi, malzeme B_{c2} 'nin üstünde tamamen normal hale döner.



Şekil 3. (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletken için magnetik alanın fonksiyonu olarak mıknatışlanmanın değişimi [1].

B_{c1} ile B_{c2} arasında, süperiletken karışık halde (mixed state) bulunur. Bu durumda, Meissner etkisi kısmen meydana gelir. $B_{c1} < B < B_{c2}$ arasında uygulanan tüm magnetik alanlarda, aki, numuneye Şekil 4'de görüldüğü gibi, girdap (vortex) olarak adlandırılan küçük mikroskopik filamanlar şeklinde, kısmen nüfuz eder.



Şekil 4. Karışık halde magnetik akının süperiletkene nüfuz etmesi [1].

Alışlımiş süperiletkenler için girdapların çapı, yaklaşık olarak 100 nm civarındadır. Girdaplar, normal bölgelerden ibarettir ve buralarda magnetik alan büyüktür. Bu girdaplar, içlerindeki alanın devamlılığını sağlayan, üzerlerinden sürekli süperakımların aktığı süperiletken bölgelerle çevrilidir.

Herbir girdap

$$\Phi_0 = h / 2e = 2,067 \times 10^{-15} \text{ Weber} \quad (5)$$

kadar magnetik aki taşıır. Burada h , Planck sabiti ve e , elektronun yüküdür. Magnetik induksiyon (B), m^2 başına girdap sayısı olan n ile doğrudan

$$B = n\Phi_0 \quad (6)$$

bağlıdır.

Süperiletken malzemeye bu kısmi akı girmesi sayesinde, malzeme, normal hale dönmeksizin, uygulanan güçlü magnetik alanlara karşı dayanabilir. Süperiletkenlik, bu karışık halde üst kritik alana kadar devam eder. B_{c2} 'nin değeri, yüksek geçiş sıcaklığına sahip oksit süperiletkenler için yaklaşık olarak 150 teslaya ulaşmaktadır. B_{c2} 'den daha büyük alanlarda, süperiletken normal hale döner.

1.4. II.Tip Süperilekenlerde Kritik Akımlar

İlk bakışta, numune yüzeyindeki B_{c2} alanını, kritik akımların oluşturduğu düşünülebilir. Gerçekte ise kritik akımlar, B_{c2} 'nin değil, B_{c1} 'in üstündeki alanlarda, numunede girdapların oluşmasına neden olur. Akım, girdapların yerini değiştirir ve bu durum, arzu edilmeyen bir enerji kaybına neden olur. Girdabın hareketi sonucu

$$E = d\Phi / dt \quad (7)$$

şeklinde bir elektrik alan meydana gelir.

Bu alanın varlığında akım, EJ kadar enerji kaybeder. Bu enerji kaybı, direncin kaybettiği enerji miktarına eşdeğerdedir. Teorik olarak, II. tip süperiletkenlerin kritik akımları zayıftır. B_{c1} 'in küçük değerleri için akım yoğunluğu hala zayıf olur, bu değer B_{c2} ile kıyaslandığında B_{c2} alanlarında kritik akım yoğunluğu daha büyük olmaktadır. Öyleyse, B_{c1} 'in üzerinde bir akım değeri, kayıp olmaksızın nasıl geçirilir? Bu sorunun cevabı, girdapların hareketi engellenerek ve böylece kritik akımın, B_{c1} tarafından sınırlanılmamış olmasında yatar. Bu, sözde bir girdap sabitleştirilmesi (vortex pinning) veya akı sabitleştirilmesi (flux pinning) şeklinde başıltır.

Girdaplar nasıl sabitlestirilir? Basit olarak, girdapların sabitleştirilmesi, büyük bir enerji harcanmadığı durumlarda, girdabın terkedemeyeceği bölgeler oluşturularak gerçekleştirilir. Örneğin, alışılmış türdeki II. tip süperiletkenlerde, süperiletken içinde gömülü olan normal metal çökeltileri (inclusion) vardır. Girdap, bu katkı içindeki süperiletkenliği yok etmek için enerji harcanmayacak şekilde böyle bölgelere tutunacaktır. Etkin normal bölgelerin tipik büyülüğu ne kadardır? Bu büyülü aşikar

olarak, girdap içinde normal durumda tüpün çapı olan ξ koherent uzunluğu kadardır. Koherent uzunluğu mertebesinde homojen normal bölgelere sahip malzemelerde, çok yüksek akımlara ulaşılabilir. Koherent uzunluğunun çok kısa olduğu ($\xi \sim 10\text{\AA}$) yüksek T_c 'li oksit süperiletkenlerde, girdap sabitleştirme konumlarının nasıl kontrol edilebileceği açık değildir.

Uygulamada, Nb bileşikleri ve yüksek T_c 'li oksit süperiletkenler gibi teknolojik olarak ilginç olan tüm malzemeler, II. tip süperiletkendir. Bunun nedeni, kabaca, girdapların meydana getirilmesinin, magnetik enerjinin iyonlaşma enerjisinden daha küçük olmasını temin etmesidir. Böylece, karışık süperiletken durumun tüm serbest enerjisi, yüksek magnetik alanlara kadar bile, normal halden daha elverişli (termodinamik) olarak kalmaktadır. Süperakım, karışık halde, girdaplar arasındaki süperiletken bölgeler içinden aktığı için; II. tip süperiletkenler, yüksek magnetik alanlı mıknatısların üretiminde ihtiyaç duyulan tellerin yapımına imkan verir.

Kritik akımların oldukça düşük olduğu I. tip süperiletkenlerin aksine, pek çok II. tip süperiletkenlerdeki kritik akım yoğunluğu (J_c), pratik uygulamalara imkan verecek ölçüde, yeteri kadar yüksek olabilir. Örneğin, NbTi bileşikleri, 4,2 K'de yaklaşık olarak 10^6 A/cm^2 'lik J_c değerine sahiptir ve bunlar tel yapımında kullanılır. Eğer üst kritik alan yüksek (NbTi için ~ 14 T) ise bu gibi teller, onlarca teslilik magnetik alan üretebilecek süperiletken mıknatısların tasarımda kullanılabilir.

1.5. Akı Akışı (Flux Flow)

Kritik akımdan daha büyük olan akımın bulunduğu durumda özdirenç hesaplanmak isteniyor. Lorentz kuvveti ile sabitleştirme kuvveti (pinning force) karşılaştırıldığında, Lorentz kuvvetinin çok büyük, dolayısıyle sabitleştirme kuvvetinin ihmali edilebildiği limit durumu göz önüne alınabilir. Akı çizgilerinin hareketi enerji kaybına neden olduğu için, bu kayıp viskozite cinsinden tanımlanabilir. Girdap hareketinin, hızla orantılı olan kuvvet tarafından yavaşlatıldığı farzedilir. Sürüklendirme hızı, sürtünme kuvveti ve Lorentz kuvveti eşitliği ile viskozitenin (η) fonksiyonu olarak hesaplanabilir.

$$\mathbf{J}\Phi_0 = \eta \mathbf{v} \quad (8)$$

Örgü hareketi \mathbf{J} ye paralel olan ve

$$\mathbf{E} = \mathbf{B} \times \mathbf{v} \quad (9)$$

şeklinde Maxwell denklemiyle verilen bir elektrik alan indükler.

Bu iki eşitliği kullanarak akı akışının direnci elde edilebilir.

$$\rho_f = \frac{E}{J} = B \frac{\Phi_0}{\eta} \quad (10)$$

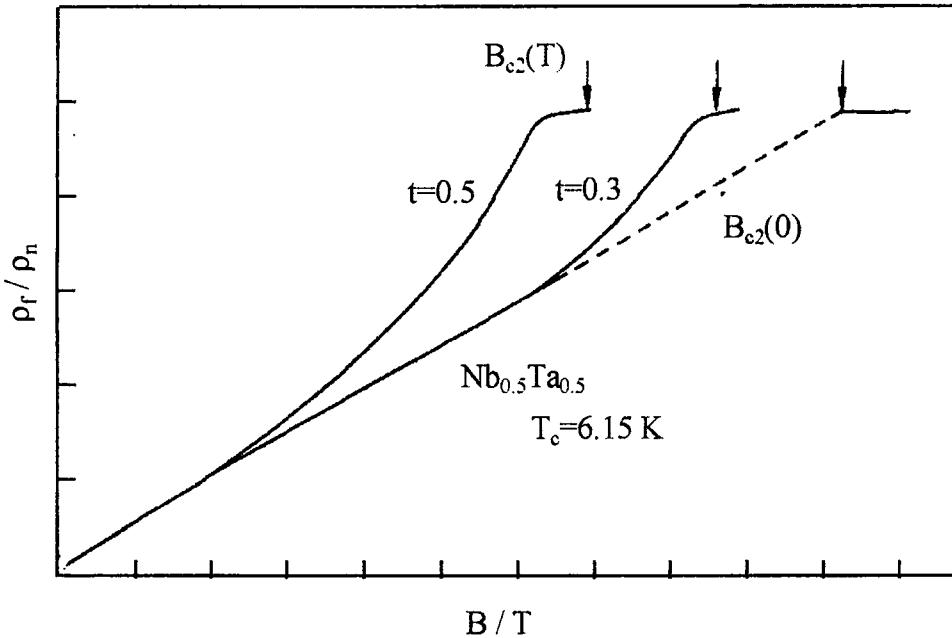
Viskozite η , bilinmeyen bir parametredir. Deneysel olarak akıma bağlı değildir ve B ile çok değişmez. Bu nedenle omik bir rejim ve alan içinde lineer bir özdirenç elde edilir. Mikroskopik hesaplar η hakkında bilgi vermektedir ve bu omik rejimin basit yorumuna götürmektedir.

$$\rho_f = \rho_n \frac{B}{B_{c2}} \quad (11)$$

Bu nedenle η , normal durumda özdirenç cinsinden verilir.

$$\eta = \frac{\Phi_0 B_{c2}}{\rho_n} \quad (12)$$

Akı akışı rejiminde özdirenç, normal bir bölge içinde akan akım için elde edilen ile aynıdır. Gerçekte girdapların yarıçapı ξ olan normal bir metal silindir olduğu düşünülürse, B/B_{c2} normal metalin bir kesrini temsil eder. Şekil 5'te, farklı sıcaklıklar için alanın fonksiyonu olarak akı akışının özdirencine bir örnek verilmiştir. Direnç, sıcaklığın ve alanın fonksiyonu olarak artmaktadır.



Şekil 5. Bir Nb-Ta numunesinde, farklı $t=T/T_c$ değerleri için, B 'nin fonksiyonu olarak akı akış direnci. Noktalı çizgi $t=0$ için davranışını temsil etmektedir. Dikey çizgiler $B_{c2}(t)$ değerini göstermektedir [1].

1.6. Girdapların Sabitleştirilmesi

Kritik akım yoğunluğu, birim hacimdeki sabitleştirme kuvveti (F_p) ile bağlantılı olsa bile

$$F_p = J_c B \quad (13)$$

sabitleştirme mekanizması ve kritik akım yoğunluğunun nasıl artırılacağı konusunda birşey söylemez. Hatta J_c , tek bir girdabin sabitleştirme kuvveti (f_p) ile de bağlantılı değildir. Bu yüzden F_p 'yi artırmak için ilk olarak tek bir girdabin sabitleştirme kuvveti (f_p) ile bağlantı yapılmalı ve sonra bir girdap çizgisinin sabitleştirme mekanizması üzerinde çalışılmalıdır.

Numunede, sabitleştirme noktaları olarak adlandırılan, rastlantı sonucu homojen olmayan bölgelerin olduğu varsayılsın. Bu ise, bir girdap çizgisinin etkileşim potansiyeli ile tanımlanır. Sabitleştirme noktaları homojen olmayan normal noktalardır

ve süperiletkenlikten sorumlu çift yoğunluğunu ya destekler ya da engel olurlar. Bu durum akı çizgilerini çekerek ya da iterek kendini gösterir. İlginilecek olan ilk problem sabitleştirme noktaları ile akı çizgileri arasındaki etkileşimdir ve sabitleştirme noktaları sabitleştirme kuvvet yoğunluğu (F_p)'na eklenir. Buradan şu yazılabilir:

$$F_p = Nf_p \quad (14)$$

Burada N girdaplar ile sabitleştirme noktaları arasındaki etkileşme sayısıdır. Bu genel durum doğru değildir. Gerçekte homojen olmayan rıjıt bir girdap örgüsünün varlığı düşünülebilir. Artık sabitleştirme yoktur. Bunun nedeni ise sabitleştirme kuvvetlerinin rastgele düzenlenmesi ve istatiksel olarak kaybolmasıdır. Buradan anlaşıldığına göre, sonsuz ortamın etkileşim enerjisi, akı çizgilerinin oluşturduğu rıjıt örgüye ve ayrıca sabitleştirme merkezlerinin oluşturduğu dizilişe bağlı değildir. Örgünün şekil değiştirmesinde sabitleştirme işlemi temeldir. Sabitleştirme dizisine göre örgüyü hareket ettirecek enerji artışı mevcut ise sistemin toplam enerjisi örgüdeki deformasyon ve sabitleştirmeden dolayı düşer, bunun tersi de söylenebilir. Bu durumda J_c sıfırdır. Çünkü girdabın hareketini önlemek için her bir girdap tutulmalıdır.

Sabitleştirme merkezlerinin etkisinin anlaşılması için ideal bir akı çizgisi örgüsü ve sıfırdan başlayarak yavaş yavaş artacak şekilde olan rastgele dağılmış sabitleştirme merkezleri düşünülebilir. Çok küçük sabitleştirme kuvveti için, örgünün esneklik teorisinin kullanılmasıyla her girdaptaki yer değiştirme ve her bir örgüdeki enerji hesaplanabilir. Sabitleştirme kuvveti artırılsa, örgünün uzunlamasına olan şekli kaybedilecektir. Daha güclü sabitleştirme merkezleri, dislokasyonları ve kusurları meydana getirir.

1.7. Akı Sürüklenmesi (Flux Creep)

Akı çizgilerinin hareketi, bunlara dik olarak etki eden Lorentz kuvvetinden kaynaklanmaktadır. Akı çizgileri, herhangi bir dış akım yokken bile, akı çizgileri örgüsünün bozulmasına neden olan kusurlar tarafından sabitleştirilir. Mutlak sıfır sıcaklığında, akı çizgilerinin hareketi, Lorentz kuvvet yoğunluğu, ortalama

sabitleştirme kuvvet yoğunluğunu aşarsa, mümkün değildir. Eğer $J_{\text{dis}} < J_c(0, B)$ ise J_{dis} akım yoğunluğu, bir güç kaybına neden olmaz. $J_{\text{dis}} > J_c$ için akı çizgilerinin hareketi, bir elektrik alanının doğmasına ve bundan dolayı da sınırlı bir V gerilimine neden olur. Bu durum tanımladığımız akı akış rejimidir. Bununla birlikte, sonlu bir sıcaklıkta, sabitleştirme enerji engellerini aşma olasılığı da mevcuttur. Bundan dolayı, $J_{\text{dis}} < J_c(T, B)$ için bile bir miktar hareket ve özdirenç olacaktır. Bu, termal olarak uyarılmış akı sürüklənməsi olarak bilinir. $J_{\text{dis}} \gg J_c(T, B)$ olduğu zaman yukarıda tanımlanan akı akışı gerçekleşir.

Akı sürüklənməsi, çok iyi bilinmeyen farklı parametrelere bağlıdır. Fakat bu olayın nitel bir analizi basit bir yolla yapılabilir. Pek çok durumda akı çizgileri demetinin hareketi gözlenir. Bu, bir yerden komşu olan başka bir yere termal olarak uyarılmış bir atlamadır. En basit halde, akı çizgi demetinin atlaması ile aşılan $U_0(T, B)$ aktivasyon (veya engel) serbest enerjisi, uygun bir bölgedeki akı çizgileri yardımıyla kazanılan yoğunlaşma enerjisi yoğunluğuna ile belirlenir.

Mutlak sıfır sıcaklığında, $U_0(0, B)$ enerji engeli, $J_0(0, B)$ kritik akım yoğunluğuna bağlıdır. $J_{\text{dis}} = J_c$ durumunda Lorentz kuvvet yoğunluğu, sabitleştirme kuvvet yoğunluğuna eşit olduğu için

$$U_0(0, B) = J_c(0, B) B V_c d \quad (15)$$

bağıntısı yazılır. Burada d , akı demetlerinin hareket ettiği mesafedir ve a_0 mertebesindedir.

Alışılmış süperiletkenlerde, $T \leq T_c$ sıcaklıklarını için daima $U_0(T, B) \gg k_B T$ dir. U_0/k_B yaklaşık olarak 100 ile 1000 K arasındadır ki bu aralıkta akı sürüklənməsi, çok küçük bir olaydır.

1.7.1. Yüksek T_c 'li Süperiletkenlerde Yeni Olgular

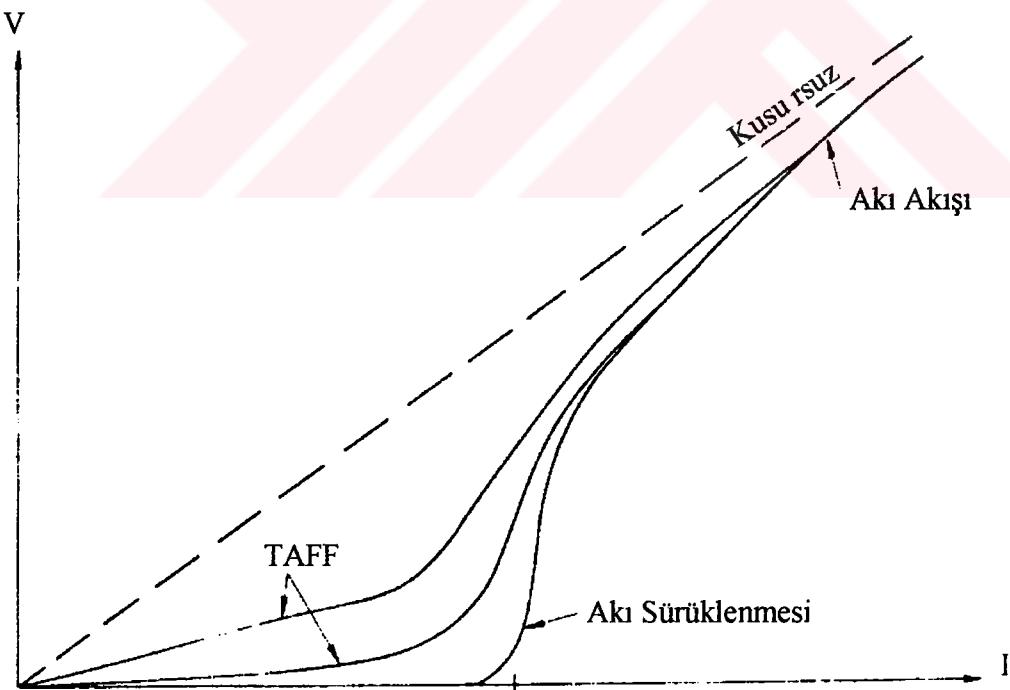
Yüksek T_c 'li süperiletkenlerde $U_0/k_B T$ oranı, alışılmış süperiletkenlerdeninden önemli ölçüde daha küçüktür. Bunun birinci nedeni, yoğunlaşma enerjisinin, koherent uzunluğuna açıkça bağlı olan uygun bir hacimle çarpılması ile U_0 'nın belirlenmesidir.

Bu uzunluğun, yüksek T_c 'li süperiletkenlerde daha kısa olması sebebiyle U_0 da daha küçüktür. İkinci neden ise, sıcaklığın, alışılmış süperiletkenlerden daha yüksek olmasıdır. Böylece, akı sürüklənməsi küçük bir olay olmayıp, bəzən oldukça böyük akı sürüklənme olaylarından söz edilir.

Akı sürüklənməsi, Şəkil 6'da görüldüğü gibi, akı akış rejiminin hemen altında, itici kuvvetin hemen hemen sabitleştirme kuvvetine eşit olduğu zaman gözükür. Fakat, eğer sabitleştirme kuvveti küçük ve sıcaklık, engeli aşacak kadar yüksek ise, bu etki itici kuvvet sınırlarında da gözlenebilir. $J << J_c$ için, yeni bir isim bulundu: termal olarak uyarılmış akı akışı (TAFF). TAFF, sadece potansiyel enerji engeli küçük olduğu zaman ve

$$\rho \sim \rho_0 \exp - \frac{U_0}{k_B T} \quad (16)$$

şəklinde bir özdirence yol açarsa gözlenir [1].



Şekil 6. Farklı durumlarda akım-gerilim karakteristiklerinin şematik gösterimi [1].

1.8. Y_2BaCuO_5 (211) Normal Bölgelerinin YBCO Süperiletkeni Üzerindeki Etkileri

Kritik akım yoğunluğu (J_c), süperiletkenlerin uygulamalarında önemli rol oynar. Oksit süperiletkenler, II. tip süperiletkenlerdir ve bu süperiletkenlerde düşük kritik alandan (H_{c1}) daha büyük alanlar kuantlaşmış girdaplar şeklinde süperiletken içine girerler.

Akım, karışık hal durumunda süperiletken içinden geçtiği zaman, Lorentz kuvveti ($F_L = J \times B$) girdap üzerine etki eder. Eğer kristal kusursuz ise, girdap hareket edecek ve direnç ortaya çıkacaktır. Fakat kristalde, dislokasyonlar, tane sınırları, gözenekler ve normal bölgelerden ileri gelen sabitleştirme merkezleri varsa, o zaman akı çizgilerinin hareketi sabitleştirme kuvveti ile engellenecektir. Akı sabitleştirme kuvveti (flux pinning force) (F_p), Lorentz kuvvetinden daha büyük olduğu sürece, süperiletken içinde dirensiz akım akacaktır. Sonuç olarak, J_c , Lorentz kuvvetinin (F_L), akı sabitleştirme kuvvetine (F_p) eşit olduğu zamanki akım yoğunluğu olarak düşünülebilir.

$$F_p = F_L = J_c B \quad (17)$$

Yüksek J_c değerini elde etmek için, F_p yükseltilmelidir. Bu da süperiletken içindeki sabitleştirme merkezlerinin sayılarının artırılması ile mümkündür [15-17].

Yapılan bu çalışmalarda, eritme yöntemiyle hazırlanan numunelerde, 211 çökeltilerinin homojen dağılmış olduğu durumlarda J_c 'nin arttığı gözlenmiştir. 211 çökeltilerinin homojen dağılmasının faydalari şöyle sıralanabilir [18]:

- 1- Çatlaklar engellenir. Y-Ba-Cu-O sisteminde tetragonal yapıdan ortorombik yapıya faz geçisi yaklaşık 600°C civarında olur. ab-düzleminde, bu faz geçişinden dolayı meydana gelen zorlanma, ikizlenme (twin) sınırlarının oluşmasıyla ortadan kaldırılabilir. Oksijen soğrulması ile c-ekseninde bir büzülme meydana gelir. Bu büzülmenin sebep olduğu zorlanmayı ortadan kaldıracak bir yöntem bulunmamaktadır. Bu durum, çatlakların oluşmasına neden olur. Numune düzgün dağılmış 211 çökeltileri içerirse, 211 çökeltilerinin çevresinde zorlanma kuvveti

oluşur. Bu kuvvet, zoru dağıtır ve zor konsantrasyonunu azaltır. Böylece çatlak oluşumu engellenmiş olur.

- 2- Oksijen difüzyon hızı daha da artar. 211 çökeltileri ile 123 yapısı arasındaki yüzey, hızlı oksijen difüzyonu için yol oluşturur. Bunlar, oksijen difüzyonunu kolaylaştırdığı düşünülen zorlanmanın değişimini sağlar.
- 3- Normal bölgeler, sabitleştirme merkezleri olarak görev yaparlar. Ayrıca numune içindeki dislokasyonlar ve düzlemlerin istif hataları gibi diğer kusurlar da sabitleştirme merkezleri olarak görev yaparlar [19].

211 çökeltilerinin olduğu numunede akı sürüklene me hızı, 211 çökeltisi olmayan numuneye göre düşüktür. Ayrıca, alanın yönüne bağlı olarak, J_c değerinde anizotropi gözlenmiştir. Bu anizotropi koherent uzunluğundaki ve yüksek kritik alanındaki anizotropiye atfedilmektedir. Düşük alanlarda H/c olduğu zamanki J_c değeri, $H \perp c$ olduğu zamankinden üç kez daha büyütür. Pratik uygulamalar için bu anizotropi hesaba katılmalıdır [20].

Deneysel sonuçlar sabitleştirme enerjisinin $B^{-1/2}$ ile değiştiğini göstermiştir [15]. Bu da teorik sonuçlarla uyum içindedir. $dM/M = -(U/kT)dlnt$ eşitliği kullanılarak [16], 77 K'de 1 kOe alanda, $Y_{1,2}Ba_{2,1}Cu_{3,1}O_x$ bileşiği için sabitleştirme enerjisi 1 eV, $YBa_2Cu_3O_x$ bileşiği için ise 0,6 eV olarak bulunmuştur. Ayrıca 77 K'de 10 kOe alanda (H/c ve $\xi = 2$ nm) $Y_{1,5}Ba_{2,25}Cu_{3,25}O_x$ bileşiği için kritik akım yoğunluğu $25000 A/cm^2$ ve $Y_{1,2}Ba_{2,1}Cu_{3,1}O_x$ bileşiği için ise $10000 A/cm^2$ olarak bulunmuştur.

211 çökeltilerinin sabitleştirme merkezi olarak görev yaptığı belirtilen çalışmalarındaki [15, 16, 18, 20] optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) sonuçlarına göre, bu çökeltilerin büyüklüğü 1-10 mikrometre mertebesindedir. Bu büyülü, 123 bileşığının koherent uzunluğu olan ~10 Å'dan çok büyütür. Shi ve arkadaşları [21] ise yaptıkları çalışmada ilk kez 211'in büyülüünü küçültüp, homojen olarak dağıtmayı başarmışlardır. Geçirmeli elektron mikroskopu (TEM) sonuçlarına bakıldığında, eritme yöntemiyle hazırlanan numunelerde 211 çökeltilerinin büyülüünün ~100Å olduğu gözlenmiştir.

Aktivasyon enerjisi, $YBa_2Cu_3O_x$ bileşığında, Bi ve Tl'lu bileşiklerinkinden daha büyütür [22]. Bunun sebebi ise anizotropideki farklılık veya akı çizgilerindeki

eğilmelerdir. Aktivasyon enerjisi, akım yoğunluğuna logoritmik olarak bağlıdır [23, 24]. Ayrıca aktivasyon enerjisi için şunlar söylenebilir [25]:

- 1- Aktivasyon enerjisi, uygulanan alan arttıkça azalır.
- 2- Aktivasyon enerjisi, oksijen eksikliği arttıkça azalır.
- 3- Numunenin oksijen konsantrasyonu düştükçe, aktivasyon enerjisinin alana bağımlılığı azalır.

Ullrich ve arkadaşları [26], yaptıkları çalışmada termal olarak uyarılmış akı akışı [thermally activated flux flow (TAFF)] için, eritme yöntemiyle hazırlanan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ bileşığının aktivasyon enerjisinin, sinterlenmiş numuneninkinden dört kez daha büyük olduğunu göstermiştir. Bunun tek sebebi, 35 nm çapındaki süperiletken olmayan bölgeler ve dislokasyonlardır. Ayrıca, J_c değerini hem magnetizasyon eğrisinden hem de sabitleştirme enerjisi eşitliğinden hesaplamışlardır. 1 T alan altında ve 4,2 K'de magnetizasyon eğrisinden elde edilen J_c , $1,9 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ iken sabitleştirme enerjisinden elde edilen J_c değeri $2 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ 'dir. Fakat 77,3 K'de bu benzerlik görülmez. Magnetizasyon eğrisinden elde edilen J_c , $5 \times 10^3 \text{ A/cm}^2$ iken, sabitleştirme enerjisi eşitliğinden elde edilen J_c değeri $4,8 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ 'dir. 77,3 K'de kritik akım yoğunluğunundaki bu azalmanın sebebinin TAFF veya tane sınırları yakınındaki oksijen eksikliği olduğu düşünülmektedir.

1.9. AC Magnetik Alınganlık

AC alınganlık ölçümleri, süperiletken malzemelerin karakteristik özelliklerini belirlemede çok faydalı ve kullanışlı bir yöntemdir [27]. İlk önce Bean [6] kritik akım yoğunluğunun hesaplanması, AC alınganlığın avantajlarını ortaya atmıştır. Daha sonra ise Maxwell ve Strongin [28] II. tip süperiletkenlerde kritik akım yoğunluğu için farklı bir model (eddy current model) ortaya atmışlardır. Alınganlığın teorik olarak hesaplandığı modeller “critical state model” [29, 30] ve “eddy current model” [31, 32, 33] olarak iki gruba ayrılmaktadır.

Magnetik alınganlık, ω frekanslı bir akımın bir bobine uygulanması ile bobinde oluşturulan

$$H(t) = H_{ac} \operatorname{Im}(e^{i\omega t}) = H_{ac} \sin\omega t \quad (18)$$

şeklinde bir dış magnetik alanın, bobin içerisindeki bir numunede oluşturduğu mıknatışlanmadan, aşağıdaki şekilde ifade edilebilir [34]:

$$\begin{aligned} M(t) &= H_{ac} \sum_{n=1}^{\infty} \operatorname{Im}(\chi_n e^{int}) \\ &= H_{ac} \sum_{n=1}^{\infty} [\chi_n' \sin(n\omega t) - \chi_n'' \cos(n\omega t)] \end{aligned} \quad (19)$$

Burada $\chi_n' = \chi_n' - i\chi_n''$ ($n=1, 2, 3, \dots$)'dır

$$\chi_n' = \frac{1}{\pi H_{ac}} \int_0^{2\pi} M(t) \sin(n\omega t) d(\omega t) \quad (20(a))$$

$$\chi_n'' = \frac{-1}{\pi H_{ac}} \int_0^{2\pi} M(t) \cos(n\omega t) d(\omega t) \quad (20(b))$$

Burada gerçel (real) χ' bileşeni, uygulanan alanla aynı fazda olan alınganlık bileşenini ve sanal (imaginary) χ'' bileşeni de, faz dışı bileşeni temsil etmektedir. χ' bileşeni, taneler ve taneler arası etkileşmelerle, χ'' bileşeni de (numune tarafından, uygulanan magnetik alandan sağlanan enerji gibi) enerji kayipları ile ilgilidir.

Alınganlık ölçümlerinde, yüksek sıcaklık süperiletkenler iki kritik sıcaklık gösterir [31, 35]: ilki süperiletken tanelerden ileri gelen özden (intrinsic) sıcaklık, diğer taneler arası etkileşmelerden kaynaklanan çiftlenim (coupling) sıcaklığıdır.

Direnç ölçümü bir boyutlu bir ölçümdür, numune içerisinde bir direnç sızma yolu (percolation path) kurulduğu zaman sıfır direnç gösterir. Böylelikle yüksek T_c 'lı faz, daha düşük T_c 'lı fazı maskeler ve numunenin mikroyapısı hakkında yanlış bilgiye götürebilir. Diamagnetizma için perdeleme (shielding) yüzey akımı gerektiğinden alınganlık iki boyutlu bir ölçümdür. Fakat numunenin iç kısımlarında normal veya

daha düşük kritik sıcaklıkla bölge olabileceğinden temel alınganlık ölçümünde numunenin mikroyapısı hakkında tam bilgi vermez.

Kritik sıcaklıkta, alınganlığın gerçel ve sanal kısımları belirgin olarak birbirinden ayrılır, azalan sıcaklıkla dış alandan enerji soğurumu ile özdeşlenebilecek sanal kısım bir maksimumdan geçerken, diamagnetik etkinin göstergesi olan gerçel kısım negatif olarak tam diamagnetizmanın kurulmasına kadar artar. Sıcaklık düşürülmeye devam edildikçe tam diamagnetizmanın kurulduğu durumda sanal kısım sıfır olur, gerçel kısım ise, o sıcaklığıtaki değerini koruyarak biçimini devam ettirir.

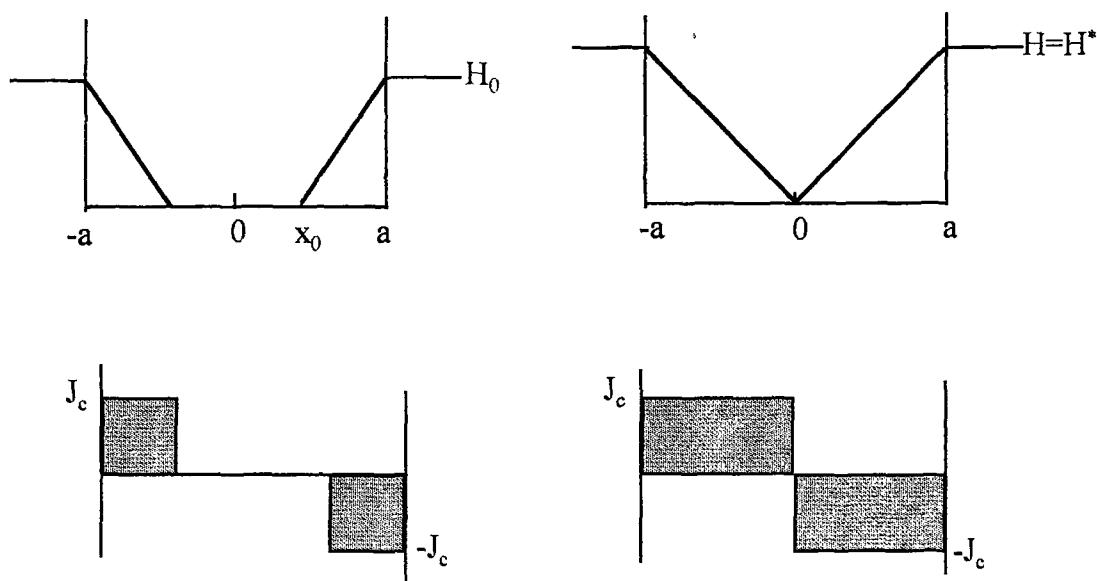
1.9.1. Bean Modeli

Bean modeline [6, 36] göre ince tabaka (slab) şeklindeki süperiletken numuneler için şu şekilde modelleme yapılmıştır: Bean bu hesaplamaları yaparken taşıma akımını, AC alanın frekansını, düşük kritik alan H_{c1} 'i ve yüzey engellemelerini göz önünde bulundurmamıştır.

Dış magnetik alan $H(t)$, $2a$ genişlikli numuneye Şekil 7'de görüldüğü gibi uygulanırsa, magnetik alan numuneye nüfuz eder. Numuneye nüfuz eden akı yoğunluğu gradyantı ($\nabla \times H = 4\pi J$ Maxwell denkleminden) J_c 'yi vereceğinden, bu modele göre kritik akım yoğunluğu sabit kabul edilir. Lenz yasasına göre kritik akım kendisini doğuran, magnetik alana karşı koyacak etki gösterir. Eğer magnetik alanın x_0 değerine kadar numuneye nüfuz ettiğini düşünürsek, H alanı $H=J_c(x-x_0)$ şeklinde olur. Magnetik alanın numunenin merkezine ulaştığı değeri H^* ile gösterilirse $H^* = J_c a$ olacaktır. Magnetizasyonu bulabilmek için numune içindeki B alanını hesaplamak gereklidir. Tek boyut için B alanı

$$B = \frac{\int H dx}{\int dx} \quad (21)$$

integralinden hesaplanabilir.



Şekil 7. Bean Modeline göre alanın numuneye nüfuz edişi

Burada, $H_0 \leq H^*$ ve $H_0 \geq H^*$ için iki farklı B değeri karşımıza çıkacaktır. Maxwell denkleminden bulunan magnetizasyon ile alınganlık arasındaki ilişkiden alınganlığın gerçek ve sanal kısımları hesaplanabilir. Bean, 2a genişlikli sonsuz uzunlukta bir tabaka için

$H_0 \leq H^*$ olduğu durumda,

$$M = -H + \frac{H^2}{2H^*} \quad (0 \leq H \leq H^*) \quad (22(a))$$

$$M = -H + (H_0^2 + 2H_0H - H^2) \frac{1}{4H^*} \quad (-H_0 \leq H \leq H_0) \quad (22(b))$$

$$\chi' = -1 + \frac{H_0}{2H^*} \quad (22(c))$$

$$\chi'' = \frac{2H_0}{3\pi H^*} \quad (22(d))$$

$H_0 \geq H^*$ olduğu durumda,

$$M = \frac{-1}{2H^*} + H_0 - H - (H_0 - H)^2 \frac{1}{4H^*} \quad (H_0 - 2H^* \leq H \leq H_0) \quad (23(a))$$

$$M = \frac{H^*}{2} \quad (-H_0 \leq H \leq H_0 - 2H^*) \quad (23(b))$$

$$\chi' = \left\{ \left(\frac{-14H_0}{2H^*} \right) \cos^{-1} \left(1 - \frac{2H^*}{H_0} \right) + \left[-1 + \frac{4H^*}{3H_0} - \frac{4H^{*2}}{9H_0^2} \right] \left(-1 + \frac{H_0}{H^*} \right)^{\frac{1}{2}} \right\} \frac{1}{\pi} \quad (23(c))$$

$$\chi'' = \left(\frac{6H^*}{H_0} - \frac{4H^{*2}}{H_0^2} \right) \frac{1}{3\pi} \quad (23(d))$$

İfadelerini bulmuştur. Burada dış alan $H = H_0 \cos\theta$ şeklinde seçilmiştir.

Bean modeline göre temel alınganlıkta sanal kısmın maksimumu, dış alan numunenin merkezine ulaştığında gözlenir. Bu ise H^* 'ı alınganlık ölçümü ile bulabileceğimizi gösterir. χ'' 'nın maksimumuna karşılık gelen H^* değeri denklem (23(d))'den

$$\frac{d\chi''}{dH^*} = \frac{d}{dH^*} \left(\frac{6H^*}{H_0} - \frac{4H^{*2}}{H_0^2} \right) \frac{1}{3\pi} = 0 \quad (24)$$

$$H^* = \frac{3}{4}H_0 \quad (25)$$

şeklinde bulunur. Burada H_0 alınganlık ölçümünde uyguladığımız alanın maksimum değeridir. H^* alanı bulunduktan sonra kritik akım yoğunluğu SI birim sisteminde

$$J_c = \frac{H^*}{a} \quad (26)$$

bağıntısından hesaplanabilir. Kritik akım yoğunluğu CGS birim sisteminde ise,

$$J_c = \frac{10H^*}{4\pi a} \quad (27)$$

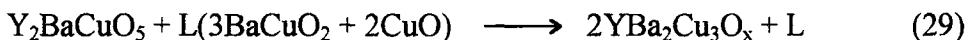
şeklindedir.

1.10. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Bileşığının Faz Diyagramı

YBCO sisteminde iki çeşit peritektik reaksiyon gözlenmiştir [20, 37]. Daha önceden oluşturulan YBCO (123) bileşiği, 1200°C 'nin üstündeki sıcaklıklarda dekompoze olarak $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{L}$ bölgesi elde edilir. Burada L, sıvı faz ($\text{BaO} + \text{CuO}$) olarak bilinmektedir. Sıcaklık düşürüldüğünde, bu iki faz, Y_2BaCuO_5 (211)'i oluşturmak için peritektik reaksiyona girer:

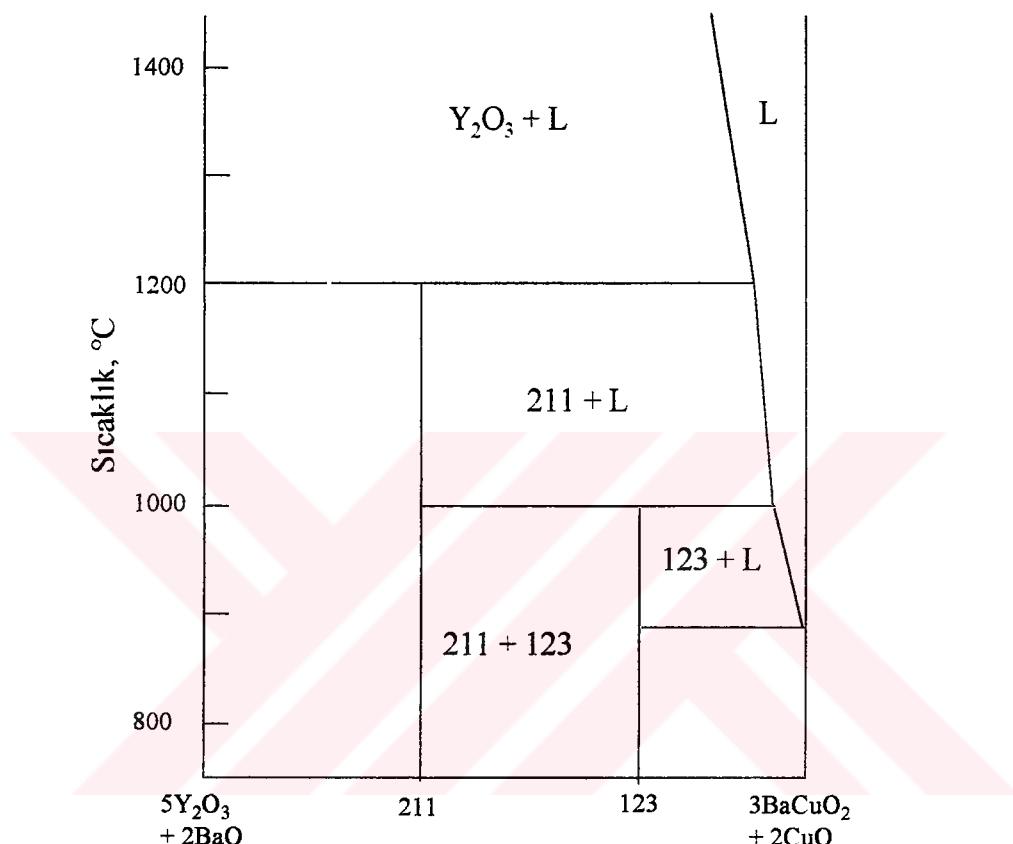


Sıcaklık 1000°C civarında iken Y_2BaCuO_5 (211), $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ bileşliğini oluşturmak için sıvı faz ile tekrar reaksiyona girer:



$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ süperiletkeninin oluşmasından sonra artık kalan sıvı fazın süperiletken yapı içerisinde homojen olarak dağıtilması gerekmektedir. Bu olmadığı zaman bazı fiziksel özellikler (örneğin kritik akım yoğunluğu) istenilen düzeyde sonuç vermemektedir. En son yapının homojen olması için öncelikle 211 dağılımının yapı içerisinde homojen olması gereklidir. 211, sıvı faz içerisinde düzenli ve küçük çaplarda dağıtılsa süperiletken fazın büyümeye oranı artacaktır. Fakat 211+L bölgesinde 211'in büyülüüğünün kontrolü imkansızdır. Bunun için başlangıç noktası olan $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{L}$ bölgesi kullanılır. 211 bölgesinin kontrolü Y_2O_3 bölgesinin kontrolü ile yapılabilir, çünkü 211'ler Y_2O_3 'den oluşmaktadır. Sonuç olarak, eğer Y_2O_3 katı parçacıkları

başlangıçta sıvı faz içeresine homojen olarak dağıtılsa, 211 fazı da 123 fazı içerisinde homojen olarak dağılmış olacaktır. Bunu elde etmek için Eritme-Hızlı Soğutma yöntemi çok yaygın kullanılmaktadır. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ malzemesinin ikili faz diyagramı Şekil 8'de görülmektedir.



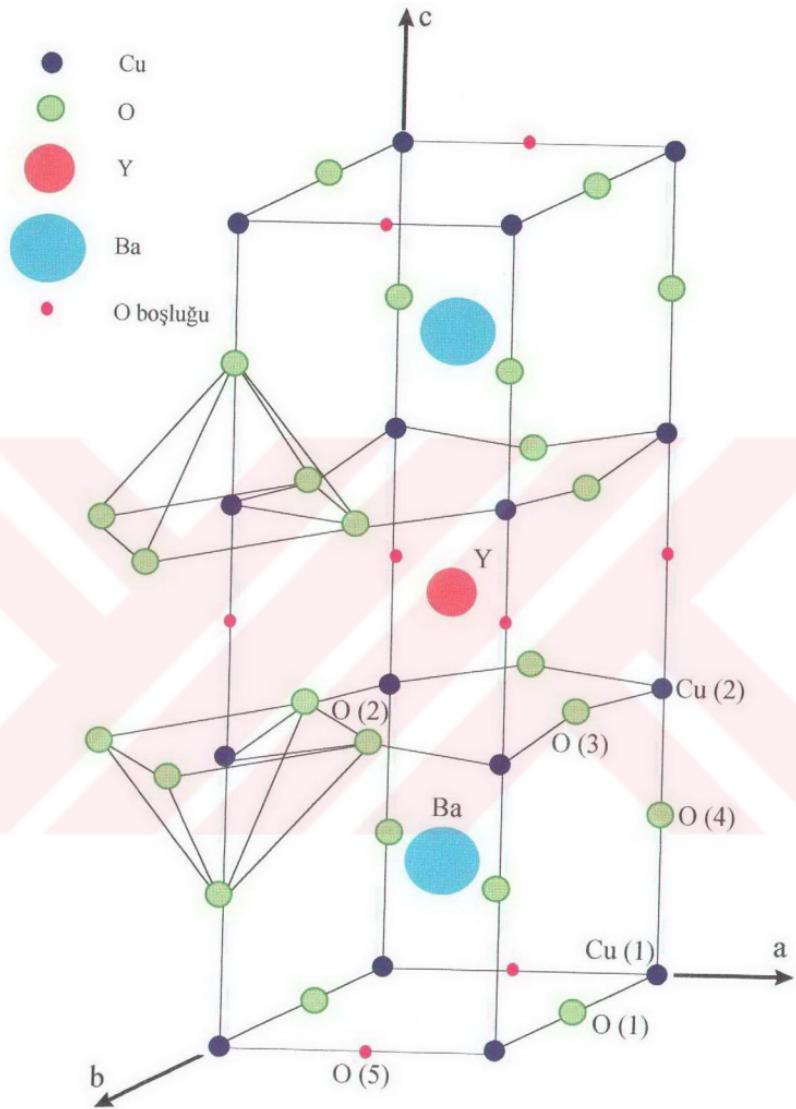
Şekil 8. Y-Ba-Cu-O sisteminin ikili faz diyagramı [20].

Eritilip-hızlı soğutulmuş olan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ numunesi doğrudan büyütme işlemine tabi tutulmamalıdır. Çünkü hızlı soğutulmuş olan plakalar yapısal olarak homojen değildir ve Y_2O_3 parçacıkları büyüktür. Son yapıda 211'in homojen ve küçük boyutta dağıtılması için bu plakalar iyice öğütülmelidir. Bu, literatürde Eritme-Toz-Eritme-Büyütmeye [Melt-Powder-Melt-Growth (MPMG)] yöntemi olarak bilinmektedir. Bu yöntem Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütmeye [Quench-Melt-Growth (QMG)] yönteminin değiştirilmiş bir şeklidir.

1.11. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Bileşığının Kristal Yapısı

Oksit süperiletkenler perovskite yapıya sahiptirler. Şimdiye kadar bulunan bütün yüksek sıcaklık oksit süperiletkenler (seramik süperiletkenler) iki veya üç metalle birlikte bakır metalinden oluşmuştur. Örneğin 123 bileşiği olarak bilinen $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Y, Ba ve Cu metallерinden oluşmuştur. Burada “x” oksijen eksikliğini göstermektedir. YBaCuO süperiletkenlerinin kristal yapısı, oksijen miktarına oldukça bağlıdır. Bu değer $x=1$ ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$) ve $x=0$ ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) arasında değiştiği taktirde süperiletkenin kristal yapısı ortorombik yapıdan tetragonal yapıya dönüşür. Eğer $0 < x < 0,5$ ise bileşliğimiz ortorombik ve süperiletken, $0,5 < x < 1$ arasında ise tetragonal ve yarıiletken özellik göstermektedir [38]. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ bileşığının kristal yapısı Şekil 9'daki gibidir [39]. YBCO sisteminde süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, oksijen miktarına oldukça duyarlıdır. Oksijen miktarındaki değişim malzemenin hazırlanması sırasında ısıtma ve soğutma şartlarına bağlıdır. Oksijen arttıkça, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı da artar. Bu sisteme süperiletkenlikten Cu-O düzlemleri sorumludur.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ortorombik birim hücresi c-ekseni boyunca Y, Cu(2), BaO, Cu(1), BaO, Cu(2) ve Y düzlemlerinden oluşan bir paket gibidir. Temel yapıda üç kübik yapı vardır. Bunlardan ikisinin merkezinde Ba atomu, diğerinde ise Y atomu yer alır. Bu kúplerin her köşesinde Cu atomları, kenar ortalarında ise oksijen atomları yer almaktadır. Yitryumun en yakın sekiz oksijen komşusu, baryumun ise en yakın on oksijen komşusu vardır. Ayrıca iki tane Cu(1) ve iki tane Cu(2) düzlemleri vardır. Cu(2) düzeleri perovskite yapıya örnektir. Oksijen boşluğu ise Y düzleminde dört tane, Cu(1) düzlemlerinde ikişer tane olmak üzere toplam sekiz taneidir.



Şekil 9. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ bileşiğinin kristal yapısı [39].

1.12. Bazı Katkı Maddelerinin YBCO Süperiletkeni Üzerindeki Etkileri

YBaCuO süperiletkenlerinin fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi için bazı katkı maddeleri (Ag, Au, Fe, Co, Al, Zn, Ni) kullanılmıştır. Katkı işlemesinde, katkı atomlarının çiftleri asıl yapıdaki atomların çiftlerinden farklı ise, katkı atomlarının çevrelerinde bozulmalar meydana gelir. Bu sonuç, numunenin örgü parametrelerinin ve diğer özelliklerinin değişmesine sebep olur. Bu maddeler, çalışmalarında *adding*, *doping* ve *difüzyon* şeklinde katılmıştır.

Adding, oluşmuş süperiletken yapıya belli miktarda katkı maddesinin eklenmesidir. *Doping*, süperiletken bileşik hazırlanırken, elementlerden birinin miktarı azaltılarak, yerine katkı malzemesi konularak yapılır. *Difüzyon* ise katı, sıvı veya gaz parçacıklarının madde içinde ısıl işlem yardımıyla hareket etmesidir.

Cieplak ve arkadaşları [40] yaptıkları çalışmada altın (Au) YBCO bileşigine adding ve doping yoluyla katmışlardır. %10 Au'ın adding ve doping yoluyla katılmış olduğu numunelerin x-ışını sonuçlarına bakıldığından adding yapılan numunenin ortorombik yapıda olup, katkısız numunenin piklerine benzettiği, diğerinde ise kaymanın olduğu tesbit edilmiştir.

Adding yapılan numunelerin (%0-40) analizleri yapıldığında %10 Au'ın çözünme sınırı olduğu tesbit edilmiştir. %8 Au katkılı numune ile Au katkısız numunenin örgü parametreleri Çizelge 1'deki gibidir.

Çizelge 1. Au katkısız ve %8 Au katkılı numunelerin örgü parametreleri [40].

Numune	a (Å)	b (Å)	c (Å)
Katkısız	3,8229(1)	3,8865(1)	11,6821(4)
Katkılı	3,8197(1)	3,8888(1)	11,7121(4)

Ayrıca %8 Au katkılı numunenin yapısal analizleri yapıldığında, Cu(1)-O(1) bağ uzunluğunun %1,36 artışı, Cu(2)-O(1) bağ uzunluğunun ise %0,3 azalığı görülmüştür. Diğer Cu-O uzunlıklarında ise belirgin bir değişiklik yoktur. Cu(1)-Cu(2) bağ uzunluğu artarken, Cu(2)-Cu(2) bağ uzunlığında bir değişiklik yoktur. Au

katkılı numunelerin direnç ölçümleri yapıldığında ise, %10 Au katkılı numunede süperiletkenlik geçiş sıcaklığının 1,5 K arttığı görülmüştür.

Dzhafarov ve arkadaşları [41] yaptıkları çalışmada YBCO bileşигine Au difüzyonunu incelemiştir. Bu çalışmada difüzyon, vakum ortamında numune üzerine Au buharlaştırılarak ($\sim 10 \mu\text{m}$) yapılmıştır. Au difüzyonunda altın iyonlarının Cu(1) düzlemine girdiği düşünülmektedir. Burada Cu^{2+} iyonunun çapı $0,73 \text{ \AA}$, Au^{3+} iyonun ki ise $0,85 \text{ \AA}$ 'dur.

870°C 'de Au buharlaştırılarak yavaş (5°C/dak.), hızlı (1000°C/dak.) soğutulan numuneler ile aynı şartlarda yavaş soğutulan numunenin örgü parametreleri Çizelge 2'deki gibidir.

Çizelge 2. Au katısız ve Au katkılı numunelerin örgü parametreleri [41].

Numune	Soğuma	a (\AA)	b (\AA)	c (\AA)
Katkısız	Yavaş	3,8192	3,8790	11,6622
Katkılı	Yavaş	3,8173	3,8823	11,6780
Katkılı	Hızlı	3,8157		11,7444

Direnç ölçümleri yapıldığında Au katkılı yavaş soğutulan numunenin süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, Au katısız numuneninkinden 3 K fazla olduğu görülmüştür. Kritik akım yoğunluğu da 50 A/cm^2 'den 280 A/cm^2 'ye yükselmiştir.

YBCO bileşigine demir (Fe) katkısı yapıldığında, Fe'in Y ve Ba'un yerine geçmesi halinde süperiletkenlik çok az etkilenirken, Cu'un yerine geçtiğinde ise süperiletkenlik yıkıcı bir şekilde etkilenmiştir. Çünkü süperiletkenliğe etki eden Cu-O düzlemleridir. Kobalt (Co) da Fe'e benzer davranış gösterir. Fe ve Co atomları YBaCuO yapısında tercihen Cu(1) düzlemine girerler ve ortorombik-tetragonal faz geçişini sağlarlar. Bu olay, katkı oranı yaklaşık %3 oranında olduğu zaman gerçekleşir. Fakat nikel (Ni) ve çinko (Zn), Cu(2) düzlemine yerleşir ve kristal yapıda fazla bir değişiklik yapmaz ve hala ortorombik yapı hakimdir [42]. Yapılan çalışmalarda, YBCO bileşigine Fe katkısı genellikle sinterleme işleminden önce ve nisbeten yüksek miktarlarda (%2-15) yapılmıştır. Fakat difüzyon, düşük miktarda ($10^8\text{-}10^{21} \text{ cm}^{-3}$) katkı

yapılabilmesi imkanını sağlamaktadır. Bu da süperiletkenlerin özelliklerinin incelenmesinde önemlidir.

Tarascon ve arkadaşları [42] yaptıkları bir çalışmada doping yoluyla kattıkları Fe, Co, Al, Ni ve Zn'dan elde ettikleri sonuçlar Çizelge 3'de verilmiştir.

Çizelge 3. Fe, Co, Al, Ni ve Zn katkılı numunelerin ölçü parametreleri ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları [42].

Katkı	x	a (Å)	b (Å)	c (Å)	T _c (K)
Katkısız		3,8146	3,8819	11,670	92
Fe	0,02	3,8193	3,8836	11,667	91,8
	0,05	3,8305	3,8781	11,666	91,8
	0,10	3,8598		11,863	76,0
	0,20	3,8637		11,684	49,0
	0,30	3,8671		11,681	31,0
	0,40	3,8708		11,674	<4,2
	0,50	3,8739		11,667	0
	0,80	3,8727		11,647	0
Co	0,02	3,8195	3,8826	11,667	93,4
	0,05	3,8295	3,8802	11,670	94,3
	0,10	3,8608		11,687	73,0
	0,20	3,8675		11,684	53,0
	0,30	3,8724		11,680	22,0
	0,40	3,8765		11,674	0
	0,50	3,8807		11,671	0
	0,80	3,8865		11,661	0
	1,00	3,8867		11,625	0
Al	0,05	3,8351	3,8827	11,6822	91,0
	0,10	3,8601	3,8661	11,6750	92,0
	0,20	3,8617		11,6727	85,0
	0,30	3,8631		11,6719	73,0
	0,40	3,8630		11,6713	42,0
Ni	0,10	3,8289	3,8864	11,6372	55,0
	0,20	3,8352	3,8560	11,6573	45,0
	0,30	3,8331	3,8490	11,6624	40,0
Zn	0,10	3,8193	3,8881	11,6818	55,0
	0,20	3,8199	3,8895	11,6804	45,0
	0,30	3,8201	3,8930	11,6797	45,0

Yang ve arkadaşları [43] çalışmalarında doping yoluyla Fe, Co, Ni ve Zn katkısı yapmışlardır. Sonuçları ise Çizelge 4'deki gibidir.

Çizelge 4. Fe, Co, Ni ve Zn katkılı numunelerin örgü parametreleri ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları [43].

Katkı	x	a (Å)	b (Å)	c (Å)	T _c (K)
Katkısız		3,817	3,885	11,680	90,5
Fe	0,02	3,834	3,897	11,677	86,5
	0,03	3,852	3,861	11,686	83,0
	0,05	3,861		11,676	75,0
	0,10	3,867		11,686	36,0
	0,15	3,873		11,660	<4,2
Co	0,02	3,843	3,866	11,689	89,0
	0,04	3,863		11,677	73,0
	0,06	3,865		11,661	61,0
	0,10	3,873		11,682	26,0
	0,28	3,888		11,636	<4,2
Ni	0,02	3,818	3,886	11,676	82,5
	0,04	3,822	3,881	11,668	77,5
	0,06	3,821	3,880	11,666	74,5
	0,08	3,820	3,877	11,654	67,5
	0,10	3,823	3,888	11,659	60,0
Zn	0,01	3,817	3,885	11,681	78,0
	0,02	3,820	3,887	11,670	67,0
	0,04	3,823	3,887	11,677	46,0
	0,06	3,830	3,886	11,680	38,0
	0,10	3,826	3,888	11,690	12,0

Monot ve arkadaşları [44] katkı maddesi olarak platin (Pt) ve seryum (Ce)'u kullanmışlardır. Bu çalışmada %2 CeO₂, %0,5 PtO₂ ve bunların karışımı adding yoluyla katılmıştır. 211 tanelerinin küçüldüğü ve kritik akım yoğunluğunun arttığı gözlenmiştir. Sıfır magnetik alanda CeO₂ ve PtO₂ katkılı numunelerde kritik akım yoğunluğu 56000 A/cm², bunların karışımının olduğu numunede ise 60000 A/cm² olduğu tesbit edilmiştir. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı PtO₂'li numunede 92 K, CeO₂'li numunede 90 K, karışımının olduğu numunede ise 91 K'dır. Bütün numunelerde geçiş aralığı 2 K'dır.

Murakami [37] de Pt, BaSnO₃, CeO₂ ve Rh katkısının 211 tanelerini küçültüğünü ve kritik akım yoğunluğunu artırdığını belirtmiştir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin, fiziksel özellikleri (yüksek kritik sıcaklık, akım yoğunluğu ve magnetik alan) ve mekanik özellikleri (uzunluk ve yoğunluk) değişik katkılar yapılarak yükseltilerebilmektedir. Gümüş (Ag) katkısının, YBCO süperiletkeninin elektriksel, yapısal ve mekanik özelliklerini üzerinde birçok etkisinin olduğu görülmüştür. Ag katkısının, kritik akım yoğunluğunu (J_c) yükselttiği konusunda kesin bir fikir birliği olmamasına rağmen [45-48], birçok çalışmada J_c 'yi yükselttiği ileri sürülmüştür [49-51]. Bu süperiletkenler, yüksek kritik sıcaklık (T_c) ile düşük normal durum ve kontak direncine sahiptirler. Ag katkısı, mekanik özellikleri de geliştirir [47, 49, 50, 52]. Ayrıca, Ag'nin tane büyümeyi ve düzenlenmesini kolaylaştırdığı bilinmektedir. Bakır (Cu) ile gümüş (Ag) periyodik tabloda aynı grupta bulunduğu için, YBCO süperiletkeninde gümüş bakırın yerine geçebilme şansına sahiptir. Yitrium (Y) ve baryumun (Ba) yerine de geçebileceğinin söylemesine rağmen, bu deneySEL sonuçlarla desteklenmemiştir [50]. YBCO süperiletkenine katılan Ag miktarı arttıkça, süperiletkenin peritektik erime sıcaklığı düşmektedir [53]. Ag, taneler arası teması sağlar ve çatlakların azalmasına da yardım eder [48].

1.13. Süperiletken Üretim Teknikleri

1.13.1. İnce Film

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin çok karmaşık kristal yapıları olduğu için, kristal büyütme işlemi kolay değildir. Fakat kristal yapısı basit olduğu için bu işlem yarıiletkenlerde daha kolaydır. İnce film hazırlama, süperiletkenlerde kristal büyütme yöntemleri hakkında önemli bilgiler verir. Örneğin buharlaştırma yöntemi bu amaç için çok kullanışlıdır. Ayrıca, ince filmler bize yeni yapıyı malzeme üretme imkanı da sağlar. Örneğin YBa₂Cu₄O₈ bileşiği ilk önce YBa₂Cu₃O₇ ince filminde gözlenmiştir [54].

İnce film, tek kristal altlık üzerine büyütme ile yapılır. Altlık SrTiO₃, LaCaO₃, LaAlO₃ veya MgO olabilir. İyi kalitede J_c değerine sahip filmler altlık yüzeyine dik c-

ekseni yönünde büyümüş olan tek kristallerden oluşur. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ve $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ süperiletkenlerinde kritik akım yoğunluğu 77 K'de 10^6 A/cm^2 'den daha fazladır [39, 55].

İnce film hazırlama yöntemlerinden bazıları şunlardır: püskürtme, moleküler demetli epitaksiyal, kimyasal buhardan çökeltme, laserle buharlaştırma, elektron tabancasıyla buharlaştırma vs... Bu yöntemlerle üretilen filmler daha sonra (genellikle $\leq 900^\circ\text{C}$) oksijen ortamında tavlanır. Son çalışmalarla, çökeltme işleminin yapıldığı ortamda aynı zamanda tavlama da yapılmaktadır. Bu durumda tavlama sıcaklığı 700°C ve aşağısıdır. İnce film yapımında, altlık ile film arasındaki etkileşimi minimuma indirgediği için tampon kullanımı da yaygındır. Tampon olarak silikon, bakır vs... kullanılmaktadır.

İnce filmlerdeki J_c değeri bulk malzemelerinkinden fazla olduğu için [39], çökeltme teknikleri gelişmiştir. İnce film süperiletkenlerin ticari kullanılabilirliğini sağlamak için şunlara dikkat edilmelidir:

- 1- Selenoid yapımında kullanılan tellerin üretimi için yumuşak, metalik, tel veya şerit şekilli altlıkların kullanılmasına ihtiyaç vardır. Kırılgan, kısa ve pahalı tek kristal süperiletken altlıklardan sakınılmalıdır. Metalik ve polikristal altlıklarla yapılan çalışmalarda yüksek J_c değerine sahip numune üretimi yapılamamıştır. Bu sorunu çözen üretim tekniği de yönlenmiş tampon kullanılarak yapılan çökeltmedir. Bu yöndeki çalışmalar devam etmektedir.
- 2- Diğer problem ise, çökeltme ile hazırlanan ince filmlerde süperiletken / altlık hacim oranının çok küçük (10^{-3} 'den az) olmasıdır. Bu da kesit alan başına düşen kritik akımın düşük olmasına sebep olmaktadır. Böyle bir sorun katmanlı olarak çökeltme yapılarak halledilebilir [39].

1.13.2. Kalın Film

Devre elemanları arasındaki bağlantıyı sağlamak için kullanılan süperiletken kalın film üretiminde, karışım tekniğini kullanışlı yapan “screen printing” yöntemi iyi sonuçlar vermiştir. Karışım, tutucu (örneğin polivinil alkol) ve çözücü içinde genellikle $5 \mu\text{m}$ 'den daha küçük çaplı olan süperiletken tozlar iyice karıştırılarak

yapılır. Karışım bir elekten geçirilerek, allığıн üzeri kaplanır. Altlık olarak Al_2O_3 , MgO , YSZ vs... kullanılır. Altlık olarak kullanılacak olan malzeme yüksek sıcaklığa dayanıklı (900°C üzeri) ve süperiletken film ile genleşme açısından uyumluluk göstermelidir. Ayrıca altlık ile film kimyasal olarak etkileşime girmemelidir. Bu yöntemle hazırlanan filmlerde, ince filmlerde olduğu gibi yönlenmeyi artırmak ve altlık ile film arasındaki etkileşimi minumuma indirmek için tampon kullanılır [55].

Kalın film ($10\text{-}100 \mu\text{m}$) üretiminde kullanılan diğer bir teknik de plasma spraying'dir. Bu teknikte süperiletken tozların akışı sıvı yerine üflenmiş gaz ile sağlanır. Gaz-toz karışımı plasma-arc'da veya alevle eritilerek altlık üzerine hızla püskürtülür. Plasma sprey kullanılarak istenilen şekilde kaplama yapılabilir ve çökeltme hızı yüksektir, $\sim 0.1\text{-}1 \mu\text{m/s}$ [56].

Kalın filmlerde asıl problem 77 K ve sıfır magnetik alanda kritik akım yoğunluğu $J_c=100\text{-}1000 \text{ A/cm}^2$ gibi düşük bir değere sahip olmalarıdır [55]. Bu değer düşük bir magnetik alanda daha da azalmaktadır. Yüksek sıcaklık süperiletken kalın filmlerde J_c değerini yükseltmek için sunlar yapılabilir:

- 1- Eritme-yönlendirme yöntemi (melt-texture processing).
- 2- Sıvı faz sinterleme: Burada altlık üzerinde erimiş malzeme epitaksiyel çekirdeklesme yöntemiyle katılaştırılır ve kristal büyütme işlemi uygulanır.
- 3- Katmanlı olarak yapılan ince film ve tampon yapısı
- 4- Sinterleme ve kurutma işlemlerinin magnetik alanda yapılması süperiletkenlerin düzenlenmesini sağlar.

Shield ve Abell [57] yaptıkları bir çalışmada $T_c=90 \text{ K}$ ve $J_c=150 \text{ A/cm}^2$ değerlerini bulmuşlardır. Bu grup numunelerini screen printing yöntemiyle hazırlamışlardır. Y_2O_3 altlık kullanarak yaptıkları filmde, tampon olarak da BaCuO_2 ve CuO karışımını kullanmışlardır.

1.13.3. Süperiletken Teller

Yüksek sıcaklık bulk süperiletkenler ticari olarak yüksek alan magnetlerde, enerji depolamada, motorlarda ve jeneratörlerde veya güç transferinde kullanılırlar.

Fakat bu alanlarda kullanılabilmeleri için tel ve şerit şeklinde olmaları gerekmektedir. Bu sorunun giderilmesi için şu üretim yöntemleri kullanılmaktadır:

1.13.3.1. Metal Kaplı Kompozit Teller

Süperiletken tellerin, ticari kullanımında, dış yüzeyin metal ile kaplanarak sağlamlaştırılmasının kompozit yapıya etkileri şunlardır:

- 1- Süperiletkenliğin bölgelik kaybı halinde (çatlak durumu) akım taşımak için paralel elektriksel iletkenlik yolu sağlar.
- 2- Süperiletkenliğin tamamen kaybını önler ve bölgelik ısınmayı minumuma indirmek için termal kararlılık sağlar.
- 3- Süperiletkenlerin üretimi ve kullanımı sırasında meydana gelebilecek zorlar karşısında kırılganlığı önleme yönünde mekanik koruma sağlar. Ayrıca kaplama yapılan bu metal havadan gelebilecek etkilere karşı süperiletkenleri korumaktadır. Çünkü $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ süperiletkeninin neme ve karbondioksite karşı duyarlılığı bilinmektedir.

Süperiletken tel üretiminde, kaplama için uygun metalin seçimi de önemlidir. $\text{Y}-\text{Ba}-\text{Cu}-\text{O}$ malzemesi ile kaplama yapılan metallerin uyumlu olması konusundaki yapılan araştırmalar göstermiştir ki, Pt ve Pd içeren metaller yüksek sıcaklık geçişini düşürürler ve süperiletkenlik özelliklerini azaltırlar. Ag ve Au ise yüksek sıcaklıkta bileşiklerle uyum içindedirler. Gümüş, kompozit tel üretiminde gerek ince tüp şeklinde duvar, gerekse ince tampon tabaka olarak kullanılabilir.

Metal kaplamalı kompozit yüksek sıcaklık süperiletken teller “tüp içinde toz” metoduyla yapılabilir. Bu metodda, önce gümüş tüp ıslık işlemle hazırlanır ve $T_c=92$ K olan öğütülmüş $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tozları tüp içinde 0,250 inch boyunda ve 0,010-0,060 inch çapında teller haline getirilir.

Bu kompozit süperiletkenlerin mikroskopik yapısı incelendiğinde, tele şekil verme esnasında süperiletken tozlarının yapısal deformasyona uğradıkları anlaşılmıştır. Bu yöntemle hazırlanan bir süperiletken tel kangal haline getirilmiş ve 900-940°C'de 10-30 saat oksijen ortamında sinterlenerek, fırın yavaş soğutulmuştur. Sinterleme işleminde oksijen kontrolü verilmiştir. Telin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı $T_c=91$

K'dır. 77 K'de ve sıfır magnetik alanda kritik akım yoğunluğu $200\text{-}1200 \text{ A/cm}^2$ bulunmuştur [55].

1.13.3.2. Metal Gövde Üzerinde Kompozit Tel

Metal kaplı kompozit tel üretime bir alternatif olarak metal gövde üzerinde süperiletken madde bulunan kompozit tel yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemde süperiletken bölge koruması bulunmamaktadır. Metal tel (20-40 mil çapında gümüş) süperiletken karışım ile kaplanır. Bu karışım %50-75 oranında $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ tozları (Maksimum 5 μm çapında) ile %25-50 oranında çözücü-sulandırılmış organik tutucudan oluşmaktadır. Bu yöntemle hazırlanan kompozit tel kangal şeklinde getirildikten sonra polimerik tutucunun yanması sağlanır. Isıtma hızı 16-40 saatte 900-950°C'ye ulaşılmış ve fırın oksijen ortamında soğutulmuştur. Bu tel, $T_c=92 \text{ K}$ geçiş sıcaklığına ve 77 K ve $H=0$ 'da $J_c=100\text{-}800 \text{ A/cm}^2$ değerine sahiptir [55].

1.13.3.3. Kaplamasız Y-Ba-Cu-O Teller

Kaplamasız $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ telleri birkaç değişik şekilde hazırlanır: örneğin, süperiletken ile sıvı polimerik malzeme karışımından tel üretimi, erimiş malzemenin dönen bir tanbur üzerine boşaltılmasıyla elde edilen tel. Bu teknikle hazırlanan numuneler %100 yoğunluğa ve $T_c=92 \text{ K}$, 77 K ve $H=0$ 'da $J_c=200\text{-}1000 \text{ A/cm}^2$ değerlerine sahiptir.

Bu tellerde en önemli problem zayıf bağlantıdır. Yani, 77 K'de nisbeten düşük J_c değerine ($H=0$ 'da $J_c \leq 2000 \text{ A/cm}^2$) sahiptirler ve sinterlenmiş malzemede olduğu gibi alana şiddetli bir şekilde bağımlıdırlar. Yüksek sıcaklık süperiletken tellerin uygulamada kullanılabilmesi için birkaç tesla alan altında en azından $10^4\text{-}10^5 \text{ A/cm}^2$ gibi J_c değerine sahip olması gerekmektedir [55].

1.13.4. Bulk Süperiletkenler

Bulk yüksek sıcaklık süperiletken üretiminde değişik yöntemler geliştirilmiştir. Bunlar içinde en yaygın sinterleme yöntemidir ve iletken yapımında birçok avantajları vardır. Bunun yanında yüksek J_c 'lı numune üretiminde etkili değildir. Sinterlenmiş malzemelerde tane sınırlarındaki zayıf bağlantının düşük J_c değerinin sebebi olduğu bilinmektedir.

Eritme yönteminin tane sınırlarındaki zayıf bağlantıyı azaltmada etkili olduğu ve 77 K'de YBCO'da yüksek J_c değerini ortaya çıkardığı gösterilmiştir [37].

1.13.4.1. Sinterlenmiş Bulk YBCO

Sinterlenmiş YBCO numunesinde yüksek T_c değeri kolayca elde edilebilirken, J_c değeri oldukça küçüktür [37]. Bu numunelerde J_c değerini belirlemeye sunlar önemlidir: homojenlik, yoğunluk, oksijen miktarı, çatlaklar ve tane sınırlarındaki temas.

Sinterlenmiş bulk YBCO bileşığının başlangıç tozlarının hazırlanması birkaç değişik şekilde olmaktadır ve bunlardan en çok kullanılan katıhal tepkime yöntemidir. Bu metodda sinterlenmiş numune yüksek safaklıtaki Y_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO tozlarından hazırlanır. Tozlar iyice karıştırılır ve 850-950°C'de 1-24 saat kalsine edilerek öğütülür. Bu işlem numunenin kalitesini artırmak için iki kezden daha fazla tekrarlanır.

Başlangıç tozları, çeşitli kimyasal teknikler kullanılarak da hazırlanabilir. Bu teknikler başlıca iki kategoriye ayrılır: birlikte çökeltme ve sol-gel teknikleri. Birlikte çökeltme yöntemi oksit ve karbonatlara başarıyla uygulanmıştır. Sol-gel yöntemli maddeler alkoooksitler, nitratlar ve hidroooksitlerden elde edilebilmektedir. Bu yöntemlerin en önemli avantajı katıhal karışımıla zor elde edilen ince ve homojen toz üretimini sağlamaktır.

YBCO numunesinde homojenliğin sağlanması için başlangıç tozları iyi şekilde karıştırılırken, yoğunluk, sinterleme sıcaklığı yükseltilerek artırılabilir. Fakat J_c değeri, sadece bulk yoğunluğu ile ilgili değildir. Tane bağlantılarını azaltan normal fazların yüksek sıcaklıkta tane sınırlarında bulunması J_c 'nin azalmasına sebep olur. Eğer uygun

büyüklükte (<1 mikron) tozlar kullanılırsa, yoğun madde elde edilir. Toz yüksek basınçta preslendikten sonra 925°C 'nin altında sinterlenebilir. Sonuçta normal fazlar olmadan da yüksek yoğunluklu numuneler elde edilebilir. Buna rağmen bu numunelerde J_c değeri yine düşüktür. Bunun sebebi ise tane sınırları boyunca olan çatlaklardır. Ayrıca yoğun numuneleri tamamen oksijenlemek de oldukça zordur. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 'de T_c tamamen oksijen miktarına bağlıdır ve oksijen eksikliği (δ) arttıkça T_c ve J_c azalır.

Bulk yoğunluğunu azaltmadan tane sınırlarındaki normal fazlardan kaçınmak için, sinterleme nisbeten düşük sıcaklıkta (925°C 'nin altında) küçük tane büyülüklü iyi toz kullanılarak yapılmalıdır. Sinterleme sıcaklığı azaltılarak, çatlaklar minimuma indirilebilir. Oksijen ortamında uzun süre tavlama, yoğun maddeye oksijen girişinde etkilidir. Buna rağmen böyle numunelerde J_c değeri, pratik uygulamalar için yeterli değildir.

1.13.4.2. Eritme Yöntemleri

1.13.4.2.1. Eritme-Yönlendirme-Büyütmeye [Melt-Textured-Growth (MTG)]

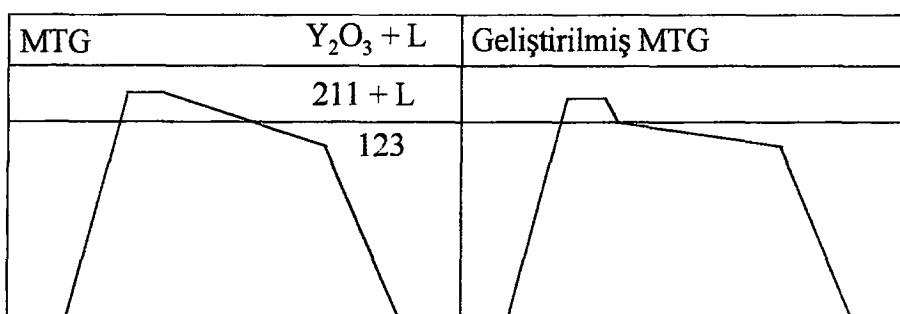
Zayıf bağlantıyı azaltmak için Jin ve arkadaşları [58] MTG yöntemini kullanmışlardır. Bu yöntemde sinterlenmiş YBCO numunesini erittiler ve ısıl gradyent ile yavaşça soğuttular. MTG yönteminde a-b düzlemi içinde tanelerin büyümesi tercih edilir. 77 K 'de sıfır alanda MTG yöntemiyle hazırlanan numunedeki J_c değeri 10^4 A/cm^2 değerini geçmektedir. Bu da tane düzenlenmesinin zayıf bağlantıyı azalttığını bir işaretir. Buna rağmen akı sabitleştirme merkezlerinin eksikliğinden dolayı J_c değeri magnetik alanda düşüktür. Magnetik alanda J_c değerini büyütmek için, pinning merkezlerinin sayısının çoğaltıması gereklidir. Bu, dikkatli bir mikroyapı kontrolünü gerektirir.

1.13.4.2.2. Geliştirilmiş Eritme-Yönlendirme-Büyütme

MTG yönteminde, yüksek derecede yönlenmiş numune elde etmek için numune peritektik sıcaklığı yavaşça soğutulur. Buna rağmen birçok durumda süperiletken fazın iletkenliği çok zayıftır. 123 fazının tane büyümesi için hem 211 hem de sıvı fazın olması gereklidir. Bu nedenle 211'in dağılımı düzenli olmadığından, 211 yoğunluğunun az olduğu bölgelerde reaksiyon sürekli olmaz. Eğer 211+L bölgesindeki numuneyi yavaşça soğutursak, süperiletken fazın zayıf iletkenliğinin sebebi olacak olan 211 taneleri büyür ve düzensiz olarak dağıılır.

211'in büyülüğünden sakınmak için birkaç grup geliştirilmiş MTG yöntemi vardır [37]. Örneğin 211'in büyülüğü, ısıtma sıcaklığını peritektik sıcaklığın hemen üzerine indirerek azaltılabilir. Buna rağmen bu teknik kullanıldığında arasında gözenekler oluşur.

Eğer numune, yüksek sıcaklıklarda uzun süre eritilir, sonra hızla peritektik sıcaklığı soğutulur, daha sonra da yavaş soğuma yapılrsa, gözeneklerin sayısı 211 sayısını azaltabilir. Böyle bir değişiklikle süperiletken fazın iletkenliği geliştirilebilir ve 123 fazı içinde yayılmış 211 bölgelerinin büyülüğu 1-5 mikron mertebesine azaltılabilir. MTG ve geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimini Şekil 10'da verilmiştir.



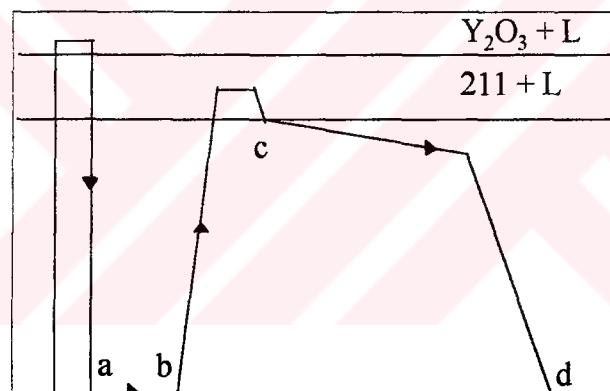
Şekil 10. MTG ve geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimi [37].

Monot ve arkadaşları [59], geliştirilmiş MTG yöntemini kullanarak yaptıkları çalışmada, küçük taneli 123 başlangıç malzemesi kullanarak küçük ve küresel şekilli olan 211 tanelerinin yapı içindeki sayısını çoğaltmışlardır.

1.13.4.2.3. Hızlı Soğutma-Eritme-Büyüütme [Quench-Melt Growth (QMG)]

Eritme yönteminin en önemli noktası, peritektik sıcaklığın üzerindeki mikroyapının kontrolüdür. Bu sıcaklıkta sıvı içinde küçük 211 parçacıklarının bulunması istenir.

211+L bölgесine ulaşmak için iki yaklaşılık vardır. Bunlardan biri MTG yönteminde olduğu gibi 123'ün ayrışması, diğer ise Y_2O_3 'ün reaksiyonudur. Şekil 11 QMG yönteminin şematik gösterimidir.



Şekil 11. QMG yönteminin şematik gösterimi [37].

Bu yöntemde, önce sinterlenmiş numune veya kalsine edilmiş tozlar $\text{Y}_2\text{O}_3+\text{L}$ bölgесine kadar ıstırılır ve soğuk bir bakır plaka kullanarak hızlı soğutulur. Burada numune Y_2O_3 parçacıklarından ve katılmış sıvı fazdan (baryum bakır oksit ve amorf fazlar) oluşur.

Hızlı soğutulmuş plakalar daha sonra 211+L bölgесine ıstırılır. Burada Y_2O_3 , 211 fazını oluşturmak için sıvı fazla reaksiyona girer. 211 fazı Y_2O_3 'den oluştuğu için, Y_2O_3 dağılımının kontrol edilmesi 211 fazının dağılımını sağlar. Bu sıcaklıkta,

numune uzun süre tutulmalıdır, çünkü 211 fazı büyük taneler haline gelecektir. Fakat, çok kısa tutulursa da bu kez son yapıda gözenekler meydana gelecektir. Bunun için numune uygun bir süre bekletildikten sonra soğutulur.

MTG yönteminde olduğu gibi bu yöntem de sonradan geliştirilmiştir. Geliştirilmiş QMG yönteminde, numune 211+L bölgesinde uygun bir zaman tutulduktan sonra, peritektik sıcaklığın hemen üstüne hızlıca soğutulur ve sonra yavaş soğutulur. Oleynikov ve arkadaşları [60] bu hızlı soğutmanın J_c değerini artırdığını göstermişlerdir. QMG yöntemiyle hazırlanan numunelerde kritik akım yoğunluğu (J_c) 1 T alanda 77 K'de 10^4 A/cm²'den daha yüksektir [61].

1.13.4.2.4. Eritme-Toz-Eritme-Büyütmeye

[Melt-Powder-Melt-Growth (MPMG)]

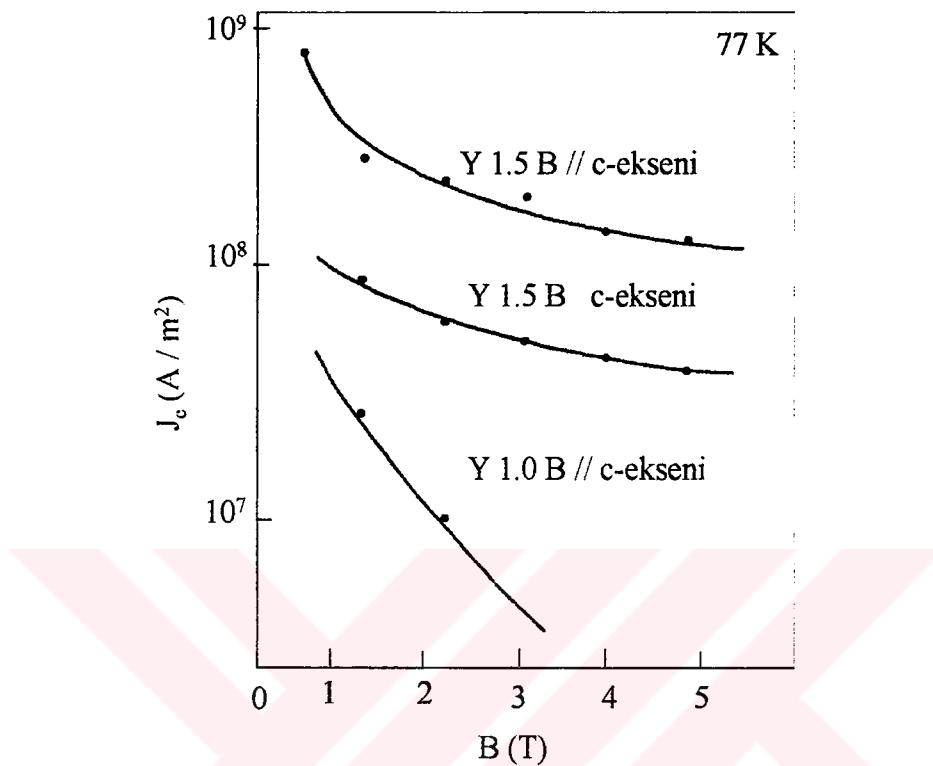
MPMG yönteminde, QMG yönteminden farklı olarak, hızlı soğutma işleminden sonra, plakalar ince toz haline getirilip iyice karıştırılır. Bu yöntemle Y_2O_3 karışım içine düzenli bir şekilde dağıtilır. Tozlar istenilen şekele getirilerek 211+L sıcaklığına ısınılır. QMG yönteminde olduğu gibi, bu sıcaklıkta bir müddet tutulur ve hızlıca peritektik sıcaklığın üstüne soğutulur. Daha sonra ise yavaş soğutulur.

Murakami ve arkadaşları [20], MPMG yöntemiyle hazırlanan numunede 211 parçacıklarının J_c ile ilgili olduklarını göstermişlerdir. Çünkü numunede süperiletken olmayan fazlar pinning merkezleri olarak görev yapmaktadır. Bu grup kritik akım yoğunluğunu magnetizasyon eğrilerinden critical state modeline göre hesaplamışlardır. Şekil 12 yitriyum miktarının değişimine göre değişik alanlarda kritik akım yoğunluğunu göstermektedir.

1.13.4.2.5. Ark-Döküm [Arc-Casting]

Yanmaz ve arkadaşları [62], yaptıkları bir çalışmada arc-casting yöntemiyle numune üretmişlerdir. Bu yöntemde, diğer yöntemlerde olduğu gibi Y_2O_3 , BaCO_3 ve CuO tozları karıştırılarak kalsine edilir. Kalsine edilen tozlar tablet haline getirilerek

tükenmeyen tungsten elektrod ark fırını içinde eritilir. Eriyik, çubuk şeklindeki su ile soğutulan, bakır kalıba dökülür.

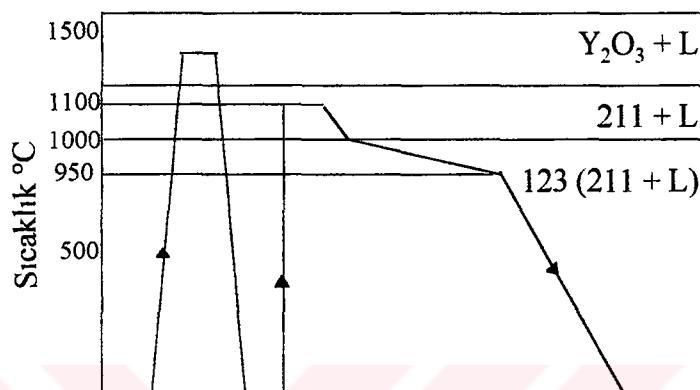


Şekil 12. MPMG yöntemine göre hazırlanmış 211'li YBaCuO ve 211'siz YBaCuO numunesinin magnetik alana göre J_c değerinin değişimi [20].

Elde edilen numunelerin yoğunluğu $5,24 \text{ gr/cm}^3$ olarak bulunmuştur. Bu değer, 123 fazının teorik yoğunluğu olan $6,42 \text{ gr/cm}^3$ 'ün %82'sini oluşturmaktadır. Numune 950°C 'de 80 saat oksijen ortamında tavlandığında ise yoğunluk %93'e ulaşmaktadır.

Yanmaz ve arkadaşları [63], daha sonra bu metodu bir miktar değiştirmiştirlerdir. Bu kez arc-casting ile üretilen numuneyi eriterek büyütme işlemeye tabi tutmuşlardır. Geliştirilen bu yönteme arc-quench-powder-growth (AQPG) adı verilmiştir. Arc-casting yapılan malzeme toz haline getirilip öğütüldükten sonra tablet olarak hazırlanmıştır. Numune 1100°C 'de 20 dakika bekletilmiş ve 100°C/saat hızla 1000°C 'ye soğutulmuştur. Sonra numune 1°C/saat hızla 950°C 'ye, 950°C 'den sonra ise fırın kendiliğinden soğumaya bırakılmıştır. AQPG yönteminin şematik gösterimi

Şekil 13'de verilmiştir. Numune daha sonra 600°C 'de 1 saat oksijen ortamında tavlanmıştır. Tavlanan numunenin VSM (vibrating sample magnetometer) kullanılarak elde edilen magnetizasyon eğrilerinden hesaplanan J_c değerleri 1 T alan altında $4,2\text{ K}$, 50 K ve 77 K 'de sırasıyla $1,2 \times 10^5\text{ A/cm}^2$, $2 \times 10^4\text{ A/cm}^2$, $5 \times 10^3\text{ A/cm}^2$ değerleri bulunmuştur.

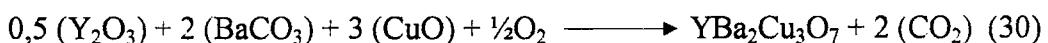


Şekil 13. AQPG yönteminin şematik gösterimi [63].

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Bileşiğinin Hazırlanması

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ bileşliğini oluşturmak için stokiyometrik oranlarda Y_2O_3 , BaCO_3 ve CuO tozları tartıldı ve karıştırıldı. Toz bileşiklerin miktarları aşağıdaki kimyasal tepkime yardımıyla hesaplandı.



Kullanılan tozların molekül ağırlıkları, saflik dereceleri ve 70 gr için miktarları Çizelge 5'de verildi. Tozların tartım işlemi 4 digitli (0.0001) Sartorius marka elektronik terazide yapıldı.

Çizelge 5. Başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler ve miktarları

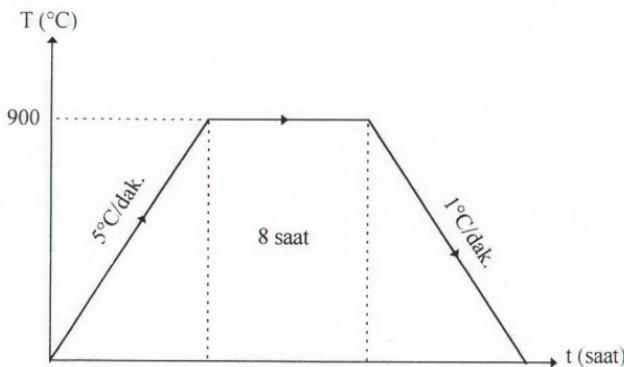
Tozun Adı	Sembolü	Saflik Derecesi (%)	Molekül Ağırlığı (a.u)	Bileşik Miktarı (gr)
Yitriyum oksit	Y_2O_3	99.99	225.81	10.5911
Baryum karbonat	BaCO_3	98	197.35	37.0250
Bakır oksit	CuO	98	79.54	22.3838

Uygun miktarlarda tartılan Y_2O_3 , BaCO_3 ve CuO başlangıç tozları akik taşından yapılmış havan içerisinde kondu ve Retsch marka öğütme aletinde 1 saat öğütüldü. Bu öğütmenin amacı homojen bir karışım elde etmektir. Öğütmeden sonra elde edilen karışım alümina (Al_2O_3) pota içerisinde konarak Şekil 14'te görülen Euroterm kontrollü Lenton fırın içerisinde kalsinasyon işlemi için yerleştirildi. Kalsinasyon ilk reaksiyon anlamına gelir ve ikili ve üçlü fazların meydana gelmesi için uygulanır. Fırın 5°C/dak .

hızla 900°C 'ye kadar ısıtıldı ve bu sıcaklıkta toz karışım 8 saat süre ile hava ortamında bekletildi. İlk 4 saat geçtikten sonra pota fırından alındı ve soğutuldu. Külçeleşen malzeme havan tokmağı ile toz haline getirilerek, 15 dakika öğütme aletinde ara öğütme işlemi yapıldı ve tekrar fırına yerleştirildi. Bu ara öğütmenin amacı homojenliği artırmaktır. 8 saatlik süre sonunda fırın $1^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu (Şekil 15). Kalsinasyon sonunda tamamen yeşil renkli olan ve külçeleşen toz, havanda tekrar toz haline getirildi. Homojenliği artırmak için toz, öğütme aletinde 1 saat süreyle tekrar öğütüldü.



Şekil 14. Euroterm kontrollü Lenton fırın



Şekil 15. Toz karışımının kalsinasyon işlemi

Katıhal tepkime, birlikte çökeltme ve sol-gel teknigi gibi standart süperiletken hazırlama tekniklerinde gözeneklilik, kirli tane sınırları, düzensiz olarak yayılmış sabitleştirme (pinning) merkezleri, potadan ileri gelen kirlilik ve süperiletken taneler arasındaki zayıf bağlantı gibi bazı yaygın dezavantajlar vardır. Bunların varlığı durumunda numunelerin kritik akım yoğunlukları düşük olmaktadır. Hazırlama sırasında bu istenmeyen problemlerden eritme yöntemi kullanılarak bir derece kaçınılmabilir.

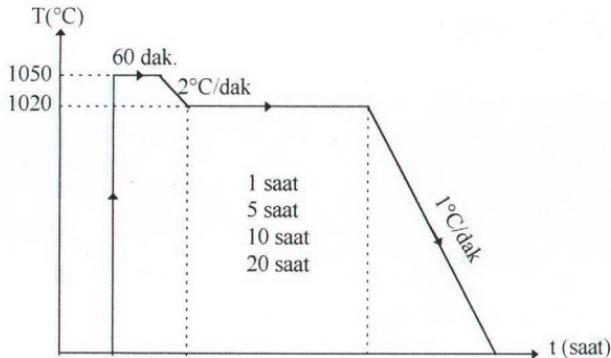
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ süperiletkenlerinin erime sıcaklığı 1435°C olarak tesbit edilmiştir [37]. Bu sıcaklıkta kullanılan bütün eritme potalarından (platin pota hariç) kompozisyon içeresine yabancı atomlar difüzyon olmakta ve başlangıç kompozisyonunun stokiyometrik değeri değişmektedir. Bunun sonucunda süperiletken üretilmemektedir. Bu problemi ortadan kaldırmak için, bu çalışmada Eritme-Hızlı Soğutma-Bütütme (FQMG) yöntemi kullanıldı. Kalsinasyon sonunda elde edilen tozlar Perkin-Elmer marka presleme aleti kullanılarak 13 mm çapında ve ~ 2 mm kalınlığında tabletler haline getirildi. Tabletler 300 MPa basınç altında preslendi. Bu tabletler birer birer Al_2O_3 plaka üzerinde $\text{LPG}+\text{O}_2$ alevi kullanılarak eritildi. Plaka ile numune arasındaki reaksiyonu azaltmak için alev numunenin yüzeyine doğrudan tutuldu ve erime 30 sn gibi kısa bir zamanda gerçekleştirildi. Eritilmiş numuneler bir

bakır plaka üzerine dökündü ve erime esnasındaki faz durumunu korumak için diğer bir bakır plaka ile sandviç edildi. Kedi bıyığına benzeyen bu plakalar, ince tozlar elde etmek için 30 dakika tekrar öğütüldü. Öğütülen tozlar sarımtırak renkte idi.

4 gr ağırlığındaki tozlar 300 MPa basınç altında 1 dakika beklenerek 13 mm çapında tabletler haline getirildi. Elde edilen tabletler, 1040, 1050, 1060, 1070 ve 1100°C gibi sıcaklıklara önceden ısıtılmış fırına yerleştirildi. Euroterm kontrollü Lenton marka bir tüp fırın kullanıldı (Şekil 16). Şekil 17, uygulanan ısıl işlem şemasını göstermektedir. Numune bu sıcaklıkta 60 dakika bekletildi ve 2°C/dak. hızla 30°C soğutuldu. Büyüme sıcaklığı olan bu sıcaklıkta numunelerimiz 1, 5, 10 ve 20 saat bekletildi. Daha sonra fırın 1°C/dak. hızla oda sıcaklığına soğutuldu. Sıcaklık 650°C'de iken 1 saat süreyle oksijen verildi ve oksijen ortamında soğumaya devam edildi. Sırasıyla 1100, 1070, 1060, 1050 ve 1040°C sıcaklıklı numuneleri A_n, B_n, C_n, D_n ve E_n kodları ile isimlendirdik. Burada alt indis olarak gösterilen "n", büyümeye süresini temsil etmektedir. Bu şekildeki gösterimde A₁₀'un anlamı şudur: 1100°C'de numune fırına doğrudan kondu ve bu sıcaklıkta 60 dakika bekletildi. 2°C/dak. hızla 1070°C'ye soğutuldu ve 1070°C'de 10 saat tutuldu. Daha sonra 1°C/dak. hızla oda sıcaklığına soğutuldu.



Şekil 16. Euroterm kontrollü Lenton marka tüp fırın



Şekil 17. Isıl işlemin şematik gösterimi

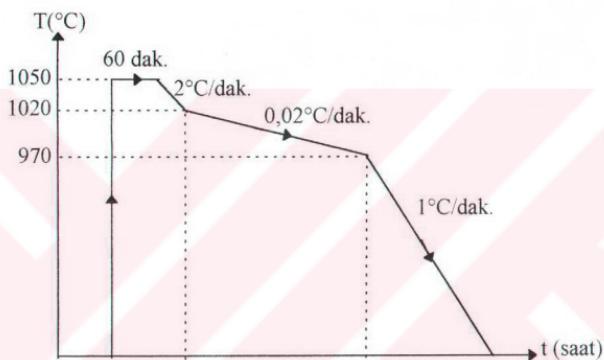
2.2. Ag Katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Bileşığının Hazırlanması

Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bileşğini elde etmek için, $\text{LPG} + \text{O}_2$ alevi kullanılarak eritilip hızlı soğutulan malzeme öğütüldükten sonra 4'er gram tozdan oluşan 6 gruba ayrıldı. Bu gruplara %5, 10, 15, 20, 25 ve 30 molar oranlarında Ag_2O eklendi ve iyice karıştırıldı. Katılan Ag_2O miktarları Çizelge 6'da verildi.

Çizelge 6. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bileşığıne katılan Ag_2O miktarları

Ag ₂ O (%)	Ag ₂ O (gr)
5	0,0693
10	0,1385
15	0,2097
20	0,2772
25	0,3465
30	0,4158

Ag katkılı tozlar 300 MPa basınç altında 1 dakika beklenerek 13 mm çapında tabletler haline getirildi. Elde edilen tabletler önceden 1050°C'ye ısıtılmış tüp fırına yerleştirildi. Isı işlem şeması Şekil 18'de görülmektedir. Numune bu sıcaklıkta 60 dakika bekletildi ve 2°C/dak. hızla 1020°C'ye soğutuldu. Bu sıcaklıkta beklemeden 0,02°C/dak. hızla 970°C'ye soğutuldu. Daha sonra fırın 1°C/dak. hızla oda sıcaklığına soğutuldu. Son olarak numuneler 650°C'de oksijen ortamında 5 saat bekletildi ve sonra 1°C/dak. hızla oksijen ortamında oda sıcaklığına soğutuldu.



Şekil 18. Ag katkılı numunelere uygulanan ısı işlemin şematik gösterimi

2.3. Yapısal Analiz

2.3.1. X-Işınları Kırınımı Analizi

X-işınları kırınım desenleri Rikagu D/Max III C difraktometresinde (Şekil 19) CuK α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$, 40 kV, 30 mA) ışınımı kullanılarak elde edildi. Ölçümler oda sıcaklığında $20^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$ aralığında, $3^\circ/\text{dak.}$ tarama hızında ve $0,02^\circ$ örneklemme aralığında yapıldı.

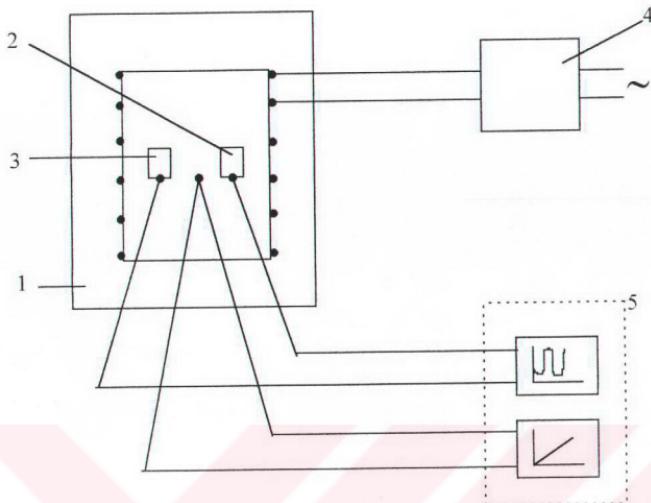


Şekil 19. Rikagu D/Max III C difraktometresi

X-işınları kırınımı ölçümleri yapılmadan önce numunelerin yüzeyleri 1200 μm 'lik SiC zımpara kağıdı kullanılarak kabaca alındı ve alkolle temizlendi.

2.3.2. Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

Numunelerin erime noktalarının tayini ve bazı yapısal özelliklerinin gözlenmesi için Netzsch marka DTA aleti kullanıldı. Ölçüm yapılacak numune toz halinde DTA aletinin küçük alüminya (Al_2O_3) potalarından birine konuldu. Referans numunesi olarak diğer potaya Al_2O_3 tozu konuldu. Şekil 20'de Netzsch marka DTA aletinin şematik gösterimi verilmektedir. Fırın oda sıcaklığından 1000°C 'ye kadar $5^\circ\text{C}/\text{dak}$. hızla hava ortamında ısıtıldı. Bu sürede ΔT sıcaklık değişimi, sıcaklığın fonksiyonu olarak çizildi. Termoçift olarak Pt - Pt / Rh%10 kullanıldı.



Şekil 20. DTA aletinin şematik olarak görünümü (1) fırın, (2) ölçülecek malzemenin, (3) standart malzemenin konacağı potalar ve termoçiftler, (4) fırın termoçifti tarafından kontrol edilen regülatör, (5) kayıt edici

2.3.3. Metalografik Analiz

Numunelerin parlatma işlemi yapılmadan önce yüzeyleri $1200 \mu\text{m}$ 'lık SiC zımpara kağıdı kullanılarak kabaca alındı ve alkolle temizlendi. Daha sonra parlatma bezi üzerine $2\mu\text{m}$ 'lık elmas parlatma kremi sürülperek, numuneler Logitech PM2 marka otomatik parlatma aletine yerleştirildi (Şekil 21). Kesin sonuç elde edilinceye kadar alet çalıştırıldı. Parlatma işlemi tamamlandıktan sonra numunelerin yüzeyleri alkol ile temizlendi. Parlatılmış numunelerin yüzey resimleri polarize ışık altında optik mikroskop kullanılarak çekildi.

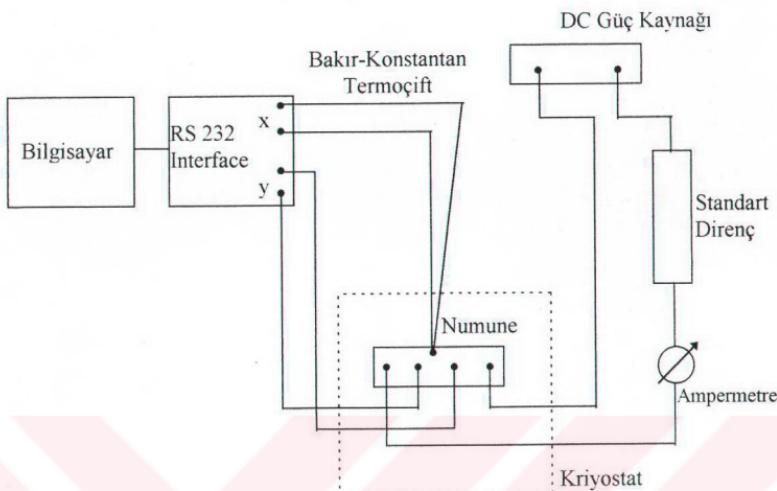


Şekil 21. Logitech PM2 marka otomatik parlatma aleti

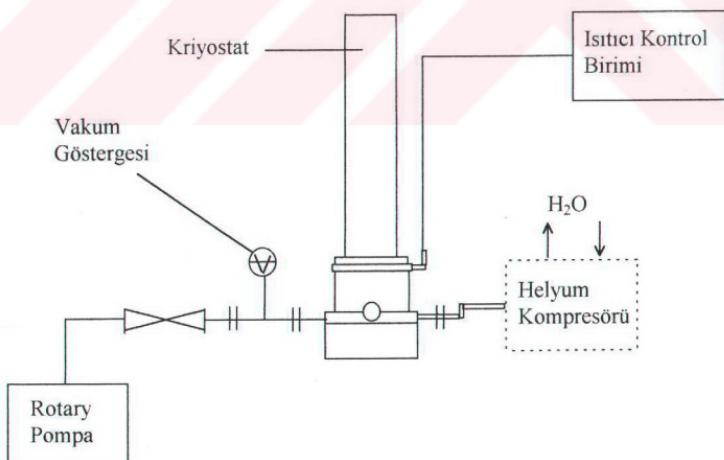
2.4. Fiziksel Analiz

2.4.1. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

Üretilen numunelerin elektriksel özdirenç ölçümleri, standart dört nokta yöntemi (Şekil 22) kullanılarak, Leybold-Heraeus marka kriyostatta (Şekil 23) 50-300 K sıcaklık aralığından yapıldı.



Şekil 22. Standart dört nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği



Şekil 23. Leybold-Heraeus HR1 model kriyostat ve ek birimleri

Dikdörtgen bar şeklinde kesilen numunelere, yüksek iletkenliğe sahip gümüş pastası kullanılarak, bakır tellerle dört adet kontak yapıldı. Ölçüm hatalarını en aza indirebilme için kontaklar arasındaki mesafenin eşit olmasına dikkat edildi. Numune üzerindeki dış iki kontak akım uçları, içteki iki kontak ise gerilim uçları olarak kullanıldı. Numune kriyostat içerisine yerleştirilerek, dış uçlardan birinin üzerine iletken gümüş pasta ile bakır-konstantan (%45 Cu - %55 Ni) termoçift yapıtırlıdı. Termoçiftin referans noktası, su+buz karışımında tutuldu.

Numunenin dış uçlarındaki kontaklardan 15 mA'lık sabit akım geçecek şekilde güç kaynağı ayarlandı. Fakat bu değer Ag katkılı numunelerde 40 mA idi. Daha sonra bir "rotary" pompa yardımıyla sistem vakumlandı. Vakum $3,5 \times 10^{-2}$ mbar değerine ulaşlığında helyum pompası çalıştırılarak sistem soğutulmaya başlandı. Soğutma işlemi, sıcaklık 50 K oluncaya kadar devam etti. Daha sonra sistem, kontrollü bir şekilde ısıtılmaya başlandı ve dirençteki değişim sıcaklığın fonksiyonu olarak interface bağlantısı ile bilgisayara aktarıldı.

Özdirenç

$$\rho = \frac{V}{I} \frac{A}{\ell} \quad (31)$$

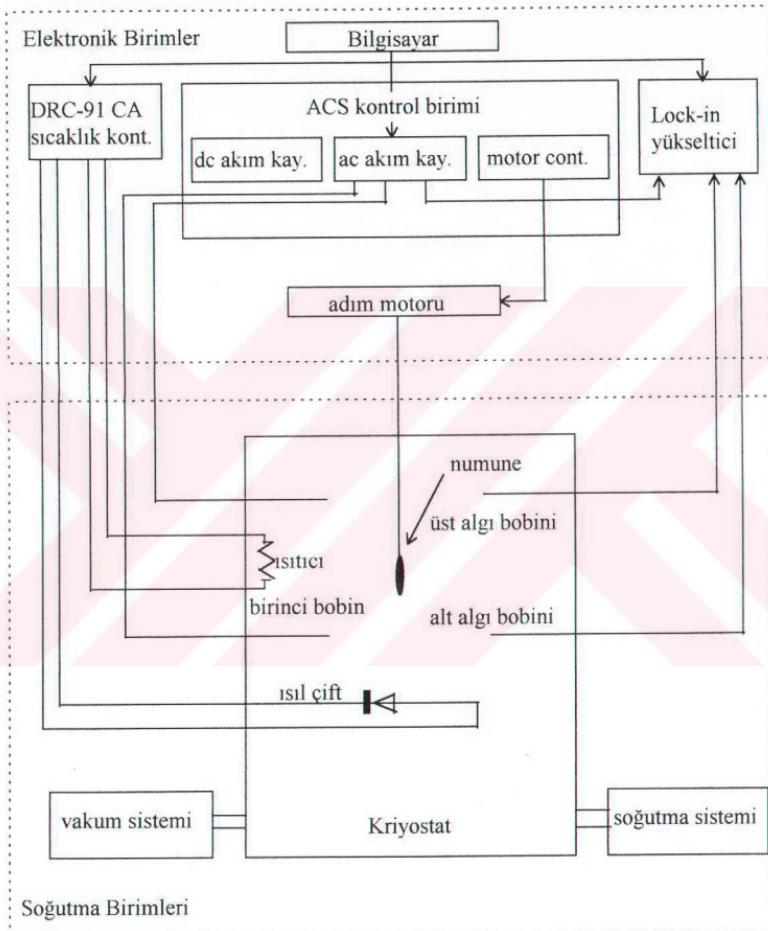
bağıntısıyla hesaplandı. Burada V gerilim, I akım, A numunenin kesit alanı ve ℓ ise numunenin iç kontakları arasındaki mesafedir.

Maksimum akı şiddeti 1 T olan Walker MG-2A model (çıkış 100 V, 50 A) elektromagnit yardımıyla, numunenin dış magnetik alan içinde elektriksel özdirençleri ölçüldü. Magnetik alan, ticari bir akı ölçer (fluxmeter) ile belirlendi.

2.4.2. Magnetik Alınganlık Ölçümleri

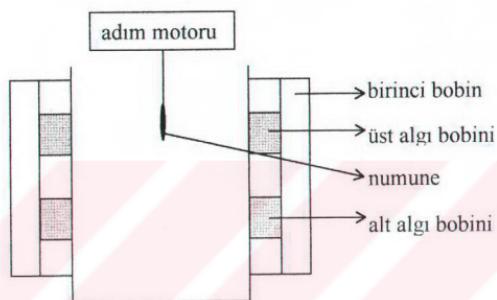
AC magnetik alınganlık ölçümleri, Lake Shore 7130 AC Susceptometer sistemi kullanılarak yapılmıştır. Bu sistem, karşılıklı induktans ölçüm yöntemiyle magnetik alınganlık ölçen bir sistemdir. Magnetik alınganlığın gerçel (real) ve sanal (imaginer) kısımlarını; sıcaklığın, uygulanan AC alanın genliğinin ve frekansının fonksiyonu

olarak ölçülebilcek şekilde tasarlanmıştır. Sıvı helyuma ihtiyaç duyulmadan kapalı devre bir soğutma sistemi ile 15-330 K arasında sıcaklık kontrolü sağlanabilmektedir (Şekil 24).



Şekil 24. 7130 AC alınganlık ölçüm sisteminin blok şeması

Ölçüm tekniği, karşılıklı induktans teknigine dayanır. Eş eksenli iç içe geçmiş bobin sistemi; sürücü kuvveti uygulamaya yarayan birincil bobin ve induklenen akımı algılamaya yarayan ikincil bobinden oluşur. Sadece numuneden kaynaklanan induklenmiş gerilimin okunabilmesi için, ikincil bobin birbirlerine göre ters bağlanmış iki özdeş bobinden oluşmuştur (Şekil 25).



Şekil 25. Bobin sistemi

Her ölçümde numune adım motoru sayesinde üst algı bobinin merkezi ile alt algı bobinin merkezi arasında hareket ettirilerek buralarda gerilimlerin okunmasına imkan verir. Her iki bobinden okunan gerilimler sırasıyla;

$$\begin{aligned} V_1 &= V + V_0 \\ V_2 &= -V + V_0 \end{aligned} \quad (32)$$

şeklindedir. Burada V numunenin oluşturduğu akı değişiminden kaynaklanan gerilimi, V_0 ise sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi göstermektedir. Numunenin yarattığı akı değişiminden kaynaklanan gerilim ise

$$V = \frac{V_1 - V_2}{2} \quad (33)$$

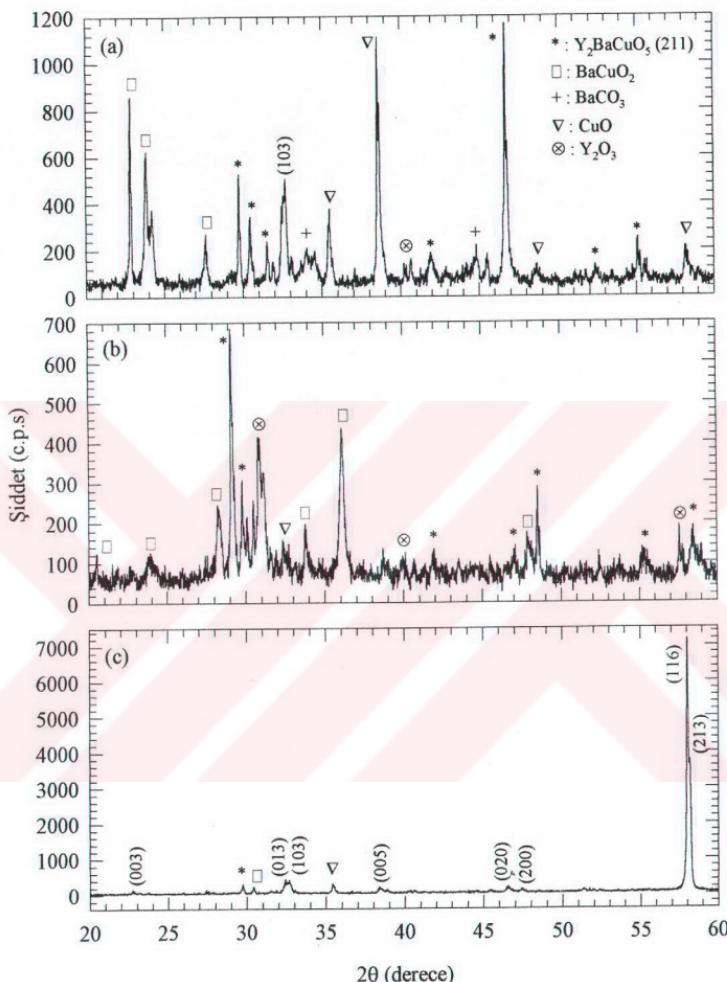
bağıntısından bulunur.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Kristal Büyütmede Kullanılan YBCO Malzemesinin Yapısal Özellikleri

3.1.1. X-Işını Kırınım Desenleri

Şekil 26(a) ve (b), 900°C'de 8 saat kalsine edilmiş toz ile eritilip-hızlı soğutulmuş tozun 20 = 20-60° aralığındaki x-işını kırinim desenini göstermektedir. Kalsine edilmiş olan malzeme Şekil 26(a)'da görüldüğü gibi ikili ve üçlü fazlardan (Y_2BaCuO_5 (211), BaCuO_2 , BaCO_3 , Y_2O_3 , CuO) oluşmaktadır. Bu da süperiletken yapının henüz oluşmadığını göstermektedir. Eritme-hızlı soğutma işleminden sonra elde edilen malzeme de kalsine edilmiş toz gibi ikili ve üçlü fazlardan oluşmaktadır (Şekil 26(b)). BaCO_3 'ün erime sıcaklığı 1250°C olduğundan, Şekil 26(a)'da bulunurken 1500°C civarında yapılan eritme-hızlı soğutma işleminden sonra görülmemiştir (Şekil 26(b)). Ayrıca şekilden, Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye metodu (FQMG) kullanılarak 1200°C'nin üzerindeki Y_2O_3 +sıvı faz alanına girmenin kolay olduğu görülmektedir. Eritme yöntemiyle elde edilen süperiletken malzemede Y_2BaCuO_5 (211) fazının, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (123) fazı içerisinde homojen olarak dağılmış olması beklenmektedir [20, 37]. Bunun için de eritilip-hızlı soğutulmuş malzemede Y_2O_3 parçacıklarının homojen olarak dağılması gerekmektedir. Şekil 26(b)'de 211 fazının varlığı, bu fazın olmasını önlemek için katılışma hızının yeterli olmadığını göstermektedir. Şekil 26(c), D_{10} numunesinin bulk yüzeyinden alınan x-işını kırinim desenini göstermektedir. Bu kırinim deseninde (003), (013), (103), (005), (020), (200), (116), (213) pikleri $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ dan ileri gelmektedir. Ayrıca az miktarda ikinci faz (Y_2BaCuO_5 (211), BaCuO_2 , CuO) da bulunmaktadır. Piklerin şiddetine bakılarak, büyütme işleminden sonra, yönlenmenin hangi doğrultuda olduğu tesbit edilebilir.



Şekil 26. X-Işını kırınım desenleri: (a) 900°C'de 8 saat kalsine edilmiş $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ tozu, (b) Eritilip-hızlı soğutulmuş $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ ve (c) 1050°C'de 10 saat süreyle büyütme işlemi uygulanmış $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numuneleri

3.1.2. DTA Ölçümleri

Eritilmiş-hızlı soğutulmuş malzemenin katıhal faz geçişini belirlemek için DTA analizi yapıldı ve katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan malzemenin DTA sonucu ile karşılaştırıldı. Şekil 27(a), katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan malzemenin, Şekil 27(b) ise eritilmiş-hızlı soğutulmuş malzemenin DTA sonucunu göstermektedir. Şekil 27(a)'da 960°C'ye kadar olan ısıl işlemde belirgin bir katıhal faz geçişinin olmadığı görülmektedir. Fakat 450°C'de gözlenen endotermik pik, YBCO sistemindeki oksijen soğrulmasına atfedilebilir. 964°C'deki endotermik pik ise kısmi erime noktasını göstermektedir [20, 63-65]. Bu sonucun katıhal tepkime metodu ile hazırlanan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunesinin tavlama sıcaklığı (950°C) ile iyi bir uyum içerisinde olduğu söylenebilir.

Eritilmiş-hızlı soğutulmuş malzemenin DTA sonucu (Şekil 27(b)) çeşitli pikler içermektedir. 266°C ve 400°C arasındaki değişim, küçük bir miktar olan, cam (amorf) yapıdan kristalik yapıya olan faz geçişine atfedilebilir. X-Işını kırınım deseni sonucunun (Şekil 26(b)) incelenmesinde, amorf yapının tipik bir özelliği olan küçük bir tepe 2θ , 30° civarında görülmektedir. Bu, eritilmiş-hızlı soğutulmuş YBCO (123) numunesinin amorf + kristalik yapıda olduğu sonucunu göstermektedir. 950°C'ye kadar olan diğer pikler katıhal faz geçisi ve yüksek sıcaklık (T_c) faz düzenlenmesi ile ilgilidir. Malzeme 990°C civarında 211+sıvı fazına ayışmaya başlar. Bu sıcaklık, peritektik sıcaklık sınırı içerisinde bulunduğuundan YBCO için kristal büyütmenin bu sıcaklık civarında yapılabileceği sonucunu ortaya çıkarmaktadır [20, 63, 64].

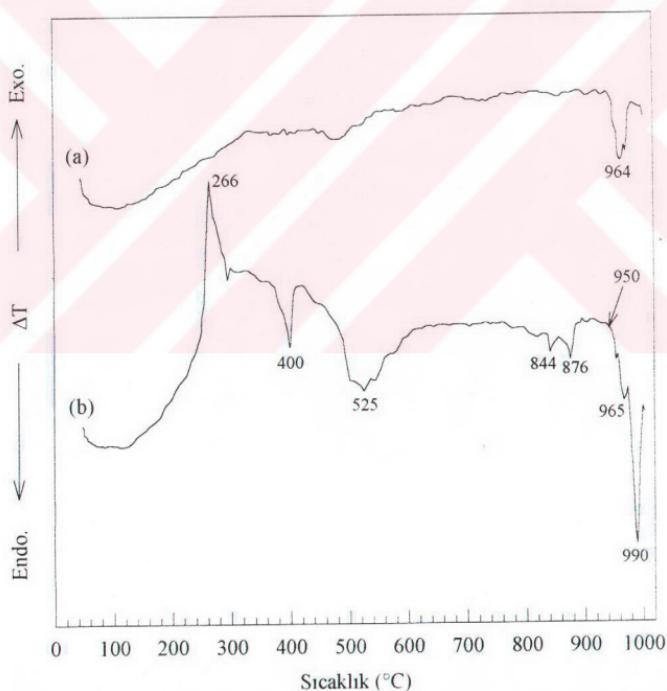
3.2. YBCO Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri

3.2.1. X-Işını Kırınım Desenleri

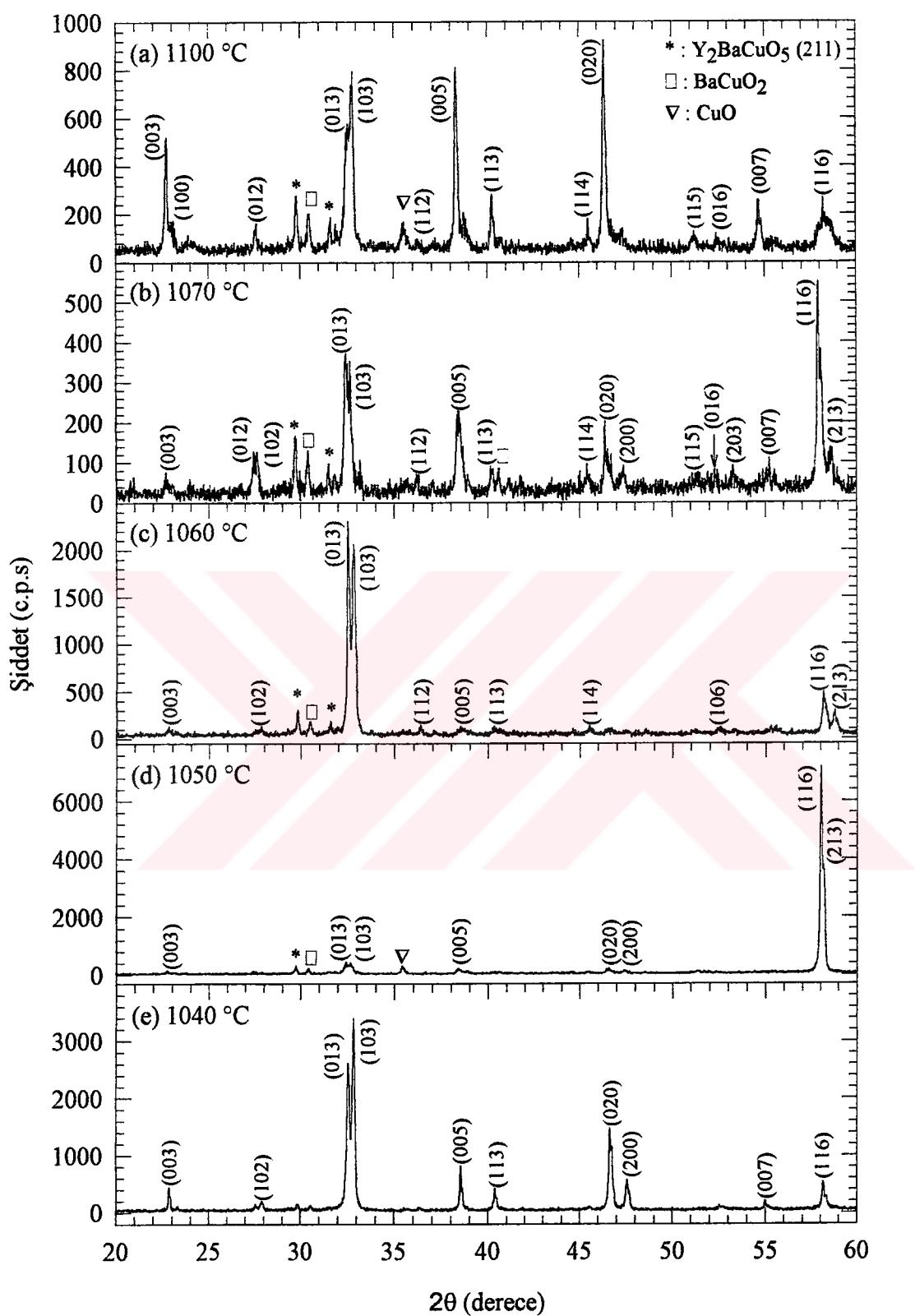
3.2.1.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Süperiletkenlerinin X-Işını Kırınım Desenleri

Şekil 28, farklı sıcaklıklarda 10 saat büyütülen numunelerin $2\theta = 20-60^\circ$ aralığındaki x-işını kırınım desenlerini göstermektedir. Numuneler önceden ısıtılmış

fırına 1100, 1070, 1060, 1050 ve 1040°C'de yerleştirildiler ve 60 dakika bekletildiler. Daha sonra 2°C/dak. hızla 30°C soğutuldular ve bu sıcaklıkta 10 saat süreyle kristal büyütme işlemine tabi tutuldular. Bu numunelerin isimleri sırayla A₁₀, B₁₀, C₁₀, D₁₀ ve E₁₀'dur. Kırımlı desenlerindeki (003), (100), (012), (102), (013), (103), (112), (005), (113), (114), (020), (200), (115), (016), (203), (007), (116) ve (213) ana pikleri YBa₂Cu₃O_{7-x} bileşigine aittir. 20, 29° ve 32° civarında ikinci faz olarak Y₂BaCuO₅ (211) ve BaCuO₂ gözlendi. Ayrıca CuO pikinin 20, 35,5° civarında olduğu görülebilir. İkinci faz miktarı büyümeye sıcaklığı 1070°C ve 1100°C iken artmıştır. Bu da kristal büyütme için bu sıcaklıkların fazla geldiğini gösterir.



Şekil 27. (a) Katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan, (b) Etilip-hızlı soğutulmuş YBa₂Cu₃O_{7-x} malzemelerinden 1000°C'ye kadar alınan DTA sonuçları



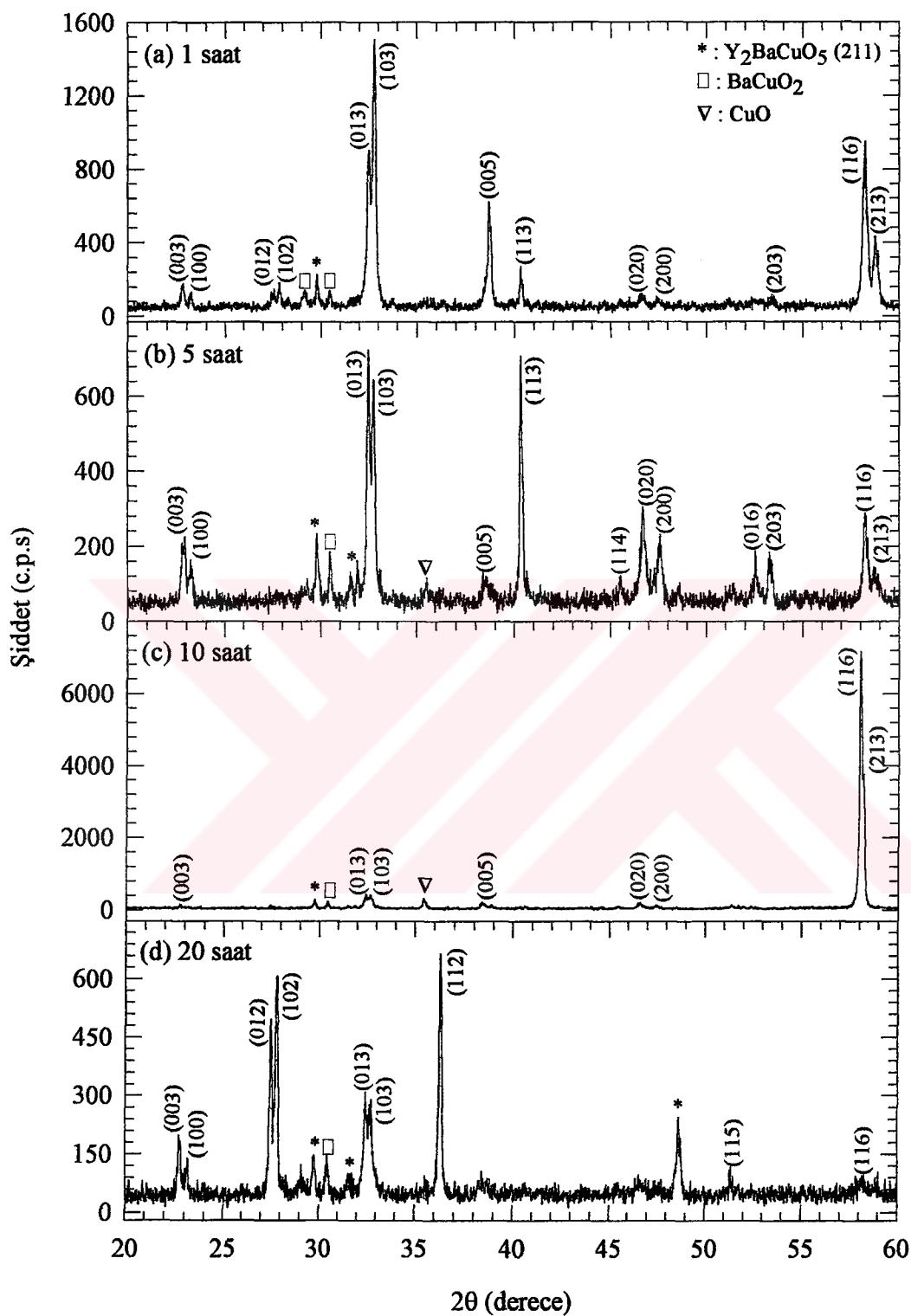
Şekil 28. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin x-ışını kırınım desenleri: (a) A_{10} , (b) B_{10} , (c) C_{10} , (d) D_{10} , (e) E_{10}

YBCO sisteminde yapının ortorombik veya tetragonal olduğunu anlamak için (013), (103), (020), (200), (116) ve (213) piklerinin şiddetlerine bakılır [65]. A₁₀, B₁₀, C₁₀, D₁₀ ve E₁₀ numunelerinin kırınım desenlerinde 2θ, 32° civarında bulunan (013) ve (103) pikleri incelendiğinde B₁₀, C₁₀ ve D₁₀ numunelerinin tetragonal yapıda olabileceği görülmektedir. Fakat sadece bu iki pik ile yetinmeyip (020), (200), (116) ve (213) pikleri de incelenirse yapının ortorombik olduğu görülür. 1050°C'de büyüyen numunenin x-ışını kırınım deseninde (Şekil 28(d)) 2θ, 58° civarında büyük bir pik gözlenmiştir. Bu (116) pikinin varlığı, tanelerin a-b düzleminde büyütüğünü (texturing) ve bu düzlemlerin c-ekseni boyunca yönlendigini göstermektedir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerde düzenlenmenin ve yönlenmenin akım taşıma kapasitesini (J_c) yükselttiği bilinmektedir [37].

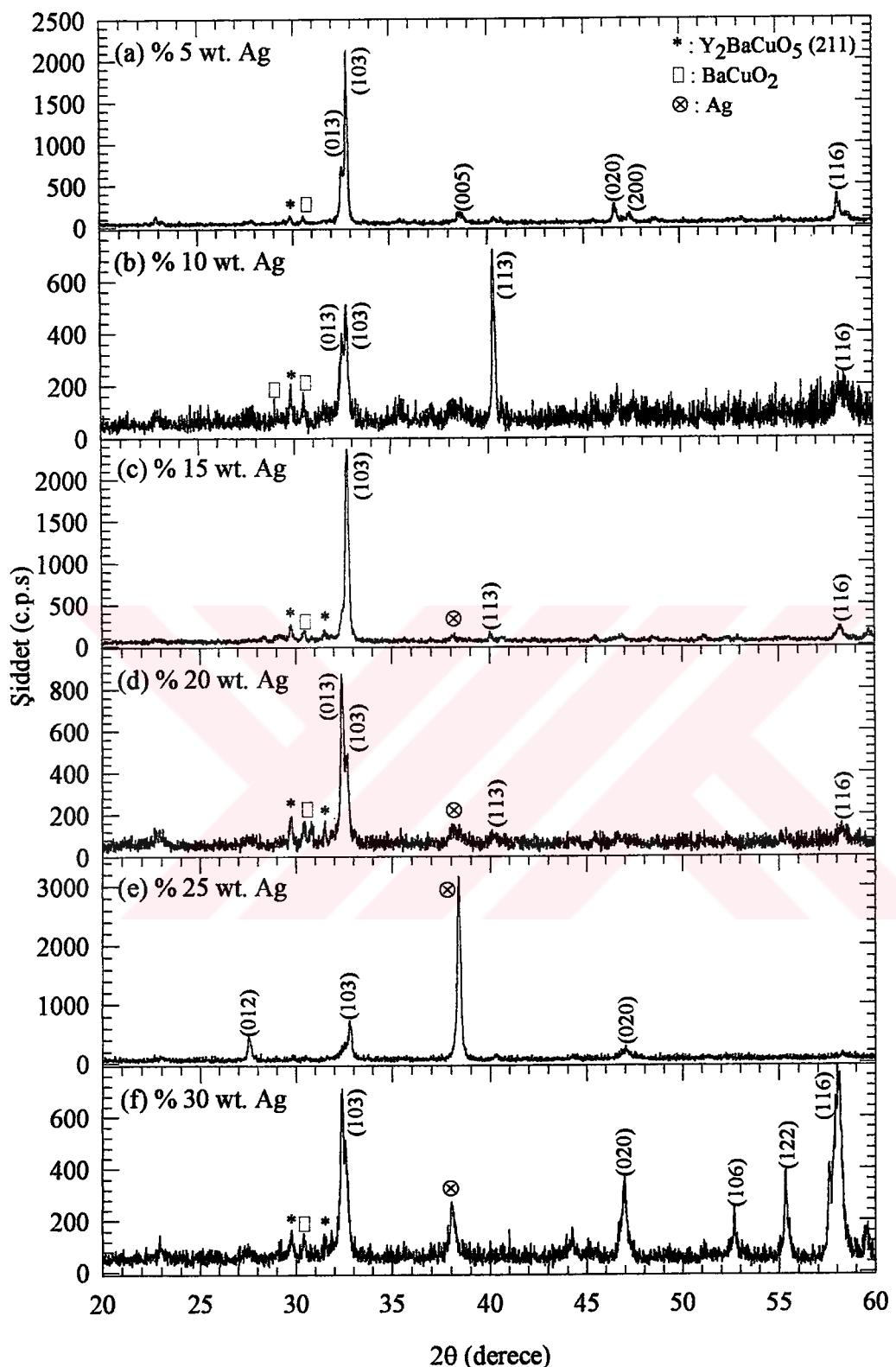
Şekil 29, 1050°C'de 1, 5, 10 ve 20 saat büyütülen numunelerin 2θ=20-60° aralığındaki x-ışını kırınım desenini göstermektedir. Numuneler önceden 1050°C'ye ısıtılmış fırına konup, bu sıcaklıkta 60 dakika bekletildiler. Daha sonra 1020°C'ye 2°C/dak. hızla soğutuldular. Bu numunelerin isimleri sırayla D₁, D₅, D₁₀ ve D₂₀'dir. Numunelerin kristal yapılarını belirlemek için bu kırınım desenleri Şekil 28'deki kırınım desenleri gibi incelemeye tabi tutulduğunda, yapının ortorombik olduğu görülür. Bütün numunelerde ikinci faz olarak Y₂BaCuO₅ (211), BaCuO₂ ve CuO tesbit edilmiştir. Şekilde, piklerin şiddetlerinin kristal büyütme zamanıyla değiştiği görülmektedir. Bu da büyümeye işlemi sırasında büyümeye yönünün zamanla değiştigini gösterir. Şekil 28 ve 29, en uygun büyümeye sıcaklığının 1050°C ve en uygun büyümeye süresinin ise 10 saat ve üzeri olduğunu göstermektedir.

3.2.1.2. Ag Katkılı YBa₂Cu₃O_{7-x} Süperiletkenlerinin X-ışını Kırınım Desenleri

Ag katkılı numuneler hazırlanırken gümüş, eritilip-hızlı soğutulmuş malzemeye değişik oranlarda katıldı ve iyice karıştırıldı. Kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin üst yüzeyindeki kirli bölge zımpara ile temizlenip, tablet dikey olarak ~3 mm kalınlığında kesildi. ~3 mm alt yüzeyden alınan x-ışını kırınım deseni Şekil 30'da görülmektedir.



Şekil 29. 1050°C 'de 1, 5, 10 ve 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin x-işimi kırınlım desenleri: (a) D_1 , (b) D_5 , (c) D_{10} , (d) D_{20}



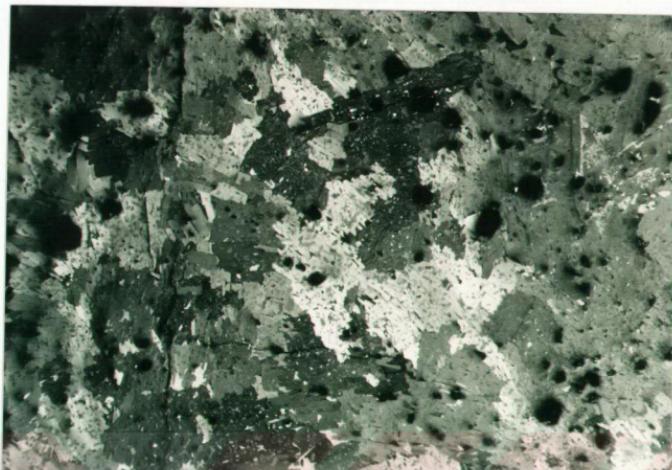
Şekil 30. (a) % 5 Ag, (b) % 10 Ag, (c) % 15 Ag, (d) % 20 Ag, (e) % 25 Ag, (f) % 30 Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunelerinin ~ 3 mm altından alınan x-işını kırınım desenleri

% 5 (Şekil 30(a)) ve %10 (Şekil 30(b)) wt. Ag katkılı numunelerin x-ışını kırınım deseni tipik $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesine aittir. % 15 wt. ve üzeri Ag katkılı numunelerde gümüş 2θ , 38° civarında bulunmaktadır. Bu numunelerin kırınım desenleri incelendiğinde, hepsinin ortorombik yapıda olduğu görülebilir. 2θ , 38° civarındaki Ag pik, maksimum olarak %25 wt. Ag katkılı numunedede görülmüştür (Şekil 30(e)). Bu numunedede 2θ , 32° civarındaki (103) süperiletken 123 pikinin şiddeti düşmüştür. Bu da ortorombik süperiletken yapının bozulmaya başladığını göstermektedir. Ag katkısız numunelerde olduğu gibi bu numunelerde de 2θ , 29° ve 32° civarında ikinci faz olarak Y_2BaCuO_5 (211) ve BaCuO_2 gözlenmiştir. Bilindiği gibi gümüş miktarı arttıkça yabancı fazların miktarı da artmaktadır. Ayrıca gümüş miktarı BaCO_3 dekompozisyonunu ve 123 süperiletken fazının oluşumunu artırır [49].

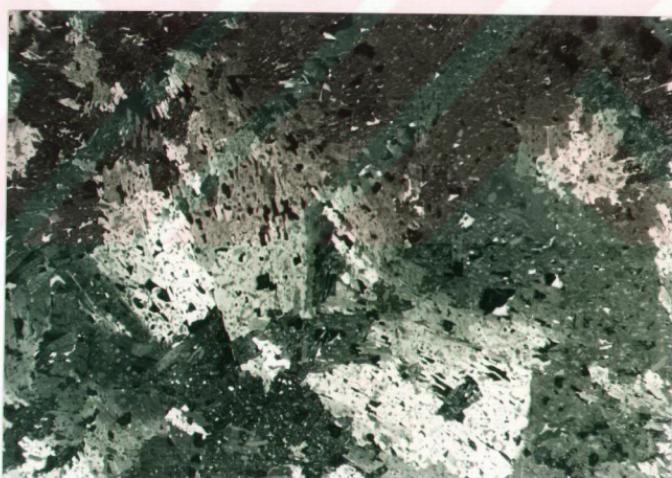
3.2.2. Metalografik Analiz

3.2.2.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinin Metalografik Analizi

Şekil 31, önceden 1100°C 'ye ısıtılmış fırına konan numunelerin polarize optik fotoğraflarını içermektedir. Şekil 31(a)'daki fotoğrafın ait olduğu numune 1100°C 'de fırına kondu ve bu sıcaklıkta 20 dakika bekletildikten sonra 2°C/dak. hızla 1070°C 'ye soğutuldu. Daha sonra 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutuldu. Şekil 31(b)'deki numune ise 1100°C 'de fırına kondu ve bu sıcaklıkta 60 dakika bekletildikten sonra 2°C/dak. hızla 1070°C 'ye soğutuldu. Daha sonra 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutuldu. Fotoğraflardan görüldüğü gibi 1100°C 'de 20 dakika bekletilen numunedede $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletken tanelerinin büyüklüğü, 1100°C 'de 60 dakika bekletilen numuneye oranla daha küçüktür. Bu da, Y_2BaCuO_5 (211) bileşiginin $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bileşğini oluşturmak için sıvı fazla reaksiyona girme süresinin az olduğunu göstermektedir [20, 37]. Bu nedenle büyük taneli $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ bileşğini oluşturmak için eritme süresi 60 dakika olarak belirlendi ve diğer numuneler bu duruma uygun olarak üretildi.



(a) 20 dakika

133 μm

(b) 60 dakika

133 μm

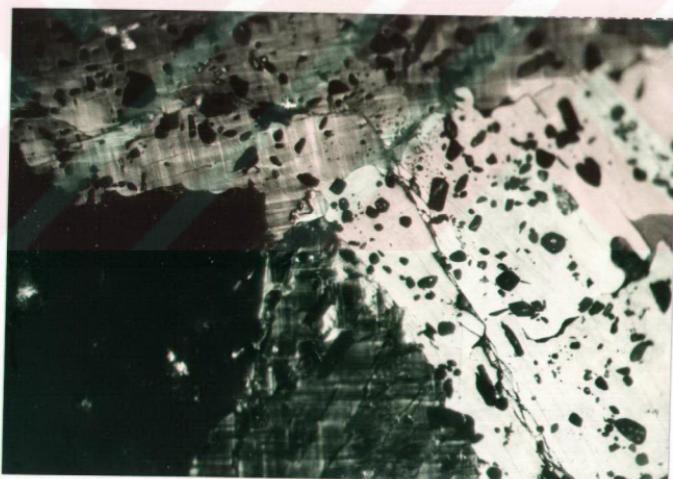
Şekil 31. 1100°C'de önceden ısıtılmış fırına konup (a) 20 dakika, (b) 60 dakika bekletilen $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunelerinin polarize optik fotoğrafları

Şekil 32'de, farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin polarize optik fotoğrafları görülmektedir. Şekil 32(a) ve (b)'de görülen A₁₀ ve B₁₀ numunelerinde ikinci faz miktarı (Y₂BaCuO₅ (211), BaCuO₂) fazladır. Ayrıca büyük olan bu fazlar homojen olarak da dağılmamışlardır. Bu, sıcaklığın fazla olduğunu göstermektedir. A₁₀ ve B₁₀ numunelerine ait diğer fotoğraflar da incelendiğinde B₁₀ numunesindeki 123 süperiletken tanelerinin A₁₀ numunesinin tanelerinden büyük olduğu görülür. Şekil 32(c) ve (d)'de görülen C₁₀ ve D₁₀ numunelerinde ikinci faz miktarı A₁₀ ve B₁₀ numunelerine oranla daha azdır ve taneler daha büyütür. Bu iki numunenin tane sınırlarında biraz kirlilik olmasına rağmen A₁₀ ve B₁₀ numunelerinin tane sınırlarından daha temizdir. Şekil 32(e)'deki E₁₀ numunesinde ise ikinci faz miktarı fazla ve büyük hacimli olarak dağılmıştır. Büyük taneli YBa₂Cu₃O_{7-x} süperiletkeninin üretilebilmesi için sıcaklık olarak 1100°C ve 1070°C'nin fazla, 1040°C'nin ise az olduğu açıkça görülmektedir. 1060°C ve 1050°C'de üretilen numunelerde ise tane büyüklükleri gayet iyidir. Taneler arası bağlantılı ve 211 çökeltilerinin dağılışına bakıldığına ise 1050°C'nin büyük taneli YBa₂Cu₃O_{7-x} numunesi üretmek için elverişli olduğu açıklar.

Şekil 33'te, 1050°C'de 1, 5, 10 ve 20 saat büyütülen numunelerin polarize optik fotoğrafları görülmektedir. Şekil 33(a), D₁ numunesinin fotoğrafını göstermektedir. 123 süperiletken tanelerinin, çevrelerindeki sıvı fazla beraber büyümeye başladığı görülmektedir. Bu numunede sıvı faz oranının süperiletken fazaya oranla yüksek olduğu görülebilir. Sırasıyla Şekil 33(b), (c) ve (d)'de görülen D₅, D₁₀ ve D₂₀ numuneleri için, büyümeye süresi artarken süperiletken fazın büyüğü görülmektedir. Fotoğraflar, 211 çökeltiler ile birlikte büyük taneli ve yönlenmiş 123 kristallerini göstermektedir. Şekil 33(b), (c) ve (d)'de birkaç mikrometre boşlukta hem elipsoidal hem de küresel çökeltiler görülebilir. 211 normal bölgelerinin sabitleştirme (pinning) merkezleri olarak görev yaptığı ilk kez Murakami [64] ileri sürmüştür. Akı çizgilerini tutmak için sabitleştirme merkezleri görevini yapan 211 normal bölgeleri süperiletatkende yüksek akım taşınmasına yardım ederler. Özellikle D₂₀ numunesine ait optik fotoğrafta, 123 taneleri arasındaki sınırlar temizdir ve yabancı faz içermemektedir. Böylece taneler arası iletkenlik sağlanmış olur.



(a) 1100°C

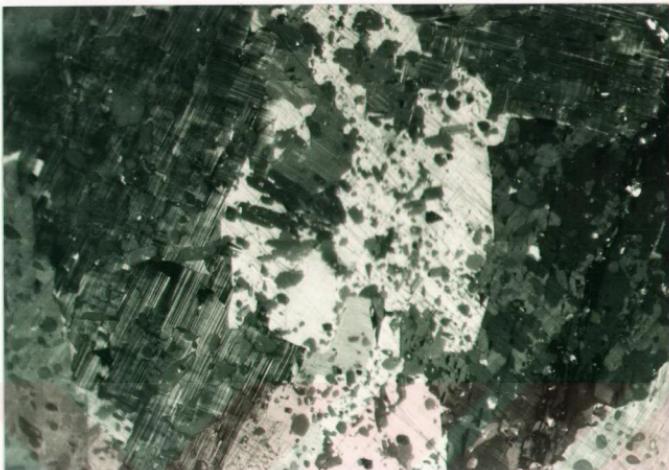
33 μm

(b) 1070°C

33 μm

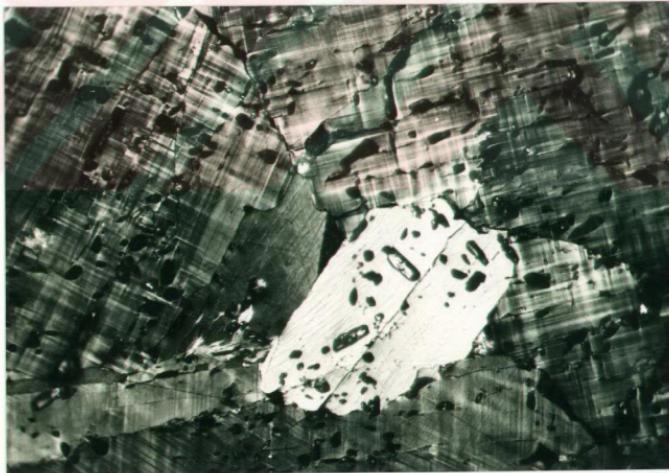
Şekil 32. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin polarize optik fotoğrafları: (a) A₁₀, (b) B₁₀, (c) C₁₀, (d) D₁₀, (e) E₁₀

Şekil 32'nin devamı:



(c) 1060°C

33 µm



(d) 1050°C

33 µm

Şekil 32'nin devamı:



(e) 1040°C

33 μm



(a) 1 saat

52 μm

(b) 5 saat

52 μm

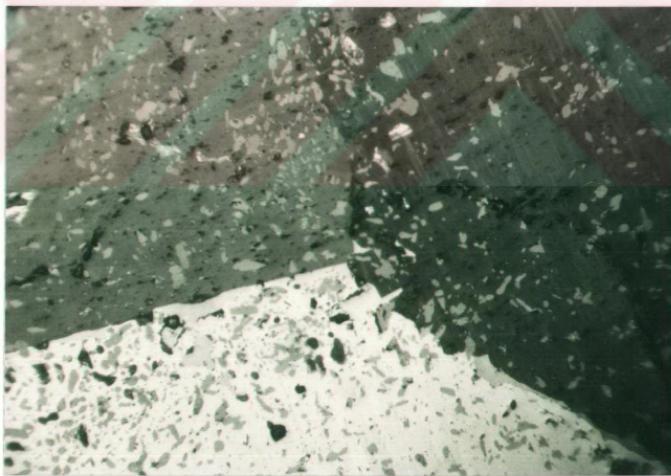
Şekil 33. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin polarize optik fotoğrafları: (a) A_{10} , (b) B_{10} , (c) C_{10} , (d) D_{10} , (e) E_{10}

Şekil 33'ün devamı:



(c) 10 saat

52 µm



(d) 20 saat

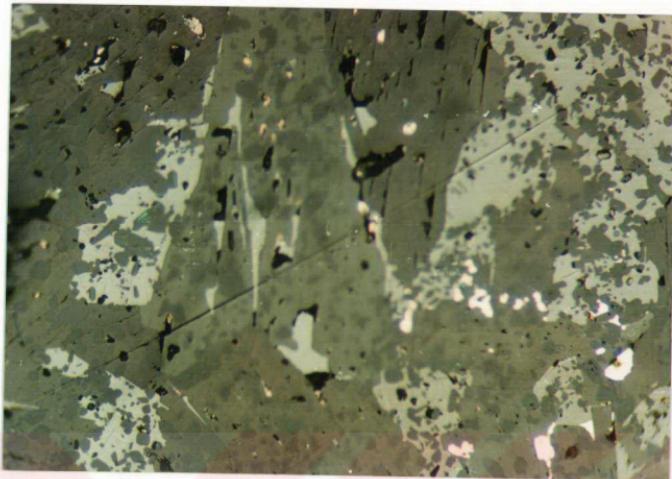
52 µm

Fotoğraflarda, polarize ışık kullanılarak elde edilen farklı renkler, farklı kristal yönlenmelerinin meydana geldiğini göstermektedir. Ayrıca tane içerisinde, neredeyse birbirine paralel olacak şekilde c-eksenine dikey doğrultuda yer alan çatlaklar ve ikizlenme (twin) yapısı görülmektedir. Tanelerdeki çatlak ve ikizlenmenin sebebinin tetragonal fazdan ortorombik faz geçişin ve soğuma esnasındaki oksijen soğrulmasının olabileceği düşünülmektedir [20, 24, 64]. Çatlakları azaltmak için ya 211 çökeltilerinin dağılımı düzenlenmeli [66] ya da Ag katkısı yapılmalıdır [20]. Tane içinde yer alan ikizlenme yapısının, alanın küçük ve akı çizgilerinin bu yapıya paralel olduğu durumda sabitleştirme merkezi olarak görev yaptığı da bilinmektedir [24, 37]. İkizlenme sınırlarının kritik akım yoğunluğunu (J_c) da artırdığı ileri sürülmekle beraber bunda bir kesinlik yoktur [67].

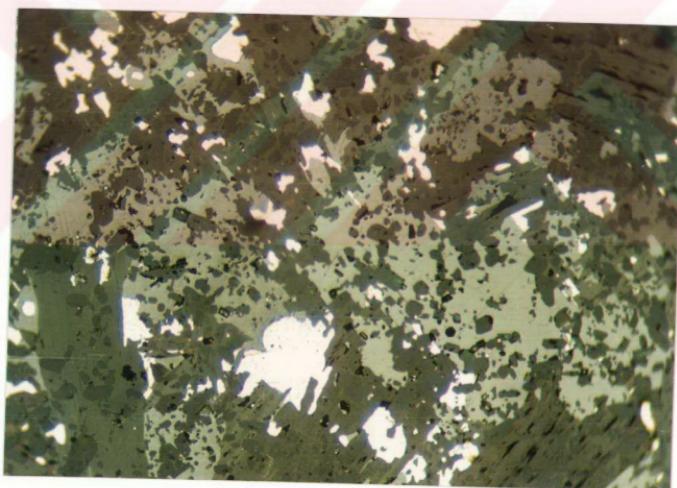
3.2.2.2. Ag Katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Süperiletkenlerinin Metalografik Analizi

Şekil 34'te, Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunelerinin polarize optik fotoğrafları görülmektedir. %5 Ag katkılı numuneden başlayarak, bütün numunelerde görülen beyaz parlak bölgeler gümüştür. Numuneye katılan gümüş miktarı arttıkça, öbekler halinde taneler içine ve taneler arasına yerleşen gümüş oranı artmıştır. Bu da $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ içinde gümüşün çözünürlüğünün düşük olduğunu gösterir [50]. Gümüş taneler arasına yerleştiği zaman taneler arası teması sağlar. Fotoğraflardan da görüldüğü gibi, gümüş miktarı arttıkça ikinci faz oranı artmıştır. Çünkü gümüşün erime sıcaklığı daha düşüktür.

Gümüş atomları homojen olarak dağılıp örgü içine girdiği zaman, gümüşün oksijen taşıma özelliği fazla olduğundan, örgüye daha fazla oksijen taşınır. Böylece süperiletkenliğe geçiş sıcaklığında yükselme gözlenmesi beklenir. Oksijen genellikle c-ekseni üzerindeki bakır-oksijen bağlarına yerleşeceğini süperiletkenin örgü parametrelerinden c-parametresinin lineer olarak artması beklenir. a-b parametelerinde fazla bir değişme beklenmemektedir.



(a) %5 wt. Ag

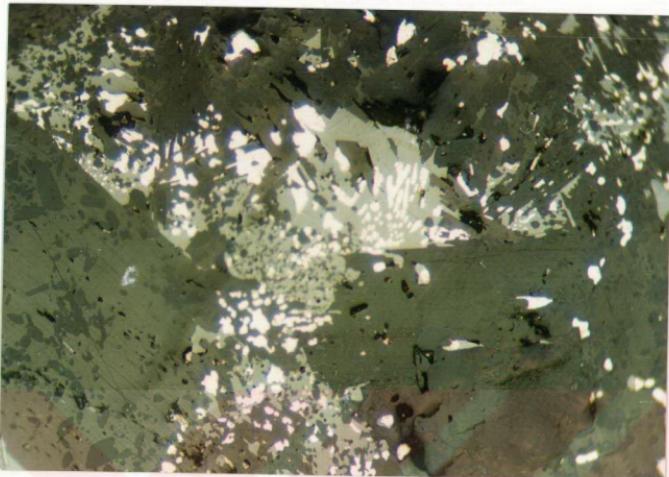
33 μm

(b) %10 wt. Ag

33 μm

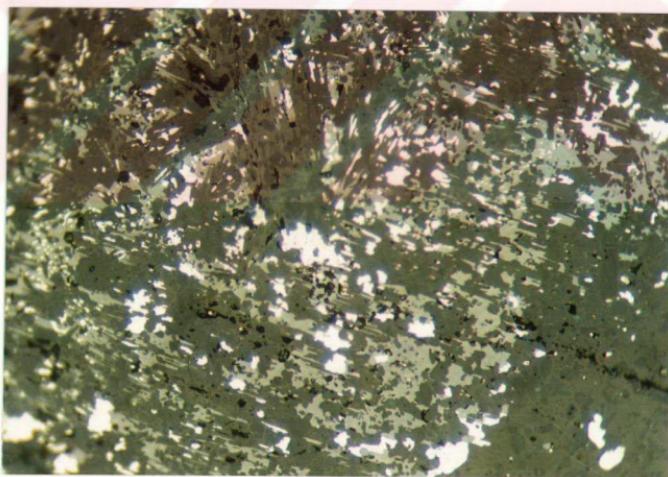
Şekil 34. (a) % 5, (b) % 10, (c) % 15, (d) % 20, (e) % 25, (f) % 30 Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunelerinin polarize optik fotoğrafları

Şekil 34'ün devamı:



(c) %15 wt. Ag

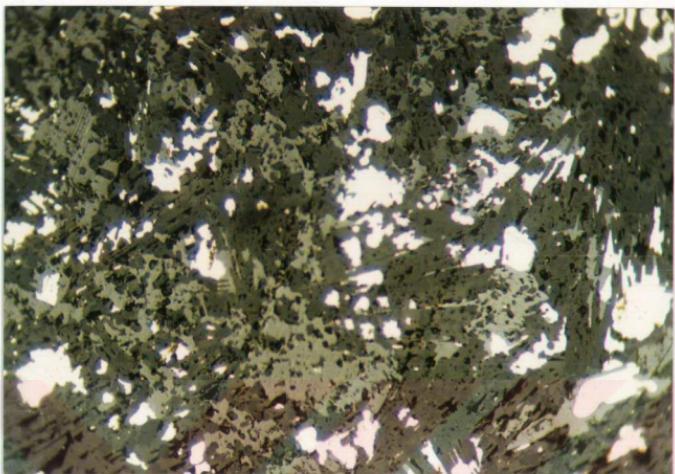
33 μm



(d) %20 wt. Ag

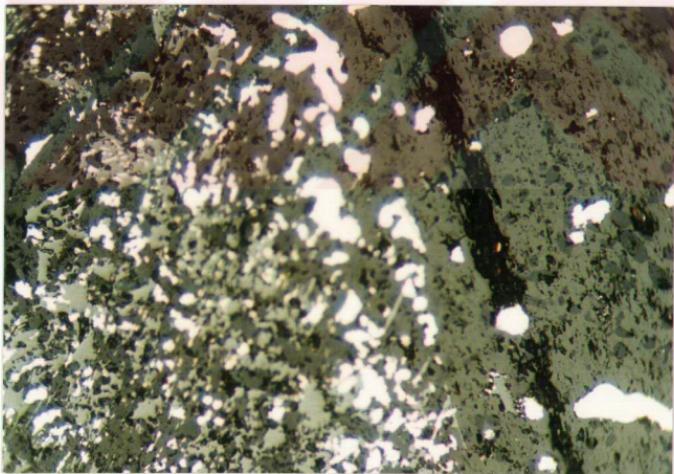
33 μm

Şekil 34'ün devamı:



(e) %25 wt. Ag

33 μm



(f) %30 wt. Ag

33 μm

Eritme yöntemiyle üretilmiş $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunelerinin yoğunlukları diğer metodlarla üretilen numunelere göre daha fazladır. Malzemenin yüzeyine yakın bölgedeki taneler yeteri kadar oksijen alarak ortorombik yapıya dönüsürken, iç bölgedeki taneler yeteri kadar oksijen alamayacağından tetragonal yapıda bulunabilir. Numuneye gümüş katmakla malzemenin iç bölgelerine oksijen taşınmış olur ve tüm numunenin ortorombik yapıda olması sağlanır.

Kristal büyütme süresince tetragonal yapıdan ortorombik yapıya geçerken hacimsel bir büyümeye olur. Herbir tanenin büyümeye miktarları değişik doğrultuda ve değişik değerde olduğundan, malzeme içinde bir gerilme kuvveti meydana gelir. Bu kuvvetin sonucu olarak, süperiletken tanelerin büyümeye yönlerine hemen hemen paralel olan birçok sayıda mikroskopik ve makroskopik büyülüklükte çatıtlar meydana gelmektedir. Çatıtlar miktarı temiz kristallerde daha belirgindir. Bu çatıtlar içinde oluşturulan, büyülüğu koherens uzunluğu büyülüğünde olan normal bölgeler yardımıyla minimuma indirilebilir. Çünkü hacimsel değişmeden dolayı ileri gelen gerilme kuvveti çok sayıda olan normal bölge üzerinde paylaştırılarak minimuma inecektir.

Şekil 32, 33 ve 34'teki fotoğraflar incelendiğinde, gümüş katısız numunelerde ikizlenme yapısı ve çatıtlar gözlenirken, gümüş katılı numunelerde ikizlenme yapısı yoktur ve çatıtlar azalmıştır.

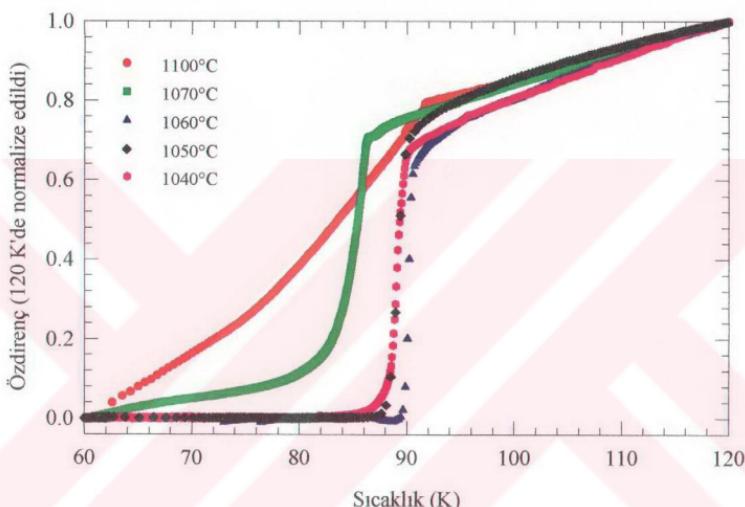
3.3. YBCO Süperiletkenlerinin Fiziksel Özellikleri

3.3.1. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

3.3.1.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Süperiletkenlerinin Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

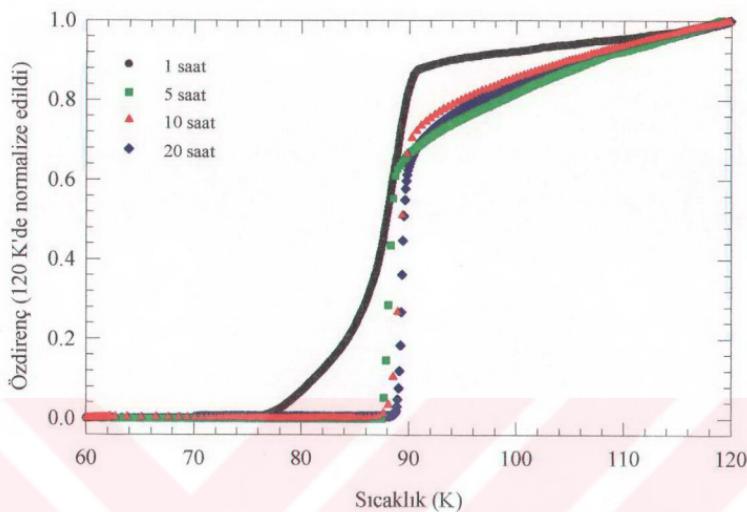
Şekil 35, 1040, 1050, 1060, 1070 ve 1100°C 'de önceden ısıtılmış fırına yerleştirilen ve 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin direnç ölçümülerini sıcaklığa bağlı olarak göstermektedir. Şekilden görüldüğü gibi, geçiş bakımından en iyi olan numunenin 1050°C ve 1060°C 'de büyütülenler olduğu görülebilir. 1040, 1050 ve 1060°C 'de üretilen numunelerin süperiletkenliğe geçiş (sıfır

direnç) sıcaklıklarının YBCO (123)'ün tipik geçiş sıcaklığı olan 90 K civarında olduğu bulundu. 1070°C ve 1100°C'de üretilen numunelerde ise geçiş sıcaklığının altında, sıcaklık azaldıkça ayrılma artmıştır. Çünkü bu numunelerin taneler arası kirli bölge ve zayıf bağlantı içeriği düşünülmektedir. Süperiletkenlige geçiş sıcaklığının keskinliği, taneler arası iyi bağlantıya bağlıdır ve bunun sonucu olarak kritik akım yoğunluğu da yükselmektedir.



Şekil 35. Farklı sıcaklıklarda 10 saat süre ile kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin özdirencinin sıcaklıkla değişimi

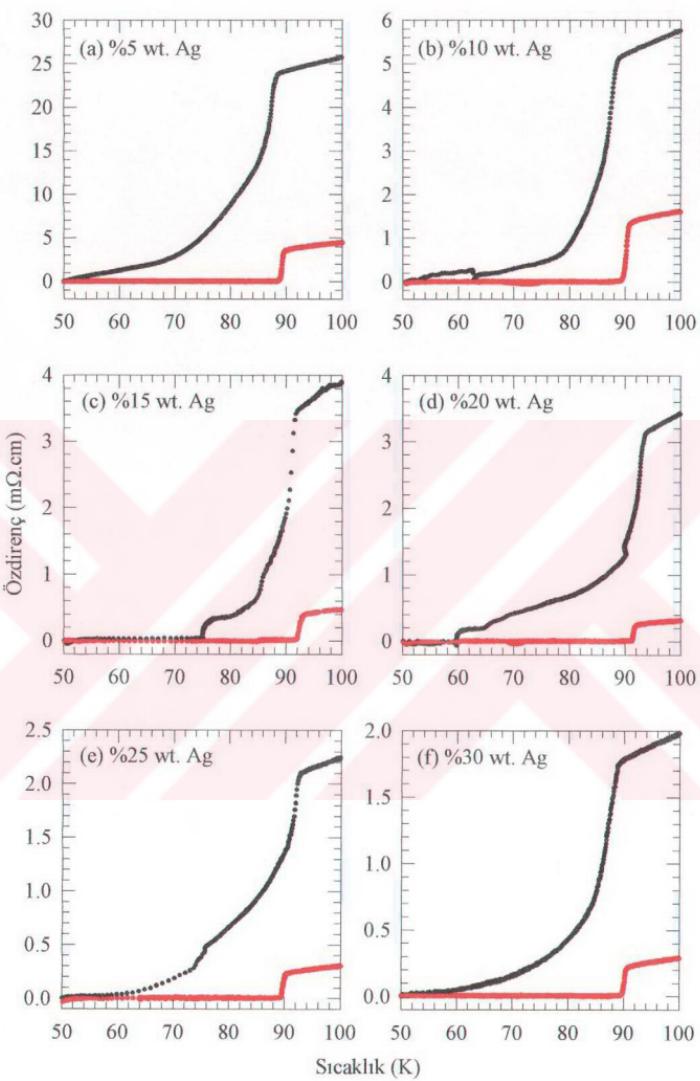
Şekil 36, 1050°C'de önceden ısıtılmış fırına yerleştirilen ve 1, 5, 10 ve 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin direnç ölçümlerini sıcaklığa bağlı olarak göstermektedir. Şekilden görüldüğü gibi, kristal büyütme süresi artırıldıkça, süperiletkenlige geçiş de keskin hale gelmektedir. Bu şekildeki davranış, 1050°C'de 1 saat kristal büyütme işleminin, 211 ile sıvı fazın reaksiyonunun 123 süperiletken kristallerini oluşturmak için yeterli olmadığını göstermektedir. Şekilden, 90 K'deki en keskin geçişin 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numuneye ait olduğu görülebilir.



Şekil 36. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi

3.3.1.2. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinin Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

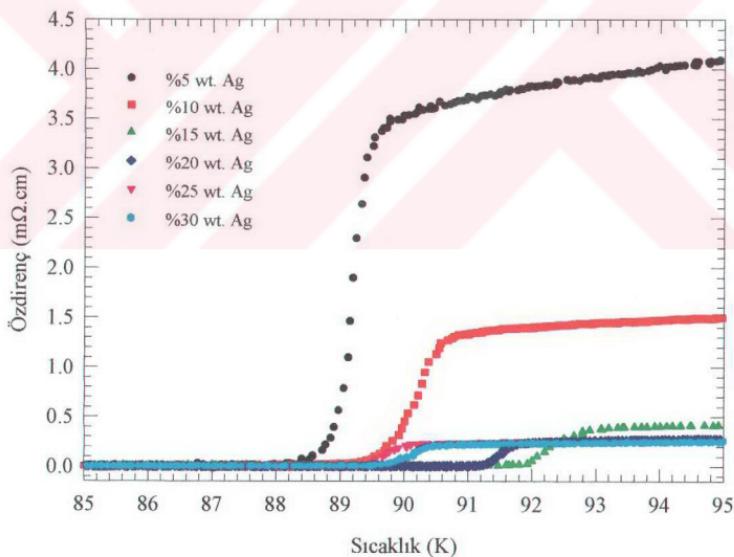
Şekil 37, Ag katkılı numunelerin direnç ölçümelerini sıcaklığa bağlı olarak göstermektedir. Ölçümler, numunelere oksijen verilmeden önce ve sonra alınmıştır. Oksijen tavlama işlemi 650°C'de 5 saat süreyle yapılmıştır. Oksijen verildikten sonra, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı daha keskin oldu ve direnç belirgin bir şekilde düştü. Şekil 37(c) ve (d)'de görüldüğü gibi en yüksek geçiş sıcaklığı 92 K'dır. Bu, oksijen tavlamadan önemini açıkça ortaya çıkarmaktadır. Çünkü numuneye oksijen verildiğinde geçiş sıcaklığı ve kritik akım yoğunluğu gibi süperiletkenin fiziksel özellikleri artmaktadır [68]. Oksijen eksikliğinin YBCO malzemesinde sabitleştirmeyi ve yoğunlaşma enerjisini azalttığı, bunun sonucu olarak kritik akım yoğunluğunun ve girdapların (vortex) sabitleşmesinin azaldığı bilinmektedir [69-71].



Şekil 37. Değişik oranlarda Ag katkılı numunelerin özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi. Siyah eğriler numuneye oksijen verilmeden önce, kırmızı eğriler ise 650°C'de 5 saat oksijen verildikten sonra elde edilmiştir

Ayrıca oksijen zincirlerinin yanlış düzenlenmesinden dolayı süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı da azalmaktadır [72]. Eritme yöntemiyle hazırlanan numuneler diğer yöntemlerle hazırlanan numunelere oranla daha yoğundur. Bu nedenle bu tür numunelerin iç bölgelerine oksijen girişi, oksijen tavlamaya yapılabilir.

Şekil 38, Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ süperiletkeninin direnç ölçümülerini sıcaklığa bağlı olarak göstermektedir. Şekilden, gümüş miktarının artmasıyla, normal durum dirençlerinin azaldığı görülmektedir. Bu da literatür ile uyum içindedir [49,50]. Aynı zamanda süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, Ag katısısıyla artmaya başlamıştır. Geçiş sıcaklığı, %15 wt. ve %20 wt. katkılı numunelerde 92 K civarındadır ve gümüş oranı bu değerin üzerine artırıldığı takdirde azalmaya başlamaktadır. %30 wt. Ag katkılı numunde geçiş sıcaklığı 89 K'e düşmüştür. Bu da, Ag miktarı artırıldıkça, kristal büyütme sırasında YBCO'nun dekompozisyonuna sebep olan sıvı faz oranını artırdığını göstermektedir [49].



Şekil 38. Değişik oranlarda Ag katkılı numunelerin 650°C'de 5 saat oksijen verildikten sonra özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi

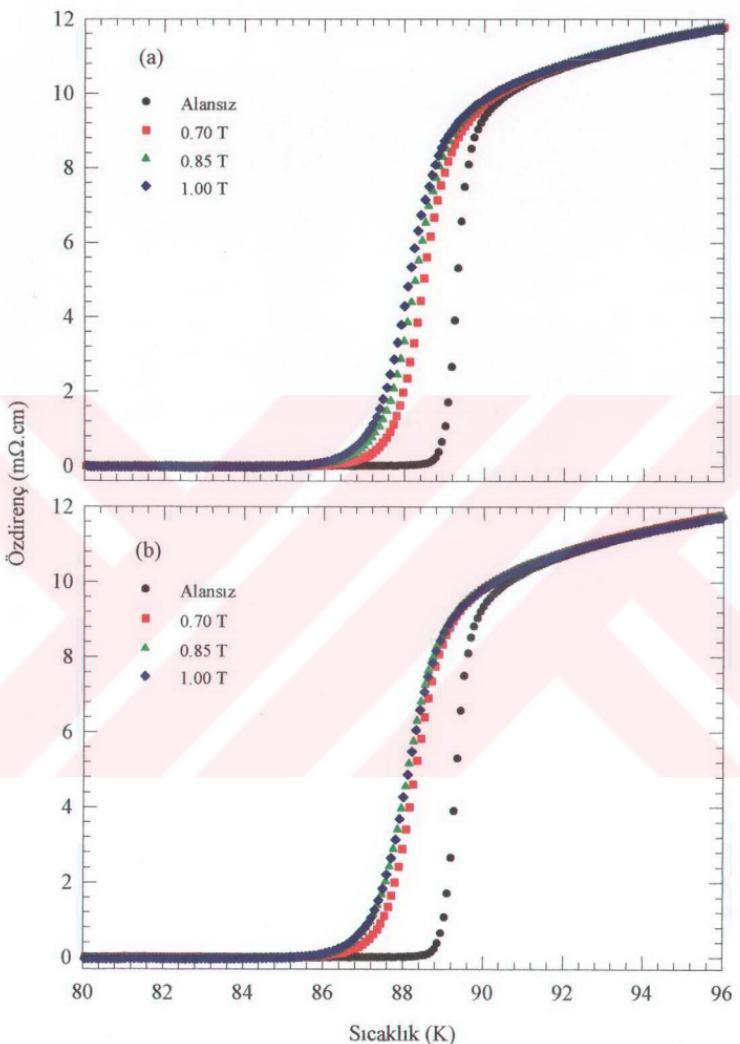
3.3.2. Magnetik Alan Altında Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

Magnetik alan altındaki düşük sıcaklık direnç ölçümleri iki şekilde yapıldı: sıfır-alan altında soğutma (zero-field-cooled (ZFC)) ve alan altında soğutma (field-cooled (FC)). ZFC işleminde, numune alan uygulanmadan soğutuldu ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının altında alan uygulanmaya başlandı ve alan altında ısıtıldı. FC işleminde ise, numune alan altında soğutuldu ve ısıtma işlemi sırasında da alan uygulanmaya devam edildi. Her iki işlemde de ölçüm, ısıtma esnasında alındı.

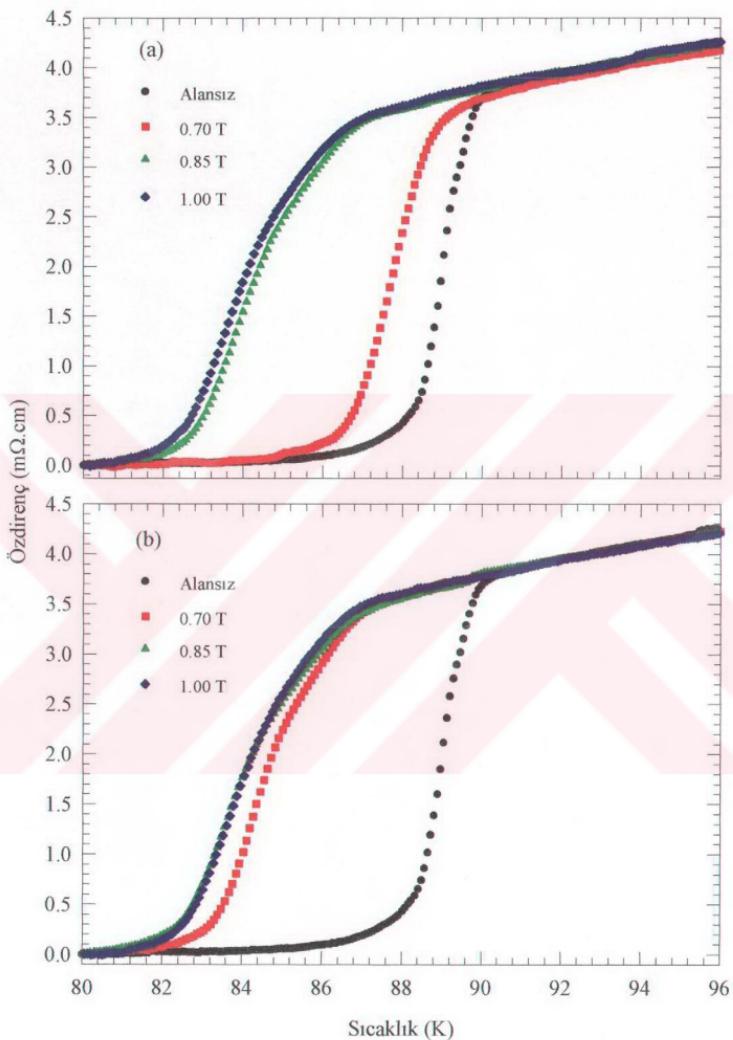
3.3.2.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinin Magnetik Alan Altındaki Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

Şekil 39, 1050°C 'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altında alınan direnç ölçümlerini göstermektedir. Şekil 39(a) ZFC, Şekil 39(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Alan uygulanmadan önce süperiletkenlige geçiş (sıfır direnç) sıcaklığı $88,6\text{ K}$ 'dir. ZFC işleminde uygulanan alan 1 T olduğunda geçiş sıcaklığı $85,9\text{ K}$, FC işleminde ise geçiş sıcaklığı $85,8\text{ K}$ 'dir. Her iki şekele bakıldığından, FC işleminde numunelerin daha fazla bozulduğu görülmektedir. Ayrıca FC işleminde $0,85\text{ T}$ ve 1 T alan altındaki ölçümler aynıdır.

Şekil 40, 1040°C 'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altında alınan direnç ölçümlerini göstermektedir. Şekil 40(a) ZFC, Şekil 40(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Bu numunenin süperiletkenlige geçiş (sıfır direnç) sıcaklığı $85,6\text{ K}$ 'dir. $0,7\text{ T}$ alan altında ise geçiş sıcaklığı ZFC işleminde 85 K iken FC işleminde $81,6\text{ K}$ 'dir. 1 T alan altında alınan geçiş sıcaklıklar (ZFC ve FC) $80,4\text{ K}$ 'dir.

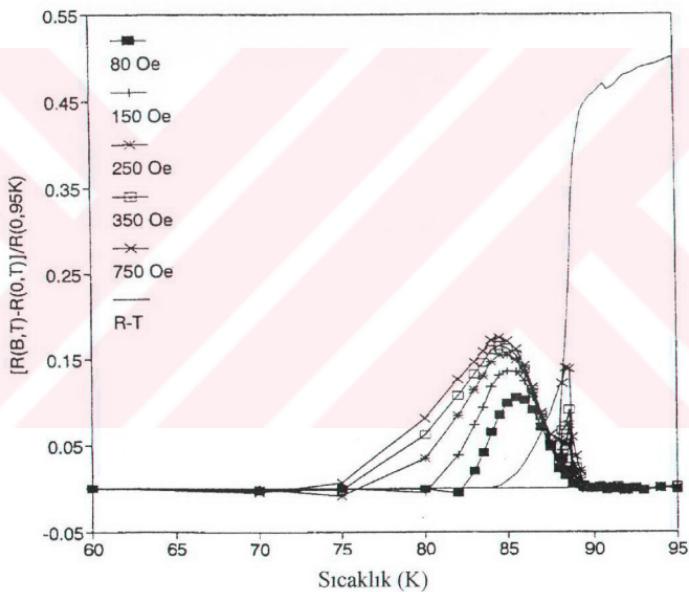


Şekil 39. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 40. 1040°C 'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alanındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC

Şekil 41, Magilko ve Schlesinger'in [73] yaptıkları bir çalışmadan alınmıştır. Bu şekilde, magnetik alan olmadan ve değişik magnetik alanlarda alınan normalize edilmiş direnç eğrileri görülmektedir. Sağdaki pik yüksek sıcaklık, soldaki pik ise düşük sıcaklık pikidir. Yüksek sıcaklık piki enerji kaybını (dissipation) göstermektedir. Bu da uygulanan bir magnetik alanda tane içindeki sürüklenebilir akıların (flux) hareketinden ileri gelmektedir. Düşük sıcaklık piki ise magnetik alan altında taneler arası sınırlarda hareket eden akılarla (flux) karşılık gelmektedir. Yani bu pikler tane sınırlarındaki zayıf bağlantının derecesini yansımaktadır.



Şekil 41. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin magnetik alan olmadan ve değişik magnetik alanlarda alınan normalize edilmiş direnç eğrileri [73].

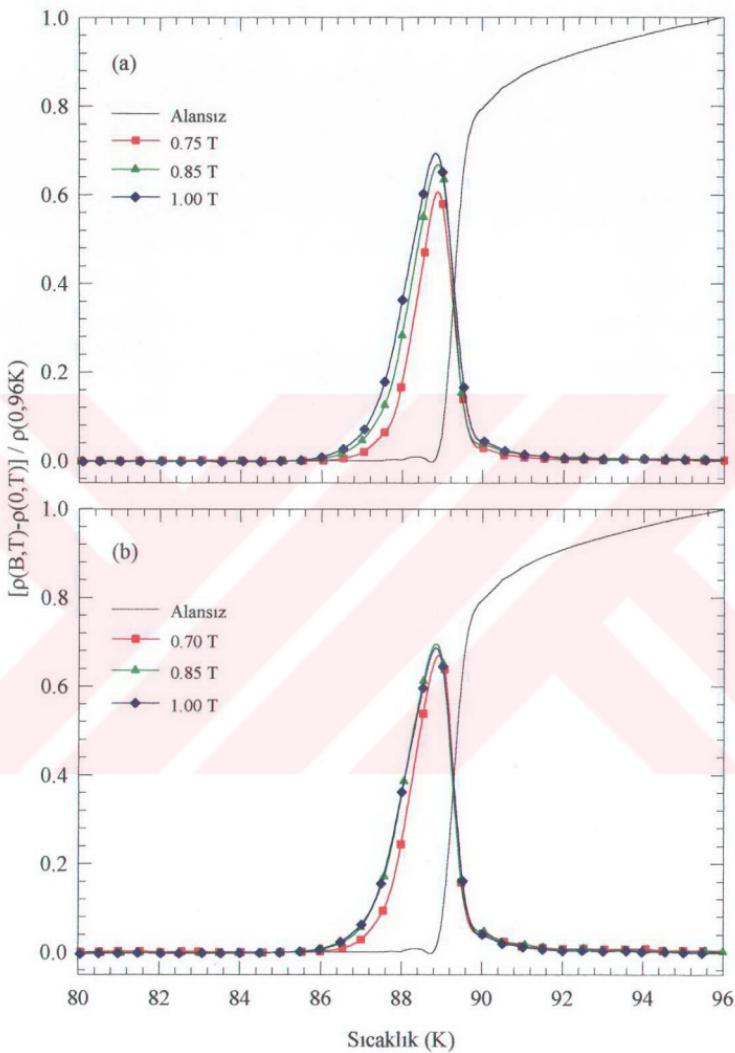
Şekil 42 ve 43'te 1050°C 'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numune ile 1040°C 'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin normalize edilmiş direnç eğrileri görülmektedir. Magnetik alan uygulanmadan yapılan direnç ölçümünün $96 K$ 'de normalize edilmiş haldeki eğrisi yer alırken, $0,7$, $0,85$ ve 1

T alan uygulmalarında daha farklı bir normalize kullanıldı. Bu alanlarda, belli sıcaklıktaki direnç değerinden, alansız ölçümün o sıcaklıktaki direnç değeri çıkarılarak 96 K'deki sıfır magnetik alandaki direnç değerine normalize edildi. Şekil 42(a) ve 43(a) ZFC, Şekil 42(b) ve 43(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Şekillerde sadece düşük sıcaklık pikleri bulunmaktadır. Bilindiği gibi, bu da taneler arası sınırlarda hareket eden akıllara karşılık gelmektedir. Magnetik alan artırıldıkça, pikin altında kalan alan artmaktadır. Bu da uygulanan magnetik alanla numunenin bozulmaya başladığını göstermektedir. Bu eğrilerde yüksek sıcaklık piki görülmemiştir. Çünkü uygulanan alan tane içindeki akıların harekete geçmesine yeterli olmamıştır. Fakat uygulanan magnetik alanın artırılması durumunda belki bu pik gözlenebilir. Numunelere uyguladığımız maksimum 1T'lık alan tane içindeki akı çizgilerini harekete geçirmeye yeterli olmamıştır, çünkü tane içindeki akı çizgileri güçlü sabitleştirmeye (pinning) sahiptir.

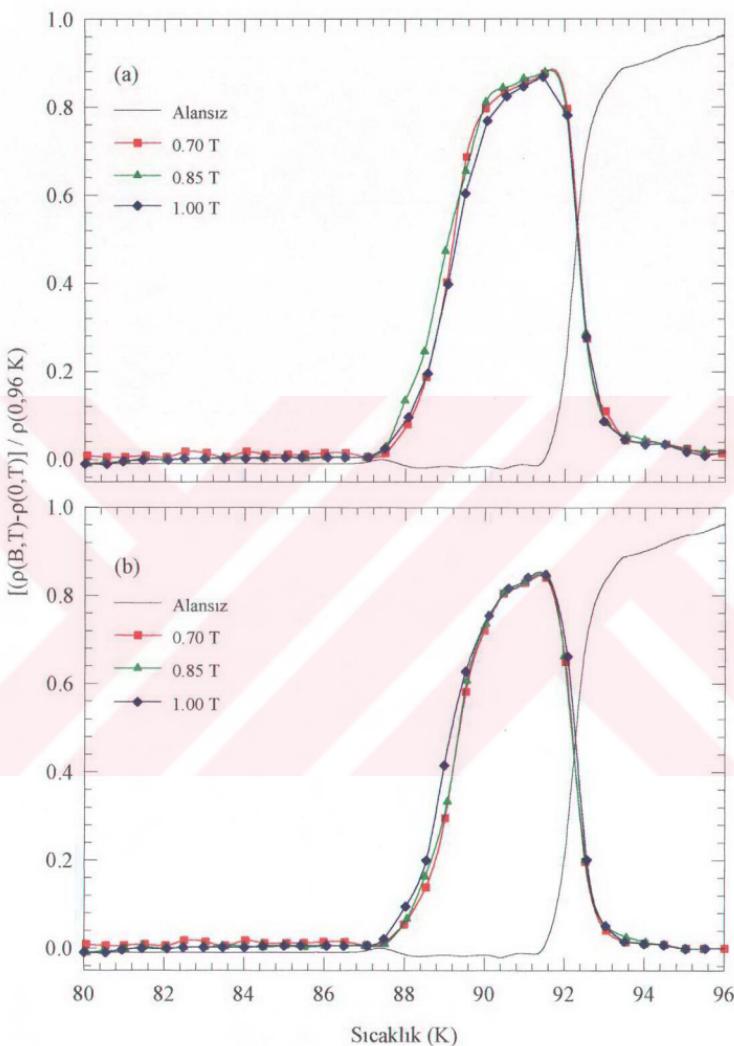
3.3.2.2. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinin Magnetik Alan Altında Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

Şekil 44, %15Ag wt. katkılı YBCO numunesinin magnetik alan altında alınan direnç ölçümelerini göstermektedir. Şekil 44(a) ZFC, Şekil 44(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Bu numunenin süperiletkenlige geçiş (sıfır direnç) sıcaklığı 91,6 K'dır. 1 T alan altında geçiş sıcaklıkları (ZFC ve FC) 87 K'dır.

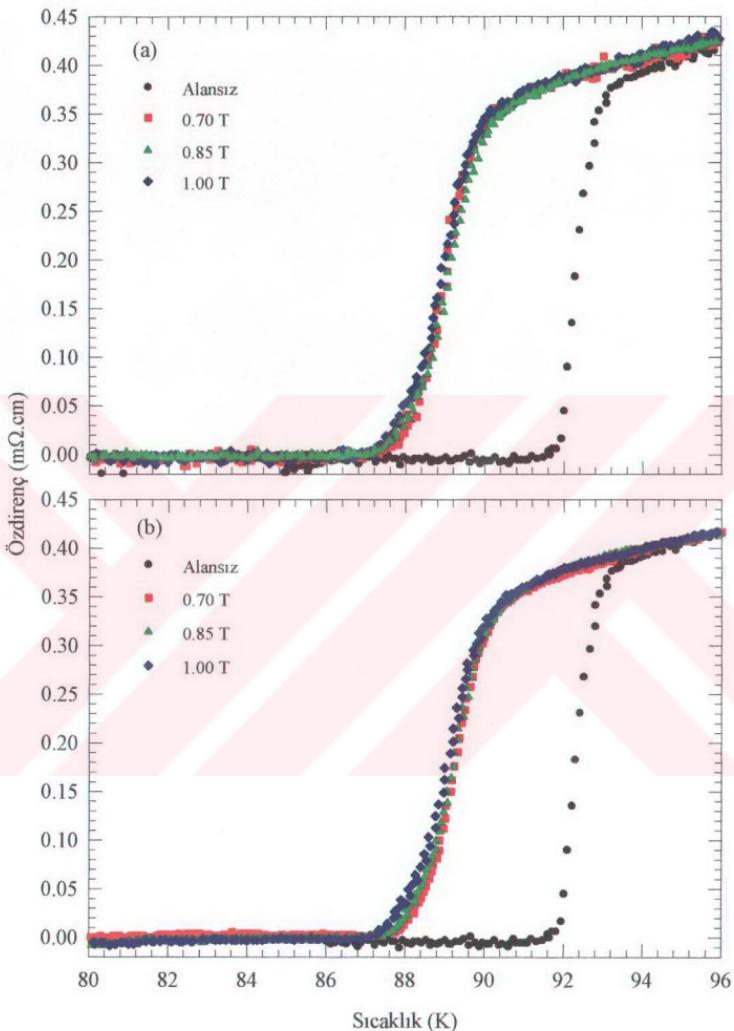
Şekil 45 ise %20 wt. Ag katkılı YBCO numunesinin magnetik alan altında alınan direnç ölçümelerini göstermektedir. Şekil 45(a) ZFC, Şekil 45(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Bu numunenin süperiletkenlige geçiş sıcaklığı 91 K'dır. 1 T alan altında geçiş sıcaklıkları (ZFC ve FC) 88,4 K'dır.



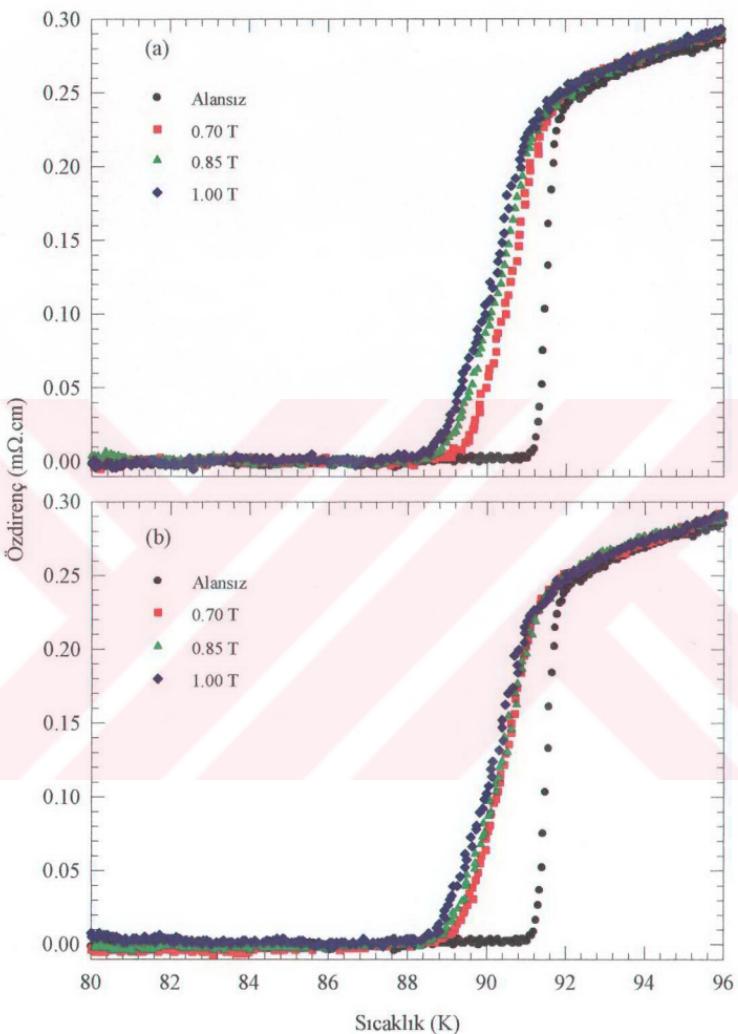
Şekil 42. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alanındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 43. 1040°C'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alanlarındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 44. %15 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunesinin magnetik alanındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC

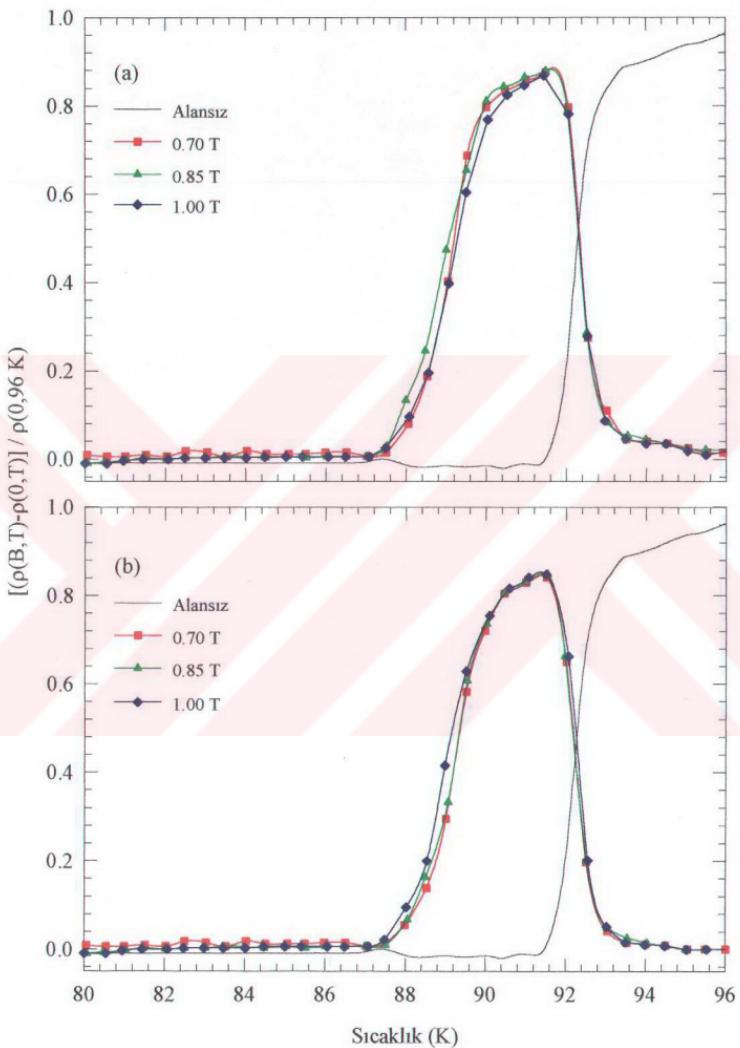


Şekil 45. %20 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunesinin magnetik alanındaki özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi: (a) ZFC, (b) FC

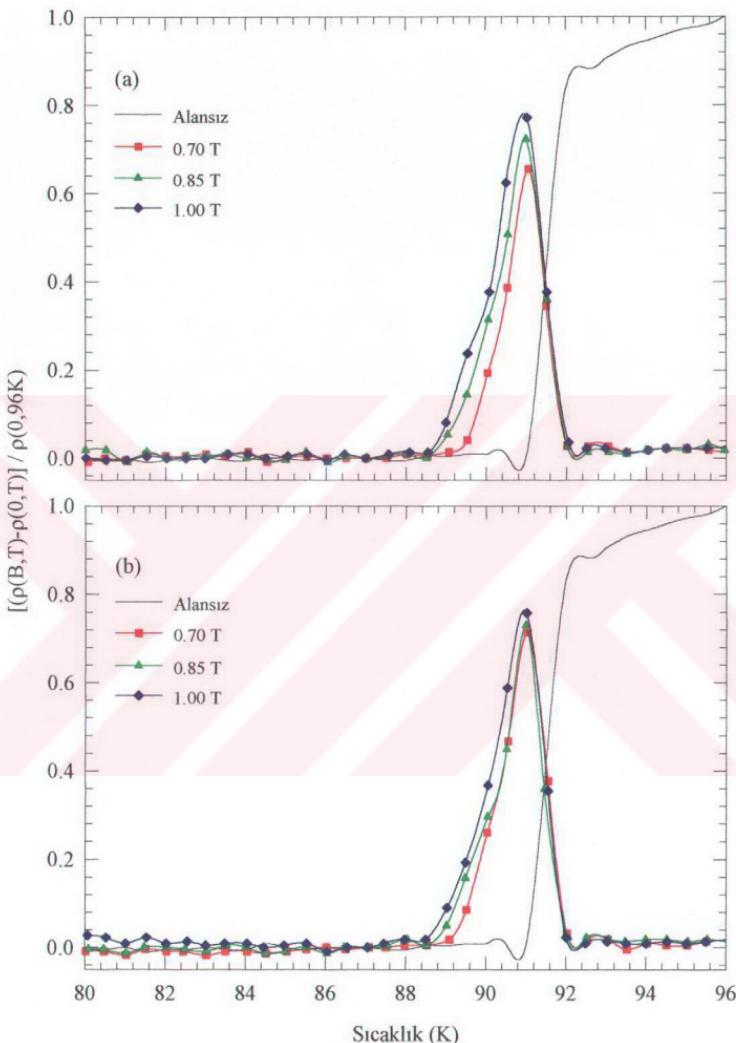
Bu iki numunenin magnetik alanın sıfır olduğu durumda ölçümlerine bakıldığından %15 wt. Ag katkılı numunenin geçiş sıcaklığının daha yüksek olduğu görülmektedir. Fakat alan altındaki ölçümlerine bakılırsa %20 wt. Ag katkılı numunenin magnetik alana daha dayanıklı olduğu görülmektedir. Bu da bize %15 wt. Ag katkılı numunenin tane sınırlarında zayıf bağlantının olduğunu ve 211 çökeltilerinin düzenli dağılmadığını gösterir.

Şekil 46 ve 47'de %15 Ag katkılı numune ile %20 Ag katkılı numunelerin normalize edilmiş direnç eğrileri görülmektedir. Bu şekiller Şekil 42 ve 43'e benzer olarak çizilmiştir. Şekil 46(a) ve 47(a) ZFC, Şekil 46(b) ve 47(b) ise FC işleminde elde edilmiştir. Bu şekillerde de düşük sıcaklık piki gözlenirken yüksek sıcaklık piki yer almamaktadır.

Ag katkılı ve katısız bu numunelerde direnç ölçümü sırasında uygulanan magnetik alanın daha da artırılması, süperiletkenliğe geçiş (sıfır direnç) sıcaklığının azalmasına sebep olacaktır. Bu sıcaklıklar tersinmezlik (irreversibility) veya harekete geçme (depinning) sıcaklığı ile karşılaşırabilecek mertebededir. Sıcaklığın düşürülmesi ile sabitleştirme (pinning) şiddeti ve buna bağlı olarak sabitleştirme kuvvetinin (pinning force) artacağı iyi bilinmektedir. Eğer birim hacim başına düşen Lorentz kuvveti ($F_L = J \times B$), birim hacim başına düşen sabitleştirme kuvvetinden (F_p) büyük olursa, akı çizgilerinin hareket etmesinden dolayı elektriksel direnç ortaya çıkar. Böylece düşük sıcaklıklarda akı çizgilerinin harekete geçmesi için yüksek magnetik alana ihtiyaç vardır. Bu da, magnetik alanın artması durumunda sıfır direnç sıcaklığının veya tersinmezlik sıcaklığının daha düşük değerlere kayacağı sonucunu çıkarmaktadır [74].



Şekil 46. %15 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunesinin magnetik alanındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 47. %20 wt. Ag katkılı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunesinin magnetik alan altındaki normalize edilmiş özdirenç eğrileri: (a) ZFC, (b) FC

3.3.3. Ag Katkılı ve Katkusız $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinin Aktivasyon Enerjileri

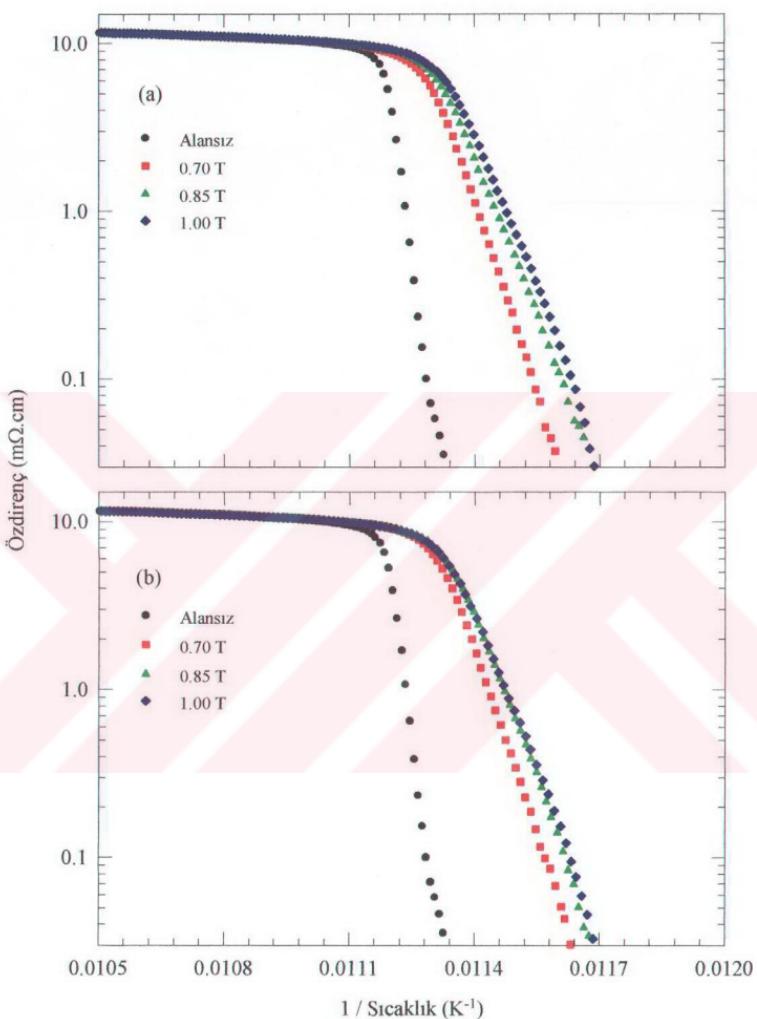
Şekil 48, 49, 50 ve 51, Inp'nun 1/T'ye göre çizilen Arrheniuss eğrilerini göstermektedir. Arrheniuss eğrilerinin eğimli kısmı, ısiyla uyarılmış akı akışı [thermally activated flux flow (TAFF)] veya akı sürüklənməsi (flux creep) için aktivasyon enerjisisiyle bağlantılıdır. Düşük akım limitinde

$$\rho(B, T) = \rho_0 \exp[-U_0(B, T) / kT] \quad [22,26] \quad (34)$$

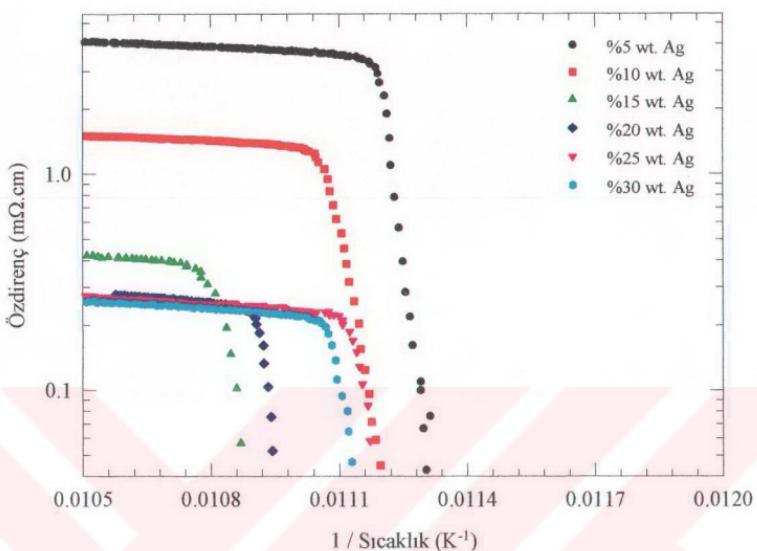
dir. Burada $U(B, T)$ akı çizgisi veya akı demetlerinin hareketinin aktivasyon enerjisidir [17, 75] ve k Boltzman sabitidir.

Şekil 48, 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümülarından Inp'nun 1/T'ye göre çizilen eğrileri göstermektedir. Bu eğrilerin eğimlerinden hesaplanan aktivasyon enerjileri, alan yokken 6,037 eV, 1 T alan altında ZFC uygulaması için 1,312 eV, FC uygulaması için ise 1,255 eV olarak bulunmuştur (Çizelge 7).

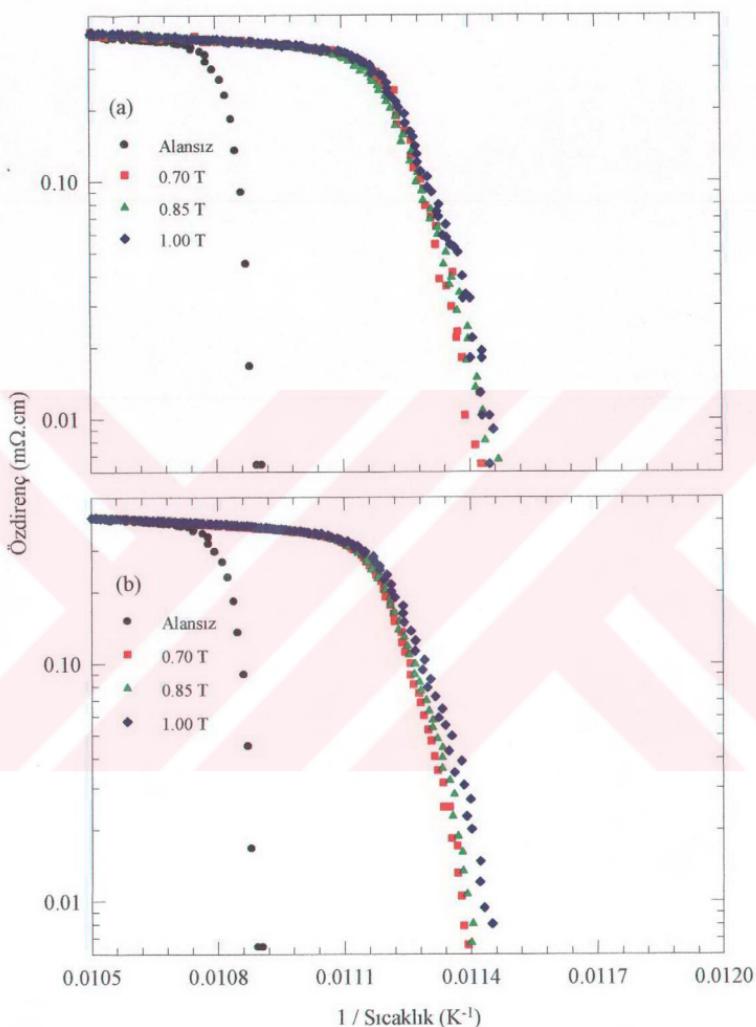
Şekil 49, değişik Ag katkı oranlarında hazırlanan özdirenç ölçümülarından Inp'nun 1/T'ye göre çizilen eğrileri göstermektedir. Magnetik alan yokken elde edilen bu eğrilerden hesaplanan aktivasyon enerjilerine bakıldığından (Çizelge 7), gümüş miktarı arttıkça aktivasyon enerjisinin azaldığı görülmektedir. Bu, 123 ana kompozisyonu içerisinde sıvı faz oranının artmasına atfedilebilir. Çizelge 7'de ayrıca Ag katkılı numunelerin 1 T alan altında ZFC ve FC uygulamalarından elde edilen aktivasyon enerjileri de yer almaktadır. Burada, magnetik alan yokken hesaplanan aktivasyon enerjilerinin büyük olduğu görülmektedir. Ayrıca 1 T alan altında ZFC uygulamasının aktivasyon enerjilerinin FC uygulamasının aktivasyon enerjilerinden büyük olduğu görülmektedir. Bu, ZFC ve FC uygulamalarında numunedeki etkin magnetik akı yoğunluklarındaki farklılıktan ileri gelmektedir [76].



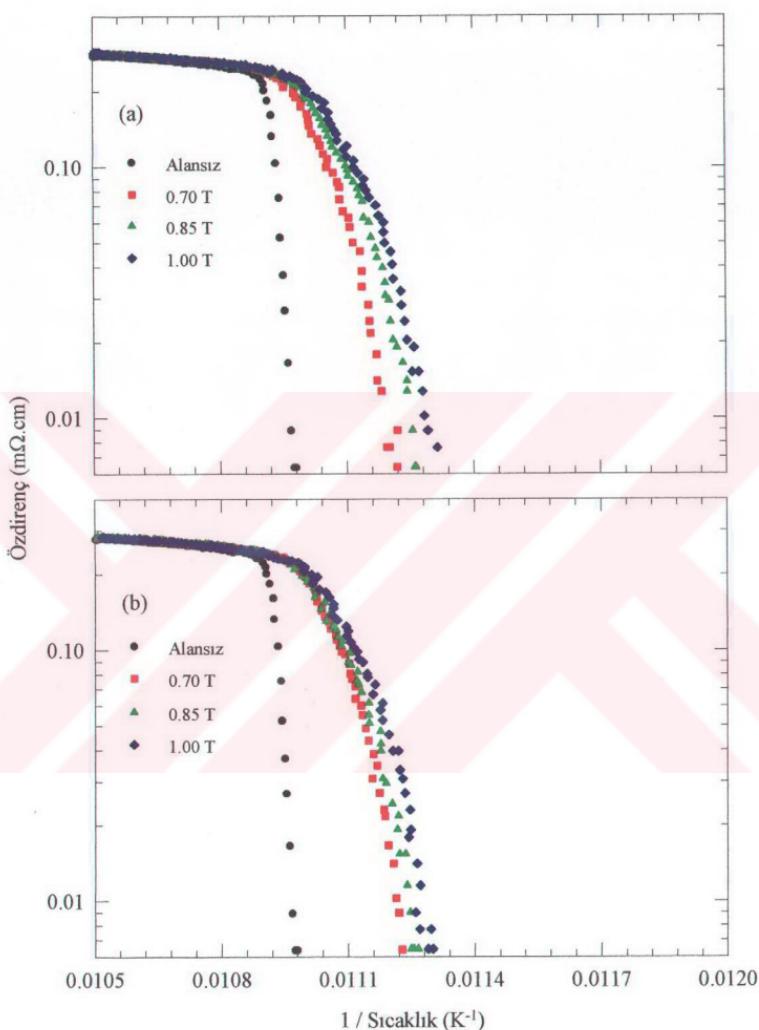
Şekil 48. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümülerinden InP'nun $1/T$ 'ye göre çizilen eğrileri: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 49. Değişik Ag katkı oranlarında hazırlanan numunelerin özdirenç ölçümülerinden InP'nun $1/T$ 'ye göre çizilen eğrileri



Şekil 50. %15 wt. Ag katkılı numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümülerinden $\ln \rho$ 'nın $1/T$ 'ye göre çizilen eğrileri: (a) ZFC, (b) FC



Şekil 51. %20 wt. Ag katkılı numunenin magnetik alan altında alınan özdirenç ölçümülerinden $\ln\rho$ 'nın $1/T$ 'ye göre çizilen eğrileri: (a) ZFC, (b) FC

Çizelge 7. 1 T alan altında ZFC ve FC uygulamalarından TAFF için hesaplanan aktivasyon enerjileri

Numune	TAFF İçin Aktivasyon Enerjileri (eV)		
	Alansız	1 T'da ZFC	1 T'da FC
YBCO (Ag yok)	6.037	1.312	1.255
YBCO+%5 wt. Ag	4.671	1.218	0.825
YBCO+%10 wt. "	0.598	0.211	0.096
YBCO+%15 wt. "	0.242	0.046	0.044
YBCO+%20 wt. "	0.242	0.045	0.040
YBCO+%25 wt. "	0.194	0.044	0.037
YBCO+%30 wt. "	0.150	0.040	0.033

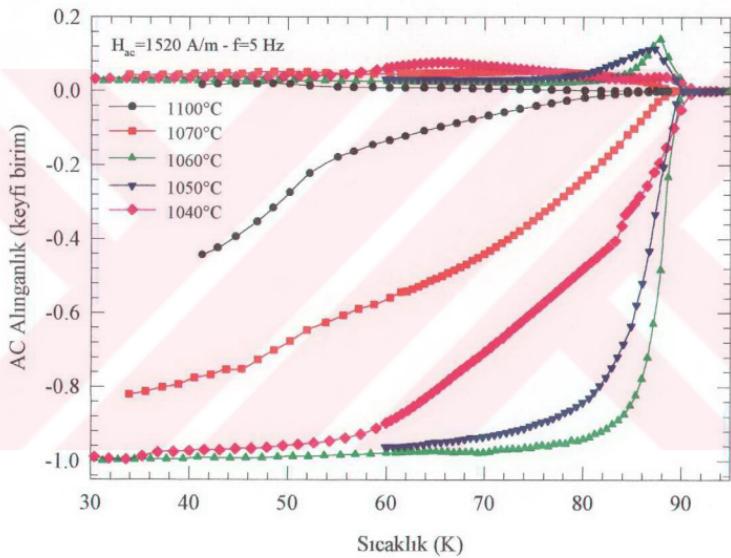
Şekil 50 ve 51 ise %15 wt. Ag ile %20 wt. Ag katkılı numunelerin özdirenç ölçümülerinden $\ln \rho$ 'nın $1/T$ 'ye göre çizilen eğrileri göstermektedir. Çizelge 8 ise bu eğrilerden hesaplanan aktivasyon enerjilerini göstermektedir. Bu numunelerde magnetik alan arttıkça aktivasyon enerjisinin azaldığı görülmektedir [25].

Çizelge 8. Farklı magnetik alanlarında %15 wt. Ag ve %20 wt. Ag katkılı numunelerden TAFF için hesaplanan aktivasyon enerjileri

Magnetik Alan (T)	TAFF İçin Aktivasyon Enerjileri (eV)			
	YBCO+%15 wt. Ag		YBCO+%20 wt. Ag	
	ZFC	FC	ZFC	FC
0.70	0.064	0.066	0.055	0.051
0.85	0.051	0.058	0.049	0.048
1.00	0.046	0.044	0.045	0.040

3.3.4. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Süperiletkenlerinde AC Alınganlık Ölçümleri

Histeritik magnetizasyonlu tek fazlı II. tip süperiletkenler için, aki sabitleştirme (flux pinning) mekanizmasının olmadığı durumda, AC alınganlık, süperiletkenlige geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda real kısım (χ') belirgin bir şekilde düşüş gösterirken, imajiner kısımda (χ'') bir pik oluşur. Süperiletkenlige geçiş sıcaklığının altındaki χ' 'nın düşüşü, süperiletkenin içinden akının dışlanması ile alakalıdır. Bu da diamagnetik karakterin bir ölçüsüdür. χ'' 'daki pik ise AC kayıp ile ilgilidir.

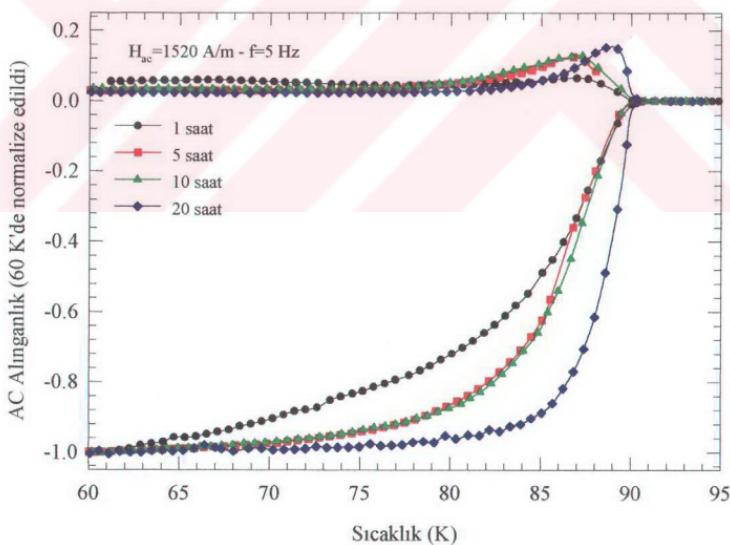


Şekil 52. Farklı sıcaklıklarda 10 saat süre ile kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin AC alınganlık ölçümleri

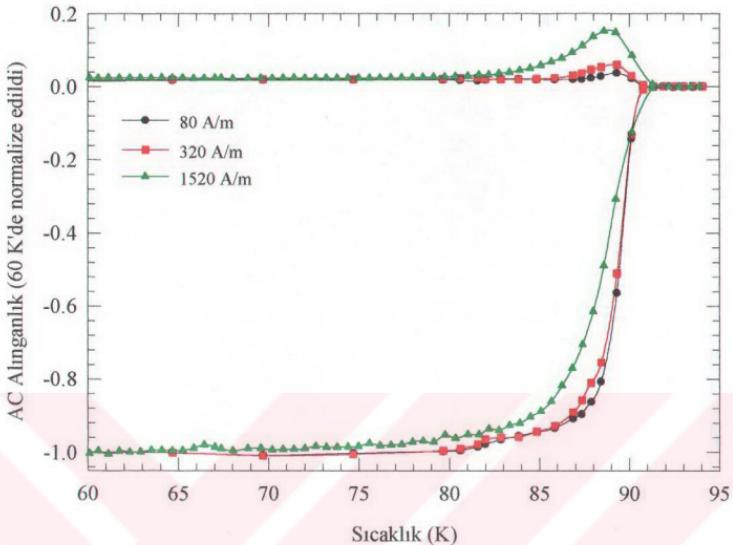
Şekil 52, farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin sıcaklığa bağımlılığını 5 Hz ve 1520 A/m AC alanda göstermektedir. Geleneksel olarak, geçiş sıcaklığının bulunmasında, magnetik karakterizasyon için genellikle 1 kHz civarında birkaç mOe'lik küçük genlikli alan kullanılır. Fakat ölçüm yapılırken, özellikle numuneler arasındaki farka bakmak için, 1520 A/m'lık büyük

sürücü genliği ve 5 Hz küçük frekansı seçildi. Düşük AC alinganlık ölçümleri genellikle geçiş genişliğinde belirgin bir farklılık göstermemektedir. Bunun sebebi ise akının (geçiş süresinde) tersinmez hareketinin iyi numunelerde tamamen yalıtlıbilir olmasıdır. Şekilde görüldüğü gibi yüksek kritik akımlı en iyi numuneler 1050°C'de ve 1060°C'de üretilenlerdir.

Şekil 53, 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin, büyümeye süresine bağımlılığını 5 Hz ve 1520 A/m AC alanda göstermektedir. Kritik sıcaklık olan 90 K civarında eğriler birleşmektedir. Fakat süperilekenlige geçiş sıcaklığının altında eğriler, sıcaklık düştükçe ayrılmaktadır. Reel kısımdaki keskinlik, tanelerin birbirine bağlantılarıyla orantılıdır. Bu nedenle kritik akım yoğunluğu, yani, taneler arası iyi bağlantı daha keskin geçiş verecektir. Bu nedenle, kritik akım yoğunluğuna dayanarak en iyi numune 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunedir. Bu numunenin AC alinganlığı, AC alan şiddetinin fonksiyonu olarak Şekil 54'de görülmektedir.



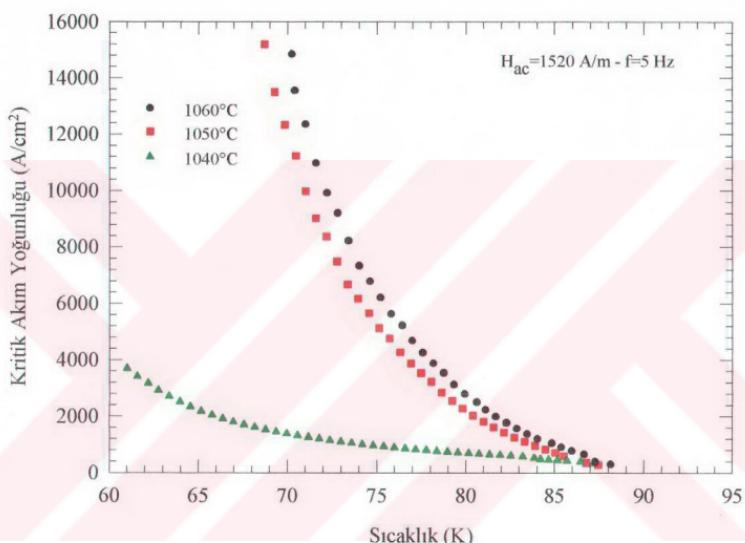
Şekil 53. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin AC alinganlık ölçümleri



Şekil 54. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin farklı alanındaki AC alınganlık ölçümleri

Şekil 53 ve 54'te, Bean modeli kullanılarak nicel olarak açıklanan sonuçlar görülmektedir [36]. Bu modele göre, düzgün bir alanın, kritik akım yoğunluğu (J_c) sabit olan bir numuneye nüfuz ettiği kabul edilir ve ölçülen AC alan genliği $H_m \sim J_c(T_p)$ olduğunda sanal alınganlık maksimum olur. Burada a numunenin boyutudur $J_c(T_p)$ ise imajiner pikin maksimum olduğu sıcaklığındaki (T_p) akım yoğunluğuudur. $H_m < H_p$ olduğu düşük sıcaklıklarda, H_m AC alanın pik değeridir ve H_p ise süperiletkenin merkezine tamamen giren alandır. Bu alan, belirgin bir histeresis meydana getirecek şekilde, sadece kısa mesafelerde tersinir (reversible) girme yapar (M-H eğrisi lineerdir). Bu nedenle χ_1'' sıfır yakındır, hatta Bean modeli, süperiletkenlige geçiş sıcaklığının altındaki bütün alanlar için tersinmez (irreversible) alan girişinin olduğunu kabul eder. Sıcaklık yükseldiğinde, giren alan H_p gittikçe küçülür ve ölçülen alan süperiletkenin içinde daha derine girmeye başlar, bu durumda imajiner kısım (χ''), alan süperiletkenin merkezine ulaşıcaya kadar büyümeye devam

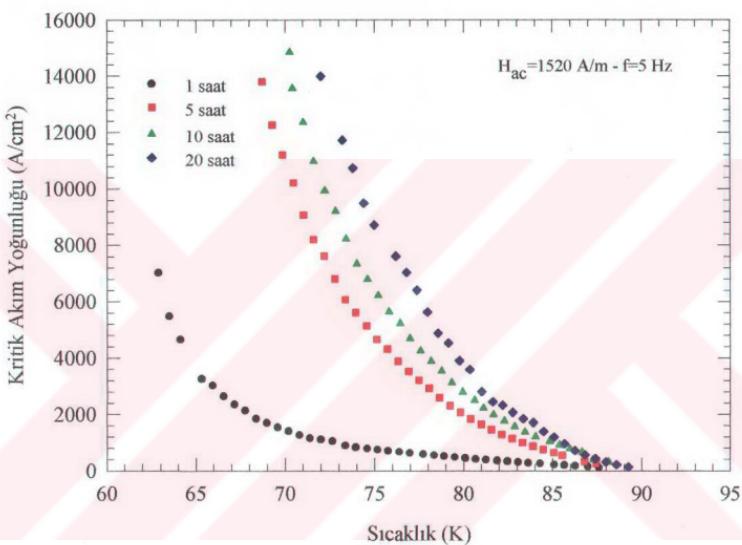
eder. T_p 'nin üzerinde, $H_m > H_p$ durumunda ölçülen alanda, süperiletkenlikte geçiş sıcaklığına doğru artan sıcaklıklarda kritik akım yoğunluğu küçük olan numunelerdeki χ'' değeri sıfıra düşmeye başlar. χ'' de tek pikin oluşması, numunenin boyutuna bağlı olduğu gibi, kritik akım taşıma kapasitesine de bağlıdır. Ayrıca uygulanan alanın frekansa bağlı olmadığı bilinmektedir. Alanın genliğinin artmasıyla, Şekil 54'teki geçiş genişliğindeki artma, düşük sıcaklıklarda akı tutulmasından ileri gelmektedir.



Şekil 55. Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin kritik akım yoğunlukları

Clem [29], Bean modelini kullanarak, T_p civarındaki sıcaklıklarda ölçülen alınganlıktan, taneler arası ve tane içi kritik akım yoğunlığını ($J_c(T)$) tahmin etmek için bir analitik ifade türetmiştir. Magnetik olarak tahmin edilen J_c değeri, seçilen bazı numunelerin sıcaklığın fonksiyonu olarak Şekil 55'de verilmiştir. Burada numuneler için, $J_c(T_p) = H_m / \sqrt{a \cdot b}$ yaklaşımı yapılmıştır, a.b numunenin kesit alanıdır. Pik sıcaklığı olan T_p 'nin ötesindeki sıcaklıklarda numunelerin J_c değerini tahmin etmek için Clem yaklaşımı [29] kullanıldı. En iyi kalitedeki numunelerin, 77 K civarında J_c

değerleri sırasıyla 3450 A/cm^2 ve 3770 A/cm^2 olan 1050°C ’de ve 1060°C ’de 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numuneler oldukları görülebilir. Standart katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan numunelerin kritik akım yoğunlukları birkaç yüz A/cm^2 ’den daha az olduğu için, eritme-hızlı soğutma-büyütme için uygun sıcaklık 1050°C ve 1060°C civarındadır. Bu da Şekil 32’deki optik fotoğraflarla uyum içindedir.



Şekil 56. 1050°C ’de farklı sürelerde kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin kritik akım yoğunlukları

Şekil 56’da kristal büyütme süresinin etkisini göstermek için 1050°C ’de değişik kristal büyütme sürelerinde hazırlanan numunelerin tahmin edilen kritik akım yoğunluk (J_c) değerleri verildi. Şekil 55 ve 56’dan görüldüğü gibi 20 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numune yaklaşık olarak 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunenin kritik akım yoğunluğunun iki katı olacak şekilde en iyi kritik akım yoğunluğuna sahiptir. Aynı davranış 1 saat ile 5 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerde de görülebilir. Fakat, 5 saat ile 10 saat kristal

büyütme işlemine tabi tutulan numuneler arasında kritik akım yoğunluğunundaki (J_c) bu farklılık fazla belirgin değildir. Bunun sebebi, iki numune arasında belirgin bir yapı farkının olmamasıdır. 123 fazi etrafındaki sıvı faz bir miktar azalmasına rağmen, 5 saat ve 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerde temiz tane sınırları (Şekil 33) ve potansiyel sabitleştirme (pinning) merkezleri bulunmamaktadır. Ayrıca, temiz tane sınırlarının ve süperiletken olmayan 211 çökeltilerinin düzgün olarak dağılması yüksek kritik akım yoğunluğunun (J_c) oluşmasına sebeptir. Bu nedenle 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numune 77,45 K'de 8000 A/cm²'lik kritik akım yoğunluğuna sahiptir. Bu değer, katıhal tepkime ve diğer eritme yöntemiyle hazırlanan numunelerinkinden daha yüksektir. Bu numuneler için daha uzun kristal büyütme süresinin, daha yüksek kritik akım yoğunluğu vereceği beklenir.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkenleri Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye (FQMG) metodu kullanılarak üretildi. Bilindiği gibi YBCO numunesinin erime sıcaklığı 1435°C 'dir. Bu sıcaklığa çıkıldığında kullanılan Al_2O_3 potasından aliminyum (Al) atomları numuneye difüzyon yoluyla girerek stokiyometriyi değiştirmekte ve süperiletkenliği ortadan kaldırmaktadır. Bu potadan ileri gelen kirliliği ortadan kaldırmak için Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye (FQMG) metodu geliştirildi. Hazırlanan numuneler, büyük taneli, içerisinde çok miktarda akı sabitleştirme merkezleri (pinning centers) bulunan, akım taşıma kapasitesi yüksek ve magnetik alana dayanıklı $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkenleridir. İyi kalitede $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkeni üretmek için uygun hazırlama şartları araştırıldı ve $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkenleri üzerine Ag^{+} nin etkisi incelendi.

Eritilip-hızlı soğutulmuş malzemenin faz geçişleri diferansiyel termal analiz (DTA) ile araştırıldı ve normal YBCO ile karşılaştırıldı. Standart YBCO malzemesine ait eğrilerde 964°C 'de gözlenen endotermik pik kısmının erime noktasını göstermektedir. Bu da katıhal tepkime metodu ile hazırlanan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ numunesinin 950°C olan tavlama sıcaklığı ile iyi bir uyum içerisindeydi. Eritilip-hızlı soğutulmuş malzeme 990°C civarında $211+\text{sıvı}$ fazına ayrışmaya başlamıştır. Bu sıcaklık, peritektik sıcaklık sınırı (1030°C) içerisinde bulunduğuundan YBCO için kristal büyütmenin bu sıcaklık civarında yapılabileceği sonucunu ortaya çıkarmaktadır.

Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütmeye (FQMG) metodu kullanılarak değişik sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ süperiletkenlerinin x -ismini kırınım desenlerine bakıldığından, bütün numunelerin ortorombik yapıda olduğu görülmüştür. Sıvı faz oranı fazla olduğu için 1100°C ve 1070°C 'nin süperiletken numune üretmede uygun sıcaklık olmadığı yapısal ve fiziksel analizlerden anlaşılmıştır. En iyi kristal büyütme sıcaklığının 1050°C ve 1060°C civarında olduğu tesbit edilmiştir. 1050°C 'de 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin x -ismini kırınım desenine bakıldığından, tanelerin a-b düzleminde

büyüdüğü (texturing) ve bu düzlemlerin c-ekseni boyunca yönlendiği görülmektedir. 1050°C'de farklı sürelerde kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin x-ışını kırınım desenlerinden, en iyi büyümeye süresinin 10 saat ve üzeri olduğu bulunmuştur.

Önceden ısıtılmış fırına 1100°C'de konup 20 dakika bekletildikten sonra, 1070°C'de 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numune ile 1100°C'de konup 60 dakika bekletildikten sonra, 1070°C'de 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin optik fotoğraflarına bakıldığından, 20 dakika bekletilen numunenin tane büyülüğünün 60 dakika bekletilenden daha küçük olduğu görüldü. Bu da, Y_2BaCuO_5 (211) bileşiginin $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşğini oluşturmak için sıvı fazla reaksiyona girme süresinin az olduğunu göstermektedir.

Farklı sıcaklıklarda 10 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunelerin optik fotoğraflarına bakıldığından 1050°C ve 1060°C'de üretilen numunelerin tanelerinin büyülüklerinin gayet iyi olduğu görülmektedir. Taneler arası bağlantı ve 211 çökeltilerinin dağılışına bakıldığından ise 1050°C'nin büyük taneli $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ numunesi üretmek için elverişli olduğu görülmüştür. 1050°C'de farklı sürelerde üretilen numunelere bakıldığından ise, 20 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunenin taneler arasındaki sınırlarının temiz olduğu ve yabancı faz içermediği görüldü.

Bu numunelerin düşük sıcaklık direnç ölçümüne bakıldığından 1050°C'de ve 1060°C'de 10 saat büyütülen numunelerin keskin geçişe sahip oldukları, 1050°C'de 20 saat büyütülen numunenin ise 90 K'de en keskin geçişe sahip olduğu görüldü. Bu numunelerin alanındaki düşük sıcaklık direnç ölçümünden 1050°C'de 20 saat büyütülen numunenin alana en dayanıklı numune olduğu görüldü. Ayrıca numunelerde FC işleminin daha fazla yarılmaya sebep olduğu gözlenmiştir.

Normalize edilmiş direnç eğrilerinde, düşük sıcaklık piki görülmüştür. Bu düşük sıcaklık piki, magnetik alan altında taneler arası sınırlarda hareket eden akıllara (flux) karşılık gelmektedir. Yüksek sıcaklık pikinin gözlenmemiş olması, magnetik alanın tane içindeki akıların harekete geçmesine yeterli olmadığını göstermektedir.

1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemeye tabi tutulan numunenin aktivasyon enerjileri, alan yokken 6,037 eV, 1 T alan altında ZFC uygulaması için 1,312 eV, FC

uygulaması için ise 1,255 eV'dur. FC uygulamasında yarılmmanın daha fazla olduğu görülmektedir.

AC alınganlık ölçümleri de düşük sıcaklık direnç ölçümelerini desteklemektedir. 10 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelerin AC alınganlık eğrilerinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları, 77 K civarında 1050°C'de üretilen numunenin 3450 A/cm^2 , 1060°C'de üretilen numunenin 3770 A/cm^2 dir. 1050°C'de 20 saat kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunenin kritik akım yoğunluğu ise 77,45 K'de 8000 A/cm^2 olarak bulundu.

İkinci aşamada üretilen Ag katkılı numunelerin x-ışını kırınım desenleri incelediğinde bütün numunelerin ortorombik yapıda olduğu görülmektedir. Ag piki, gümüş katkı oranı %15 wt. ve üzeri olduğu zaman 2θ , 38° civarında görülmüştür. Bu numunede 2θ , 32° civarındaki (103) süperiletken pikinin şiddeti düşmüştür. Bu da ortorombik süperiletken yapının bozulmaya başladığını göstermektedir. Ayrıca gümüş miktarı arttıkça yabancı fazların miktarı da artmaya başlamıştır.

Ag katkılı numunelerin optik fotoğraflarında %5 wt. Ag katkılı numuneden başlayarak, bütün numunelerde gümüş görülmeye başlanmıştır. Bu da $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ içinde gümüşün çözünürlüğünün düşük olduğunu göstermektedir. Optik fotoğraflarda görüldüğü gibi gümüş miktarı arttıkça ikinci faz oranı artmıştır. Bu da x-ışını kırınım desenleri ile uyum içindedir.

Bu numunelerin düşük sıcaklık direnç ölçümelerine bakıldığındá %15 wt. ve %20 wt. Ag katkılı numunelerin 92 K'de en yüksek geçiş sahip oldukları görülmektedir. Alan altındaki ölçümlerde ise en kaliteli numunenin %20 wt. Ag katkılı numune olduğu gözlandı. Ayrıca bu numunelerde, oksijen eksikliğinin geçiş eğrisinin şeklini değiştirdiği gözlandı. %20 wt. Ag katkısının üstündeki katkılarda geçiş sıcaklığı düşmeye başlamıştır. Bu numunelerin normalize edilmiş direnç eğrilerinde, Ag katkısız numunelerde olduğu gibi sadece düşük sıcaklık piki gözlenmiştir.

Ag katkılı numunelerde magnetik alan yokken elde edilen direnç eğrilerine bakıldığındá gümüş miktarı arttıkça, aktivasyon enerjisinin azaldığı görülmüştür. Magnetik alan uygulandığında ise, aktivasyon enerjisinde daha da azalma görülmüştür.

5. ÖNERİLER

Bu çalışmada, kalsine edilen $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ tozu tabletler haline getirildi ve tabletler tek tek Al_2O_3 plaka üzerinde LPG- O_2 alevi kullanılarak eritildi. Eritilen numuneler bir bakır plaka üzerine döküldü ve eritme esnasındaki faz durumunu korumak için diğer bir plaka ile sandviç edildi. Bu tozlar tekrar öğütülerek kristal büyütmede kullanmak için tabletler haline getirildi. Eritme işlemi platin pota kullanılarak gerçekleştirilir ve bir bakır plaka üzerine dökülp hızlı soğutulursa, büyütme işleminden sonra iki yöntem arasındaki temel farklar ortaya konabilir. Çünkü platin pota ile hazırlanacak olan numunenin hepsi aynı özelliğe sahip olacaktır.

Ayrıca Ag katkılı ve katkısız $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ numunelerinin, kaldırma kuvvetleri incelenebilir. Basit bir düzenek hazırlanarak, süperiletken hale soğutulan tablet üzerine önceden ağırlığı bilinen bir mıknatıs konur ve tablet ile mıknatıs arasındaki mesafe hareketli bir teleskop ile ölçülür. Mıknatısın üzerine ağırlığı bilinen parçalar tek tek konarak, her durum için aradaki mesafe ölçülür. Bu işleme mıknatıs ile tablet birbirine temas edinceye kadar devam edilir. Aynı işlemin tersi gerçekleştirilir. Her iki durum için $F \sim r$ grafiği çizilerek itici ve çekici kuvvetlerin değişimi tesbit edilmelidir.

Bunların yanında magnetik alan altındaki direnç ölçümleri yapılırken, tane içi aki sürüklənməsini görmek için 1 T'dan daha büyük magnetik alan uygulanabilir.

6. KAYNAKLAR

1. Cyrot, M. ve Pavuna, D., *Introduction to Superconductivity and High-T_c Materials*, World Scientific, Singapore, 1992.
2. Ginzburg, V. L. ve Kirznits, D. A., *High Temperature Superconductivity*, Consultans Bureau, New York and London, 1982.
3. Fröhlich, H., Theory of the Superconducting State. I. The Ground State at the Absolute Zero of Temperature, Physical Review, 79, 5 (1950) 845-856.
4. Maxwell, E., Isotope Effect in the Superconductivity of Mercury, Physical Review, 78 (1950) 477.
5. Bardeen, J., Cooper, L. N. ve Schrieffer, J. R., Theory of Superconductivity, Physical Review, 108, 5 (1957) 1175-1204.
6. Bean, C. P., Magnetization of Hard Superconductors, Phys. Rev. Lett., 8, 6 (1962) 250-253.
7. Bednorz, J. G. ve Müller, K. A., Possible High T_c Superconductivity in the La-Ba-Cu-O System, Z. Phys. B-Condensed Matter, 64 (1986) 189-193.
8. Cava, R. J., Batlogg, B., van Dover, R. B., Murphy, D. W., Sunshine, S., Siegrist, T., Remeika, J. P., Rietman, E. A., Zahurak, S. ve Espinosa, G. P., Bulk Superconductivity at 91 K in Single-Phase Oxygen-Deficient Perovskite Ba₂YCu₃O_{9-δ}, Phys. Rev. Lett., 58, 16 (1987) 1676-1679.
9. Chu, C. W., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L. ve Huang, Z. J., Superconductivity at 52.5 K in the Lanthanum-Barium-Copper-Oxide System, Science, 235 (1987) 567-569.
10. Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y. Q. ve Chu, C. W., Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O System at Ambient Pressure, Phys. Rev. Lett., 58, 9 (1987) 908-910.

11. Michel, C., Hervieu, M., Borel, M. M., Gradlin, A., Deslandes, F., Provost, J. ve Raveau, B., Superconductiviyt in the Bi-Sr-Cu-O System, Z. Phys. B-Condensed Matter, 68 (1987) 421-423.
12. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukitomi, M. ve Asano, T., A New High-T_c Oxide Superconductor without a Rare Earth Element, Jpn. J. Appl. Phys., 27, 2 (1988) 209-210.
13. Sheng, Z. Z. ve Hermann, A. M., Superconductivity in the Rare-Earth-Free Tl-Ba-Cu-O System Above Liquid-Nitrogen Temperature, Nature, 332 (1988) 55-59.
14. Hazen, R. M., Finger, L. W., Angel, R. J., Prewitt, C. T., Ross, N. L., Hadidiacos C. G., Heaney P. J., Veblen, D. R., Sheng, Z. Z., El-Ali, A. ve Hermann, A. M., 100 K Superconducting Phases in the Tl-Ca-Ba-Cu-O System, Phys. Rev. Lett., 60, 16 (1988) 1657-1660.
15. Murakami, M., Gotoh, S., Fujimoto, H., Yamaguchi, K., Koshizuka, N. ve Tanaka, S., Flux Pinning and Critical Currents in Melt Processed YBaCuO Superconductors, Supercond. Sci. Technol., 4 (1991) S43-50.
16. Murakami, M., Gotoh, S., Fujimoto, K., Koshizuka, N. ve Tanaka, S., Comparative Study of Flux Pinning, Creep and Critical Currents Between YBaCuO Crystals with and without Y₂BaCuO₅ Inclusion, AMSAHTS 90, 2-6 April 1990, Greenbelt, MD.
17. Anderson P. W., Theory of Flux Creep in Hard Superconductors, Phys. Rev. Lett., 9, 7 (1962) 309-311.
18. Murakami, M., Gotoh, S., Koshizuka, N., Tanaka, S., Matsushita, T., Kambe, S. ve Kitazawa K., Critical Currents and Flux Creep in Melt Processed High T_c Oxide Superconductors, Cryogenics, 30 (1990) 390-396.
19. Pingxiang, Z., Lian, Z., Ping, J., Weimin, B., Xiaozu, W. ve Zuhan, L., Flux Pinning of Stacking Faults and Dislocations in YBCO Bulks, Physica C, 235-240 (1994) 2733-2734.
20. Murakami, M., Oyama, T., Fujimoto, H., Gotoh, S., Yamaguchi, K., Shiohara, Y., Koshizuka, N. ve Tanaka, S., Melt Processing of Bulk High T_c Superconductors and Their Application, IEEE Trans. Mag., 27, 2 (1991) 1479-1486.

21. Shi, D., Sengupta, S., Luo, J. S., Varanasi, C. ve McGinn, P. J., Extremely fine Precipitates and Flux Pinning in Melt-Processed $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, Physica C, 213 (1993) 179-184.
22. Palstra, T. T. M., Batlogg, B., van Dover R. B., Schneemeyer, L. F. ve Waszczak J. V., Dissipative Flux Motion in High-Temperature Superconductors, Physical Review B, 41, 10 (1990) 6621-6632.
23. Maley, M. P., Willis, J. O., Lessure, H. ve McHenry M. E., Dependence of Flux-Creep Activation Energy Upon Current Density in Grain-Aligned $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Physical Review B, 42, 4 (1990) 2639-2642.
24. Kung, P. J., Maley, M. P., McHenry M. E., Willis, J. O., Murakami, M. ve Tanaka, S., Flux Pinning by Y_2BaCuO_5 Precipitates and Field -and Temperature- Driven Pinning Centers in Melt-Powder-Melt-Growth Processed $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, Physical Review B, 48, 18 (1993) 13922-13938.
25. Sun, H. B., Russell, G. J. ve Taylor, K. N. R., Systematic Study of Pinning Energy for Oxygen-Deficient YBCO, Physica C, 241 (1995) 219-227.
26. Ullrich, M., Müller, D., Heinemann, K., Niel, L. ve Freyhardt, H. C., High Activation Energy for TAFF and Pinning by Fine Inclusions in Melt Textured $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, IEEE Trans. App. Supercond., 3, 1 (1993) 1386-1389.
27. Müller, K. H., Collocott, S. J., Driver, R. ve Savvides, N., AC Susceptibility of Granular Superconductors, Supercond. Sci. Technol., 4 (1991) S325-327.
28. Maxwell, E. ve Strongin, M., Filamentary Structure in Superconductors, Phys. Rev. Lett., 10, 6 (1963) 212-215.
29. Clem, J. R., Granular and Superconducting-Glass Properties of the High-Temperature Superconductors, Physica C, 153-155 (1988) 50-55.
30. Müller, K. H., AC Susceptibility of High Temperature Superconductors in a Critical State Model, Physica C, 159 (1989) 717-726.
31. Nikola, M. ve Goldfarb, R. B., Flux Creep ve Activation Energies at the Grain Boundaries of Y-Ba-Cu-O Superconductors, Physical Review B, 39, 10 (1989) 6615-6618.

32. Geshkenbein, V. B., Vinokur, V. M. ve Fehrenbacher, R., AC Absorption in the High-T_c Superconductors: Reinterpretation of the Irreversibility Line, Physical Review B, 43, 4 (1991) 3748-3751.
33. Brandt, E. B., Dynamics of the Flux-Line Lattice in High-T_c Oxides, Physica C, 185-189 (1991) 270-275.
34. Ishida, T. ve Goldfarb, R. B., Fundamental and Harmonic Susceptibilities of YBa₂Cu₃O_{7-δ}, Physical Review B, 41, 13 (1990) 8937-8948.
35. Goldfarb, R. B., Lelemental, M. ve Thompson, C. A., Alternating-Field Susceptometry and Magnetic Susceptibility of Superconductors, Plenum Press, New York, 1992.
36. Bean, C. P., Magnetization of High-Field Superconductors, Rev. Mod. Phys., 36 (1964) 31-39.
37. Murakami, M., Processing of Bulk YBaCuO, Supercond. Sci. Technol., 5 (1992) 185-203.
38. Yvon, K., François, M., Crystal Structures of High-T_c Oxides, Z. Phys. B-Condensed Matter, 76 (1989) 413-444.
39. Dew-Hughes, D., Ceramic Superconductors - Developments and Prospects, Ceramics, December (1988) 741-745.
40. Cieplak, M. Z., Xiao G., Chien C. L., Bakhshai A., Artymowiez D., Bryden W., Stalick J. K. ve Rhyne J. J., Incorporation of Gold into YBa₂Cu₃O₇: Structure and T_c Enhancement, Physical Review B, 42, 10 (1990) 6200-6208
41. Dzhafarov, T. D., Altunbaş, M., Varilci, A. ve Küçükömeroğlu, T., The Effect of Au Diffusion on Structural and Superconducting Properties of YBaCuO, Materials Letters, 25 (1995) 81-86.
42. Tarascon, J. M., Barboux, P., Miceli, P. F., Greene, L. H., Hull, G. W., Eibschutz, M. ve Sunshine, S. A., Structural and Physical Properties of the Metal (M) Substituted YBa₂Cu_{3-x}M_xO_{7-y} Perovskites, Physical Review B, 37, 13 (1988) 7458-7469.
43. Yang, C. Y., Moodenbaugh, A. R., Wang, Y. L., Xu, Y., Heald, S. M., Welch, D. O., Suenaga, M., Fischer, D. A. ve Penner-Hahn, J. E., X-ray Absorption Near-

Edge Studies of Substitution for Cu in $\text{YBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_{7-\delta}$ ($\text{M}=\text{Fe, Co, Ni and Zn}$), Physical Review B, 42, 4 (1990) 2231-2241.

44. Monot, I., Verbist, K., Hervieu, M., Laffez, P., Delamare, M. P., Wang, J., Desgardin, G. ve Tendeloo, G. V., Microstructure and Flux Pinning Properties of Melt Textured Grown Doped $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, Physica C, 274 (1997) 253-266.
45. Jin, S., Sherwood, R. C., Gyorgy, E. M., Tiefel, T. H., van Dover, R. B., Nakahara, S., Schneemeyer, L. F., Fastnacht, R. A. ve Davis, M. E., Large Magnetic Hysteresis in a Melt-Textured Y-Ba-Cu-O Superconductor, Appl. Phys. Lett., 54, 6 (1989) 584-586.
46. McGinn, P., Zhu, N., Chen, W., Lanagan, M. ve Balachandran, U., Zone Melt Texturing of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ with Silver Additions, Physica C, 167 (1990) 343-347.
47. Lee, D. ve Salama, K., Enhancements in Current Density and Mechanical Properties of Y-Ba-Cu-O/Ag Composites, Jpn. J. Appl. Phys., 29, 11 (1990) L2017-L2019.
48. Day, M. J., Sutton, S. D., Wellhofer, F. ve Abell, J. S., The Microstructural and Critical Current Properties of Melt-Processed YBCO+Ag Thick Films, Supercond. Sci. Technol., 6 (1993) 96-105.
49. Sen, A. ve Maiti, H. S., Mechanism of Silver-Induced Enhanced Synthesis of $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Physica C, 229 (1994) 188-192.
50. Zhang, C., Kulpa, A. ve Chaklader, A. C. D., Silver Solubility in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, Physica C, 252 (1995) 67-78.
51. Haetinger, C., Abrego Castillo, I., Kunzler, J.V., Ghivelder, L., Pureur, P. ve Reich, S., thermal Expansion and Specific Heat of non-Random YBCO/Ag Composites, Supercond. Sci. Technol., 9 (1996) 639-643.
52. Yeh, F. ve White, K. W., Fracture Toughness Behavior of the $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Superconducting Ceramic with Silver Oxide Additions, J. Appl. Phys., 70, 9 (1991) 4989-4994.
53. MacManus-Driscoll, J. L., Bravman, J. C. ve Beyers, R. B., Phase Equilibria in the Y-Ba-Cu-O System and Melt Processing of Ag Clad $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Tapes at Reduced Oxygen Partial Pressures, Physica C, 241 (1995) 401-413.

54. Marshall, A. F., Barton, R. W., Char, K., Kapitulnik, A., Oh, B., Hammond, R. H. ve Laderman, S. S., Ordered-Defect Structure in Epitaxial $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Thin Films, Physical Review B, 37,16 (1988) 9353-9363.
55. Jin, S. ve Graebner, J. E., Processing and Fabrication Techniques for Bulk High- T_c Superconductors, Materials Science and Engineering, B7 (1991) 243-260.
56. Nellis, W. J. ve Woolf, L. D., Novel Preparation Methods for High T_c Oxide Superconductors, Mrs Bulletin, January (1989) 63-66.
57. Shield, T. C., Abell, J. S., Reactive Growth of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Thick Films on Yttria Substrates, Physica C, 235-240 (1994) 391-392.
58. Jin, S., Tiefel, T. H., Sherwood, R. C., van Dover, R. B., Davis, M. E., Kammlott, G. W. ve Fasttnacht, R. A., Melt-Textured Growth of Polycrystalline $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ with High transport J_c at 77 K, Physical Review B, 37, 13 (1988) 7850-7853.
59. Monot, I., Delamare, M.-P., Wang, J., Desgardin, G. ve Raveau, B., Growth Mechanism of Textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\text{x}}$ Superconductor Performed by the Melt Texture Growth, Physica C, 235-240 (1994) 457-458.
60. Oleynikov, N. N., Lee, S. R., Goodilin, E. A. ve Kazin, P. E., A Modified QMG Method of High J_c YBCO Preparation, Journal of Alloys and Compounds, 195 (1993) 27-30.
61. Morita, M., Kimura, K., Doi, K., Kimura, M., Miyamoto, K. ve Sawado, K., Microstructure of a Unidirectionally Grown YBaCuO Superconductor by the Quench and Melt Growth Process, Physica B, 165-166 (1990) 1673-1674.
62. Yanmaz, E., Abell, J. S. ve Harris, I. R., $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\gamma}$ Superconducting Oxides Obtained by Arc-Casting, Journal of the Less-Common Metals, 164-165 (1990) 193-199.
63. Yanmaz, E., Drake, A., Harris, I. R. ve Abell, J. S., Melt Processing of Powdered Arc-Cast $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Materials, Journol of Alloys and Compounds, 195 (1993) 23-26.
64. Murakami, M., Melt Processing of YBaCuO Superconductors and Critical Currents, Mod. Phys. Lett. B, 4 (1990) 163-179.

65. Kikuchi, M., Syono, Y., Tokiwa, A., Ohishi, K., Arai, H., Hiraga, K., Kobayashi, N., Sasaoka, T. ve Muto, Y., Thermal and X-Ray Analyses of High Temperature Superconductors $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.74}$, Jpn. J. Appl. Phys., 26, 86 (1987) L1066-L1069.
66. Goyal, A., Oliver, W. C., Funkenbusch, P. D., Kroeger, D. M. ve Burns S. J., Mechanical Properties of Highly Aligned $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Effect of Y_2BaCuO_x Particles, Physica C, 183 (1991) 221-233.
67. Feenstra, R., Christen D. K., Klabunda, C. E. ve Budai, J. D., Role of Oxygen Vacancies in the Flux-Pinning Mechanism, and Hole-Dopping Lattice Disorder in High-Current-Density $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Films, Physical Review B, 45, 13 (1992) 7555-7558.
68. Chikumoto, N., Ozawa, S., Yoo, S. I., Hayashi, N. ve Murakami, Effects of Oxygen Content on the Superconducting Properties of Melt-Textured LRE123 Supervonductors, Physica C, 278 (1997) 187-191.
69. Theuss, H. ve Kronmüller, H., The Influence of a Point Defect Structure on the Magnetic Properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Polycrystals, Physica C, 177 (1991) 253-261.
70. Ossandon, J. G., Thompson, J. R., Christen, D. K., Sales, B. C., Kerchner, H. R., Thomson, J. O., Sun, Y. R., Lay, K. W., ve Tkaczyk, J. E., Physical Review B, 45, 21 (1992) 12534-12547.
71. Sandiumenge, F., Martinez, B. ve Obradors, X., Tailoring of Microstructure and Critical Currents in Directionaly Solidified $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Supercond. Sci. Technol., 10 (1997) A93-A119.
72. Jorgensen, J. D., Beno, M. A., Hinks, D. G., Soderholm, L., Volin K. J., Hitterman, Grace, J. D., Schuller, Ivan K., Segre, C. U., Zhang, K. and Kleefisch, M. S., Oxygen Ordering and the Orthorhombic-to-Tetragonal Phase Transition in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, Physical Review B, 36, 7 (1987) 3608-3616.
73. Magliko, E. ve Schlesinger, Y., The AgNO_3 Route to the YBCO/Ag Composite: Structural and Electrical Properties, Supercond. Sci. Technol., 10 (1997) 134-141.
74. Xu, Y., Seunega, M., Gao, Y., Crow, J. E. ve Spencer, N. D., Irreversibility Temperatures in c-Axis-Oriented Powders of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$, and $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$, Physical Review B, 42, 13 (1990) 8756-8759.

75. Anderson P. W. ve Kim, Y. B., Hard Superconductivity: Theory of the Motion of Abrikosov Flux Lines, Reviews of Modern Physics, 36 (1964) 39-44.
76. Çelebi, S. ve LeBlanc, M. A. R., Flux-Trapping Phenomena in Sintered Tubes of High- T_c Superconductors, Physical Review B, 49, 22 (1994) 16009-16024.

7. ÖZGEÇMİŞ

14 Temmuz 1972 tarihinde Çanakkale'nin Bayramiç ilçesinde doğdu. İlk, Orta ve Lise öğrenimini Bayramiç'te tamamladı. 1990 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'ünü kazandı. 1994 yılı bahar döneminde bu bölümden mezun oldu. 1994-1995 Eğitim ve Öğretim yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Ocak 1995'te Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü kadrosunda araştırma görevlisi olarak Fizik Bölümü'nde göreveye başladı ve İngilizce bilmektedir.

