

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

FİZİK ANABİLİM DALI

**MgB₂ SÜPERİLETKENİNİN ÜRETİMİ
VE BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Burcu SAVAŞKAN

**ŞUBAT, 2007
TRABZON**

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

FİZİK ANABİLİM DALI

**MgB₂ SÜPERİLETKENİNİN ÜRETİMİ
VE BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Burcu Savaşkan

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
“Doktor”
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Enstitüye Verildiği Tarih : 22. 01. 2007
Tezin Savunma Tarihi : 27.02.2007**

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Selahattin ÇELEBİ
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM**

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Emin Zeki BAŞKENT

Trabzon 2007

ÖNSÖZ

Bu çalışmada, külçe MgB_2 süperiletkeni üretmek için sinterleme sürecinde, uygulanan Ar gazı basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin külçe örneğin yapısal, fiziksel ve mekaniksel özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Külçe MgB_2 süperiletkeni elde etmek için imkanlar ölçüsünde en ideal sinterleme süreci belirlenerek, süperiletkenlik özellikleri geliştirilmeye çalışıldı.

Yapılan deneysel çalışmaların yapısal, fiziksel ve manyetik özellikleri Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Fiziği Araştırma Laboratuvarında, mekaniksel özellikleri ise Gaziosman Paşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Fiziği Araştırma Laboratuvarında incelendi.

Tez danışmanlığımı üstlenerek gerek konu seçimi, gerekse çalışmaların yürütülmesi esnasında yardımlarını esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Ekrem YANMAZ'a teşekkürü bir borç bilirim. Tez izleme komitesi üyelerinden Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ'a ve Prof. Dr. Fazlı ARSLAN'a katkılarından dolayı teşekkür ederim. Ayrıca bu çalışmanın deneysel aşamalarında yardımını esirgemeyen Yrd.Doc.Dr. Uğur Kölemen'e, Dr. Şükrü ÇELİK'e, Dr. Tayfur KÜÇÜKÖMEROĞLU'na; Dr. Kemal ÖZTÜRK'e; bölümdeki tüm hocalarıma ve araştırma görevlisi arkadaşlara teşekkür ederim. Aynı zamanda çalışmalarım süresince gösterdiği desteğinden dolayı kardeşim İnş. Müh. Cumhuriyet Barış KOÇHAN'a teşekkür ederim.

Burcu SAVAŞKAN

Trabzon 2007

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
TABLolar DİZİNİ.....	XII
SEMBOLLER DİZİNİ.....	XIII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. Süperiletken Malzemeler.....	4
1.2.1. Süperiletken Elementler, İkili Alaşımlar ve Bileşikler.....	4
1.2.2. İntermetalik Bileşikler.....	5
1.2.3. Organik Süperiletkenler.....	6
1.2.4. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	7
1.2.5. MgB ₂ (Magnezyum Diborat) Süperiletkeninin Kristal Yapısı.....	8
1.3. MgB ₂ Süperiletkeni ve Avantajları.....	10
1.4. Süperiletkenliğe Ait Temel Bilgiler.....	13
1.4.1. Kritik Akım (I _c).....	15
1.4.2. Süperiletkenlerin Manyetik Özellikleri.....	16
1.4.3. I ve II. Tip Süperiletkenlerin Manyetik Özellikleri.....	16
1.4.4. Nüfuz Derinliği ve Koherens Uzunluğu.....	18
1.4.5. II. Tip Süperiletkenlerde Karışık Hal (Mixed State).....	19
1.4.6. II. Tip Süperiletkenlerin Manyetizasyonu.....	21
1.4.7. Tersinir ve Tersinmez Süperiletkenler.....	22
1.5. Malzemelerin Mekanik Özellikleri.....	24
1.5.1. Sertlik.....	24
1.5.2. Vickers Sertlik Analizi.....	25
1.5.3. Derinlik Duyarlı Çentme.....	26
1.5.4. Oliver – Pharr Metodu.....	30
1.6. Bor Elementinin Özellikleri.....	34

1.7.	Magnezyum Elementinin Özellikleri	35
2.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	37
2.1.	MgB ₂ Külçe Örneklerinin Hazırlanması	37
2.2.	Yapılan Ölçümler	39
2.2.1.	Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümü	39
2.2.2.	X-Işınları Kırınımı Ölçümleri	40
2.2.3.	Düşük Sıcaklık Manyetizasyon Ölçümü	41
2.2.4.	Külçe MgB ₂ Örneklerinin Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi	43
2.2.4.1.	Yükleme Metodu	45
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA	47
3.1.	Giriş	47
3.2.	Yapısal Analiz	47
3.2.1.	DTA Analizi	47
3.2.2.	XRD Analizleri	48
3.3.	Fiziksel Analiz	54
3.3.1.	M-T Ölçümleri	54
3.3.2.	M-H Ölçümleri	64
3.3.3.	Kritik Akım Yoğunluğunun Belirlenmesi	73
3.4.	Mekaniksel Analiz	81
3.4.1.	Vickers Mikrosertlik Ölçümleri	81
4.	SONUÇLAR	86
5.	ÖNERİLER	89
6.	KAYNAKLAR	90
	ÖZGEÇMİŞ	

ÖZET

Bu çalışmada, ticari olarak satılan MgB_2 tozundan basınç serisi, sıcaklık serisi ve zaman serisi olmak üzere üç seri külçe örnek üretildi. Külçe üretimi için yapılan sinterleme işleminde sinterleme süresince uygulanan Ar gazı basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin örneklerin yapısal, manyetik ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Elimizdeki imkânlar ölçüsünde en ideal sinterleme süreci belirlenerek örneklerin süperiletken özellikleri geliştirilmeye çalışıldı. Araştırmada, örneklerin yapısal analizi X-ışını kırınımı ölçümü ile, manyetik özellikleri PPMS sistemi kullanılarak M-T ve M-H ölçümleri ile incelendi. Örneklerin mekaniksel özelliklerini incelemek için Vickers Mikrosertlik Analizi, derinlik duyarlı mikrosertlik yöntemi ile yapıldı. Elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden, örneklerin dinamik sertlik (H_d) değerleri ve elastite modülü (E_r) değerleri Oliver-Parr metoduyla hesaplandı. Örneklerin X-ışını kırınımı desenlerinden örneklerdeki ana faz ve safsızlık fazları belirlendi. M-T ölçümlerinden örneklerin kritik sıcaklık değerleri (T_c) ve M-H ölçümlerinden kritik akım yoğunluğu (J_c) değerleri belirlendi.

MgB_2 külçe örneklerinin yapısal özelliklerinin incelenmesi sonucunda sinterleme süresince uygulanan gaz basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin faz oluşumunu ve faz içeriğini belirlediği sonucuna varıldı. Sinterleme sürecinde uygulanan gaz basıncının örnekler üzerinde etkili olduğu, artan sinterleme sıcaklığı ile magnezyumun yüksek uçuculuğundan dolayı MgB_2 nin ayrışarak örnek içinde kirlilik fazlarının oluştuğu belirlendi. Yapılan ölçümler sonucunda en ideal sinterleme sıcaklığının $800-850^\circ C$ aralığında ve sinterleme süresinin 1-3 saat olduğu belirlendi. Mekaniksel özelliklerinin incelenmesi sonucunda örneklerin dinamik mikro sertlik değerlerinin artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile azaldığı bulundu.

Anahtar Kelimeler: MgB_2 , Sinterleme süreci, M-T eğrileri, M-H eğrileri, Kritik akım yoğunluğu, Vickers Mikro Sertlik Analizi, Dinamik mikro sertlik

SUMMARY

The Production of Superconductor MgB₂ and Analyzing Some Physical Properties

In this study, three different bulk samples of the purchased MgB₂ powder is produced according to Ar gas pressure, temperature and time series. During the sinterization done for the production of bulk samples; the pressure of the gas, the temperature of sinterization and the duration of the process are searched to determine the structural, magnetic and mechanical effects on the bulk samples. According to our laboratory conditions the ideal duration of sinterization is determined for the development of superconductivity properties of these bulk samples. In our research, to determine its structural analysis of the samples X-ray diffraction method is used. For the magnetic properties, PPMS method is used for the determination of M-H and M-T conditions of bulk samples. For the mechanical properties of these bulk samples Vickers Micro hardness Analysis and Depth Sensitive Microhardness Method is used. From the Load-Displacement Graphics, the dynamic hardness values (H_d) of the samples are calculated with using Oliver-Pharr Method. From the X-ray Diffraction Analysis, main phase and impurity phases of the samples are defined. The critical temperature values (T_c) and critical current density (J_c) are calculated from M-T and M-H diagrams respectively.

During the structural properties investigation of the bulk MgB₂ samples, it is observed that gas pressure applied during sinterization, temperature and duration of sinterization defines the phase content and phase formation in the bulk samples. It is also observed that the gas pressure applied during sinterization effects the bulk samples, during the increased sintering temperature MgB₂ is decomposed so that it forms the impurity phases of the samples because of the evaporation property of Mg during this process. From the results of measurements, the most ideal sintering temperature is determined to be temperature ranges 800-850°C and sintering time is found to be 1-3 hours.

Key Words: MgB₂, Sintering time, M-T Diagrams, M-H Diagrams, Critical Current Density (J_c), Vickers Microhardness Analysis, Dinamical Microhardness

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No:</u>
Şekil 1.1. Farklı süperiletken sınıfların kristal yapıları (Buzea,2001).....	6
Şekil 1.2. Üstteki şekil, c-ekseni boyunca sıra ile tabakalaşmış kristalin, sadece Mg içeren Mg tabakaları ve sadece B içeren B ₂ tabakalarından meydana geldiğini gösteriyor. Alttaki şekil kristalin [001] yönünden görünüşünü gösteriyor.....	8
Şekil 1.3. Bir süperiletkenin kritik manyetik alanının sıcaklıkla değişimini gösteren faz diyagramı	14
Şekil 1.4. (a) I. tip süperiletkenlerde, ortalama manyetik akı yoğunluğunun, (b) II. tip süperiletkenlerde, ortalama manyetik akı yoğunluğunun, uygulanan manyetik alana bağlılığı	17
Şekil 1.5. Manyetik akının süperiletken yüzeyinden içeri nüfuz etmesi	18
Şekil 1.6. Normal merkezleri ve etrafında dolanan süperakım girdaplarını gösteren karışık hal. Dikey çizgiler merkezlerin içinden geçen akıyı gösterir. Yüzey akımı bulk diyamanyetizmayı gösterir.....	20
Şekil 1.7. (a) İdeal II. tip süperiletkenin magnetizasyonu. (b) II. tip gerçek süperiletkenin magnetizasyonu (Sheahan, 1994)	21
Şekil 1.8. II. tip süperiletkenlerde çivileme bölgelerinin varlığına göre M-H eğrileri. (a) çivileme yok (tersinir), (b) çivileme zayıf (yarı tersinir), (c) çivileme kuvvetli (tersinmez)	23
Şekil 1.9. Vickers ucunun iz baskı şeması.....	26
Şekil 1.10. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi....	27
Şekil 1.11. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) İdeal elastik b) Elastoplastik c) Katı plastik numune	28
Şekil 1.12. (a) Çentiğin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi.....	31
Şekil 2.1. Sinterleme işleminin şematik görünümü	39
Şekil 2.2. Diferansiyel termal analiz aletinin(DTA) sistem geometrisi (Çelik, 2006)	40
Şekil 2.3. Quntum Design PPMS sistemi	41
Şekil 2.4. VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (Çelik, 2006).....	43
Şekil 2.5. Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201).....	45

Şekil 2.6.	Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi.	46
Şekil 2.7.	Test yükü üretim ünitesinin şematik gösterimi	46
Şekil 3.1.	Hava ortamında, MgB ₂ tozunun 30-1000 °C aralığındaki DTA eğrisi.	48
Şekil 3.2.	Ticari olarak satın alınan MgB ₂ tozuna ait X-ışını kırınım deseni.	49
Şekil 3.3.	1050 °C sıcaklıkta üç saat süresince 4 bar, 6 bar, 8 bar ve 10 bar Ar gazı basıncında sinterlenen (Basınç serisi) MgB ₂ örneklerinin X-ışını kırınım desenleri.....	52
Şekil 3.4.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat süresince 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş (Sıcaklık serisi) MgB ₂ örneklerinin X-ışını kırınım desenleri.....	53
Şekil 3.5.	8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta, 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenmiş (Zaman serisi) MgB ₂ örneklerinin X-ışını kırınım desenleri.....	54
Şekil 3.6.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T, 0,5 T ve 1 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	58
Şekil 3.7.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	58
Şekil 3.8.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S900 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	59
Şekil 3.9.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	59
Şekil 3.10.	8 bar Ar gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	60
Şekil 3.11.	8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak sinterlenen Z20 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	60
Şekil 3.12.	8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 40 dak sinterlenen Z40 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	61
Şekil 3.13.	8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 60 dak sinterlenen Z60 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	61

Şekil 3.14. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 120 dak sinterlenen Z120 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi	62
Şekil 3.15. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin 0,1 T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi.....	62
Şekil 3.16. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi.....	63
Şekil 3.17. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda sinterlenen sıcaklık serisi örneklerinin M-T grafiklerinden elde edilen T_c başlangıç değerleri.....	63
Şekil 3.18. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin M-T grafiklerinden elde edilen T_c başlangıç değerleri.....	64
Şekil 3.19. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800 örneğinin 15K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 ; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	66
Şekil 3.20. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	66
Şekil 3.21. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	67
Şekil 3.22. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	67
Şekil 3.23. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S900 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	68
Şekil 3.24. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	68
Şekil 3.25. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	69
Şekil 3.26. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	69

Şekil 3.27. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	70
Şekil 3.28. 8 bar Ar gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri	70
Şekil 3.29. Sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 15 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri.....	71
Şekil 3.30. Sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 30 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri.....	71
Şekil 3.31. 800 °C sıcaklıkta 8 bar Ar gazı basıncında 180 dak, 120 dak, 60 dak, 40 dak ve 20 dak süresince sinterlenen MgB ₂ örneklerinin 30 K sıcaklığında 0,5 T manyetik alan altındaki M-H ilmekleri.....	72
Şekil 3.32. 1050 °C sıcaklıkta 4 bar Ar gazı basıncında üç saat sinterlenen B4 örneğinin 30 K sıcaklığında 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altındaki M-H ilmekleri.....	72
Şekil 3.33. S800 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	74
Şekil 3.34. S800 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	75
Şekil 3.35. S850 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	75
Şekil 3.36. S850 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	76
Şekil 3.37. S900 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	76
Şekil 3.38. S900 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	77
Şekil 3.39. S950 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	77
Şekil 3.40. S950 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	78
Şekil 3.41. S1000 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	78
Şekil 3.42. S1000 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri	79
Şekil 3.43. Sıcaklık serisi örneklerinin 15 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri.....	79
Şekil 3.44. Sıcaklık serisi örneklerinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri.....	80
Şekil 3.45. Zaman serisi örneklerinin 30 K sıcaklığındaki J _c -H grafikleri.....	80
Şekil 3.46. Sıcaklık serisi örneklerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	82
Şekil 3.47. Sıcaklık serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme sıcaklığı ile değişimi.....	83
Şekil 3.48. Zaman serisi örneklerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	83
Şekil 3.49. Zaman serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi	84

Şekil 3.50. Basınç serisi örneklerinin yük-yerdeğiřtirme eğrisi	84
Şekil 3.51. Basınç serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik deęerlerinin sinterleme süresi ile deęişimi	85

TABLolar DİZİNİ

Sayfa No:

Tablo 1.1. Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri	34
Tablo 2.1. Basınç serisi örneklerinin oluşturulması	37
Tablo 2.2. Sıcaklık serisi örneklerinin oluşturulması	38
Tablo 2.3. Zaman serisi örneklerinin oluşturulması	38
Tablo 3.1. Sıcaklık serisi örneklerinin T_c değerleri	57
Tablo 3.2. Zaman serisi örneklerinin T_c değerleri	57
Tablo 3.3. MgB_2 örneklerinin elastite modülü değerleri	85

SEMBOLLER DİZİNİ

a, b, c	: Örgü parametreleri
B	: Numune içindeki indüksiyon (manyetik akı yoğunluğu)
F_L	: Lorentz kuvveti
F_p	: Akı çivileme kuvveti
H	: Dış manyetik alan
H_a	: Uygulanan manyetik alan
H_c	: I. tip süperiletkenlerde termodinamik kritik manyetik alan
H_{c1}	: II. tip süperiletkenlerde alt kritik manyetik alan
H_{c2}	: II. tip süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan
$H_{c2}(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki üst kritik manyetik alan
H^*	: İlk tam girme alanı
I_c	: Kritik akım
J	: Akım yoğunluğu
J_c	: Kritik akım yoğunluğu
K	: Kelvin
k_B	: Boltzman sabiti
M	: Manyetizasyon
N	: Konsantrasyon
PPMS	: Fiziksel özellik ölçüm sistemi
R	: Direnç
T	: Sıcaklık
T_c	: Kritik sıcaklık
V	: Gerilim
VSM	: Titreşim örneklemeli manyetometre
ZFC	: Manyetik alan yokken soğutma
ϕ_0	: Akı kuantumu
κ	: Ginzburg-Landau parametresi
λ	: Girme derinliği
μ_0	: Boşluğun manyetik geçirgenlik katsayısı

ρ	: Özdirenç
ρ_f	: Akı akış özdirenci
ρ_n	: Normal hal özdirenci
ξ	: Koherens (uyum) uzunluğu

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Süperiletkenlik, geçiş sıcaklığı altında sıfır direnç gösteren kusursuz diamanyetik malzemelerle ilgili katıhal fiziğinin bir dalıdır. 1911 yılında Hollanda da Danimarkalı fizikçi Kamerling Onnes tarafından Leiden Laboratuvarında keşfedildi. Onnes, saf cıvanın elektriksel direncinin sıcaklığa bağımlılığını incelerken, cıvanın dc direncinin, helyumun kaynama sıcaklığının (4,2 K) altına soğutulduğunda aniden sıfıra düştüğünü gözlemledi. Bu yeni fenomeni “Süperiletkenlik” olarak adlandırdı.

İlerleyen yıllarda, çok düşük sıcaklıklarda diğer birçok metalik elementin süperiletkenlik gösterdiği gözlemlendi. 1913 yılında kurşunun 7,2 K de süperiletkenlik gösterdiği, 1930 yılında saf metaller içinde en yüksek geçiş sıcaklığı 9,2 K olarak niyobyum elementinde keşfedildi.

W. Meissner ve R. Ochenfold, 1933 yılında süperiletken durumun bir özelliğini keşfettiler: mükemmel diyamanyetizma. Manyetik alanda soğutulan bir süperiletkenin, kritik sıcaklık altında manyetik akıyı dışladığını buldular. Bu olay Meissner Olayı olarak bilinir. Ayrıca, bu malzemelerin kritik $H_c(T)$ manyetik alanlarından daha büyük manyetik alanlarda süperiletkenlik özelliklerini kaybettikleri bulunmuştur.

F. ve H. London kardeşler, süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk makroskobik teori ile, manyetik akıyı dışarılayan akımın sadece yüzeyde akacağını önererek Meissner olayını açıkladılar. Bu teori ile süperiletkenliğin temel özelliği olan diyamanyetizma ve sıfır direnç durumu açıklanır. Süperiletkenliğin ikinci makroskobik teorisini 1950 yılında Ginzburg ve Landau gerçekleştirdi. Normal hal ile süperiletken hal arasında bir düzen parametresinin varlığını kabul eden bu teori, süperiletkenliğin makroskobik bir kuantum durumu olduğunu ileri sürer ve ikinci dereceden faz geçişi yapan bir sistemin termodinamiğini inceler. Aynı yıllarda H. Frölich teorik olarak, E. Maxwell deneysel olarak, süperiletkenliğin geçiş sıcaklığının, atomik kütlenin artmasıyla düştüğünü gösterdiler. İzotop olayı, örgü hareketlerinin, süperiletkenlik mekanizmasında önemli bir rol oynadığını göstermektedir.

1957 yılında Abrikosov, süperiletkenlerin manyetik alan altındaki davranışını inceledi ve süperiletkenlerin I. tip ve II. tip olmak üzere iki çeşidi ile ayırt edilebileceğini keşfetti. I. tip süperiletkenlerin genellikle element olduğu halde, II. tip süperiletkenlerin ise bileşik yada alaşım olduğu anlaşıldı.

John Bardeen, Leon N. Cooper ve Robert Schrieffer 1957 yılında, süperiletkenliğin nasıl oluştuğunu açıklayan bir kuram ileri sürdüler. Daha sonra bu kuramın süperiletkenlerin birçok değişik özelliklerini başarı ile açıkladığı görüldü. Bu mikroskobik teoriye “BCS” teorisi adı verildi. Süperiletkenliğin klasik kuramı olan BCS teorisinin ana teması, iki elektron arasında “Cooper Çiftleri” olarak bilinen bağlı bir halin oluşmasıdır. Bu üç bilim adamı 1972 yılında Nobel ödülüne layık görüldüler. 1962 yılında Bean, bir süperiletkenin, süperiletkenliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun (J_c) manyetizasyon eğrilerinden bulunabileceğini gösterdi. Aynı yıl içinde bir başka ilerleme Brian D. Josephson tarafından oldu. Aralarında çok ince yalıtkan tabaka olmasına rağmen iki süperiletken malzeme arasında elektron tünelleme olabileceğini düşündü. Bu düşünce bir yıl içinde doğrulandı, etkileri şu anda Josephson etkileri olarak biliniyor. Bu etkilere dayalı süperiletken teknoloji yavaş yavaş gelişti ve bugün Josephson eklem teknolojisi, süperiletkenlerin elektronik uygulamaları için umut verici temel sunmaktadır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri 1986 yılında Bednorz ve Müller tarafından La-Ba-Cu-O sisteminde gözlemlendi. Bu sistemde geçiş sıcaklığı 35 K olarak belirlendi. Bir seramiğin, hatta oksijen içeren bir seramiğin kritik sıcaklık sınırını aşması fizik dünyasında şok yarattı. 1987 yılında Wu ve arkadaşları tarafından $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinde (92 K) süperiletkenliği keşfettiler. Bu önemli bir keşifti. Çünkü artık 77 K olan azotun kaynama sıcaklığı geçildi. Böylece helyumla çalışan soğutucular yerine azotla çalışan soğutucular kullanarak süperiletkenliği çalışmak mümkün hale geldi. Kısa zamanda kritik sıcaklıklar o kadar yükseltilmeye çıktı ki yeni süperiletkenler, çok kırılğan seramikler olmalarına karşın, yavaş yavaş teknolojik uygulamalarda kullanılıyorlar. 1995 yılında $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8.33}$ seramiğinde 138 K'lık geçiş sıcaklığı elde edildi. Bu malzeme normal basınç altında şimdiye kadar bilinene en yüksek kritik sıcaklık rekoruna sahiptir. Bu sıcaklığın suyun donma noktasının 135 derece daha altı olduğu düşünülürse, henüz süperiletkenleri teknolojide yaygın olarak kullanmak için erken olduğunu görebiliriz. Buna rağmen bu malzemelerin o kadar cazip özellikleri var ki, bunları kullanabilmek için özel soğutucular kullanılmaktan kaçınılmıyor. Japonya da süperiletkenlerden yapılan mıknatıslar yardımıyla havada uçarak ilerleyen Maglev treninin bir prototipi çalıştırılıyor.

Bazı parçacık hızlandırıcılar, bilgisayar teknolojisinde çok hızla çalışan düğmeler, bellekler kullanılıyor.

1991 yılında, futbol topu şeklinde bir kafes molekülü oluşturan fullerenlerin (C_{60} molekülleri) bazı metallerle birleştirildiğinde süperiletken olduğu ortaya çıktı. Fullerenler potasyum metali içine yerleştirildiğinde oluşan K_3C_{60} 18 K'in altında süperiletken oluyordu. Potasyum yerine diğer metallerin denenmesiyle kısa zamanda kritik sıcaklık $RbCs_2C_{60}$ bileşiğinde 35 kelvine çıktı. Fullerenler seramiklerden daha iyi dereceler yapamadılar ama kritik sıcaklıkları 1986 öncesi standartlara göre daha yüksekti.

1994 yılından sonra borkarpitlerin yeni bir sınıfının keşfi ($RE-TM_2B_2C$, burada; $RE= Y, Lu, Er$ ve diğer nadir toprak elementleri, $TM=Ni$ veya Pd), hafif elementlerden oluşan intermetalik süperiletkenlere olan ilgiyi canlandırdı. Çünkü bu malzemelerin (YPd_2B_2C bileşiğinde $T_c=23$ K) temel karakteristikleri; intermetalikler içinde yüksek T_c 'ye, anizotropik katmanlı yapıya ve manyetizma ile süperiletkenlik arasında güçlü bir etkileşime sahip olmalarıdır.

10 Ocak 2001 tarihinde Japonya'nın Sundai kentinde düzenlenen "Symposium on Transition Metal Oxides" kongresinde, Jun Akimitsu, ekibinin yeni bir süperiletken bulduğunu açıkladı. Akimitsu, Nagamatsu ve ekibi, 1950 yılından beri bilinen, uzun zamandır piyasada satılan bir malzeme olan MgB_2 bileşiğinin basit hegzagonal yapısına karşı, yaklaşık 40 K gibi oldukça yüksek bir geçiş sıcaklığında süperiletkenlik keşfettiler. Bu keşif katıhal fiziğinde büyük bir heyecan yarattı. Deneysel ve teorik araştırmaları teşvik etti ve MgB_2 ile ilişkisi olan birçok süperiletkenin keşfi için katalizör oldu. Çünkü BCS tipi olarak bilinen intermetalik süperiletken veya bakır oksit içermeyen süperiletkenlerde geçiş sıcaklığının limiti Nb_3Ge bileşiğinde 23 K idi. MgB_2 bileşiğinde elde edilen bu sonuç, intermetalik bileşikler için şimdiye kadar bilinen en yüksek geçiş sıcaklığıdır. Özellikle oksitli olmayanlar ile bor'lu bileşikler üzerine ilgi iyice yoğunlaştı. Böylelikle birkaç ay içinde 1000'e yakın çalışma yapıldı. Bu çalışmalarda özellikle MgB_2 ; külçe, ince film, tek kristal, tel ve şerit olarak incelendi. İzotop ve Hall olayı ölçümleri, termodinamik çalışmalar, kritik akım ve manyetik alan bağımlılığı, mikrodalga ve tünelleme özellikleri, elektronik ve manyetik özelliklerinin sıcaklık ve frekans bağımlılıkları araştırıldı.

Geçiş sıcaklığı 100 K üzerinde olan binlerce süperiletken malzeme bilinmektedir. Ama MgB_2 süperiletkeninin bazı özellikleri o kadar şaşırtıcı ki şimdiye kadar kabul edilen öngörülerini bir anda yıkıyor.

MgB_2 , yeni bir süperiletken ailesinin ilk üyesi olup olmadığı noktasında önem kazanıyor. Bu malzemede yapılan izotop etkisi ölçümleri, süperiletkenliğin BCS tipi olduğunu gösteriyor. Çoğunlukla ^{11}B şeklinde bulunan Bor atomları, ^{10}B ile değiştirildiğinde kritik sıcaklığın 39 K'den 40 K'e ulaştığı gözlenmiştir. Elektronlar arasındaki etkileşim, atomların titreşimlerinin oluşturduğunun en önemli göstergesidir. Benzer deneyler BCS tipi olduğunu doğruluyor.

MgB_2 gibi basit bir bileşikte süperiletkenliğin gözlenmesi şaşırtıcı olsa da, çeşitli avantajlara sahip olması pratik uygulamalar için umut verici bir aday olarak görülmesine neden oldu. MgB_2 bileşiğinin üzerine oluşan bu yoğun ilginin nedenlerini şu şekilde sıralayabiliriz:

- Tüm intermetalik bileşikler içinde ve düşük sıcaklık süperiletkenlerinde en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir. Yüksek geçiş sıcaklığının nedeni bor atomlarının düşük kütlesidir. Bu atomlar daha yüksek titreşim frekansına sahip olduklarından, izotop etkisinden dolayı geçiş sıcaklığının daha yüksek olmasına neden olurlar.
- MgB_2 , iki element, Magnezyum ve Bor'dan meydana gelir. Oksit süperiletkenlerden daha az sayıda elemente sahiptir. Bakır oksit yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden daha az işlenmemiş malzemedan oluştuğundan nispeten daha kolay ve daha ucuza sentezlenir. Sabit bir bileşim ve yapıya sahiptir. Bu nedenle süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı çokça değişmez. İnce film ve tel şeklindeki üretimler için uygun olduğu görülmüştür.
- Şimdiye kadar kullanılan intermetalik süperiletken bileşikler ile karşılaştırıldığında daha hafif atomlardan oluştuğundan kütlesi daha küçüktür.

1.2. Süperiletken Malzemeler

1.2.1. Süperiletken Elementler, İkili Alaşımlar ve Bileşikler

Birçok metalik element süperiletkendir. Bu elementlerin geçiş sıcaklıkları genellikle birkaç Kelvin'dir. Saf elementler içinde en yüksek geçiş sıcaklığına 9,2 K ile Nb (Niyobyum) elementi sahiptir. Soylu metaller bakır, gümüş ve altın, alkali metaller, sodyum ve potasyum oda sıcaklığında mükemmel iletkenler fakat çok düşük sıcaklıklarda bile süperiletken değillerdir. Süperiletkenliğin normal metallerde meydana

gelmesi çok ilginç bir gerçektir. Ferromanyetik özelliklere sahip metallere de süperiletkenlik göstermezler.

En çok bilinen yarıiletkenlerden Si ve Ge, 2 Kbar basınç altında sırasıyla, geçiş sıcaklığı 7 K ve 5,3 K ile süperiletkenlerdir.

Alaşımın pek çoğunda ve bileşiklerde kritik sıcaklıklar genellikle metalik elementlerinkinden biraz daha yüksektir.

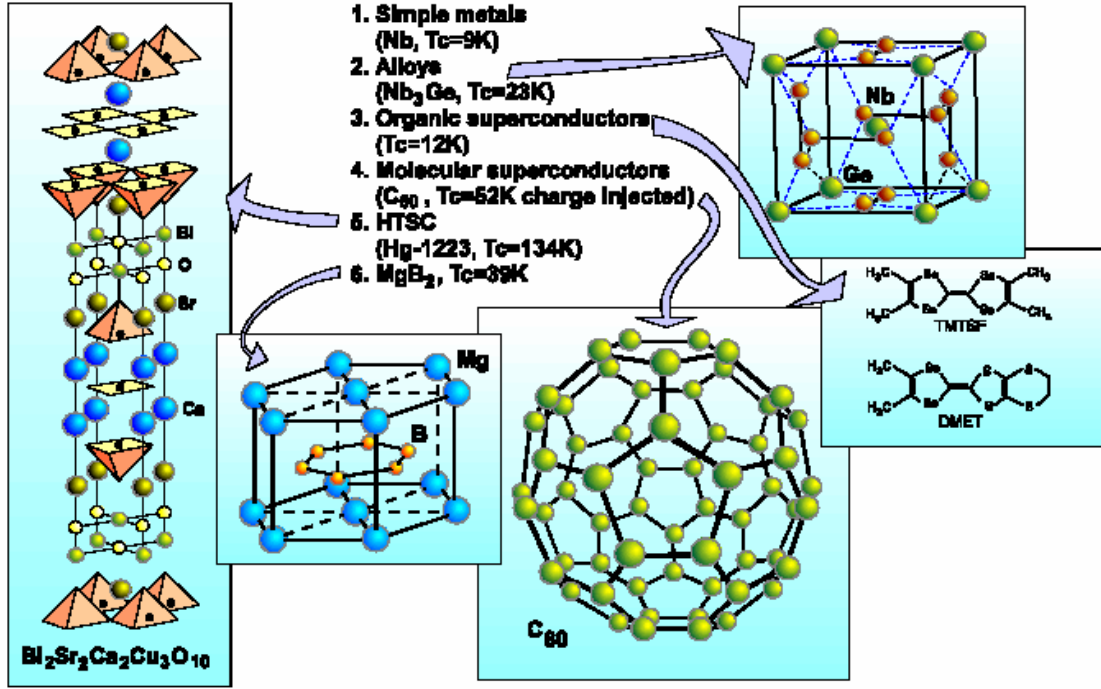
Geçiş metalleri, diğer elementler ile birleşince başlangıç elementlerinden daha yüksek geçiş sıcaklığına sahip bileşik veya ikili alaşım oluştururlar. İntermetalik bileşikler ve sıradan bileşikler genellikle çok yüksek geçiş sıcaklığı gösterirler.

1.2.2. İntermetalik Bileşikler

İntermetalik süperiletkenler içinde en favori grup A_3B bileşiğine benzer olanlardır. Kübik A-15 yapısına sahip altı tane ikili bileşik 17 K üzerinde geçiş sıcaklığına sahiptir.

A_3B ikili yapısının (örneğin Cr_3Si) yapısal düzenlenmesi A-15 veya β -tungsten olarak adlandırılır. B atomları kübik örgüde merkezde bir tane olmak üzere ana gövdeyi oluştururlar. A atomları küpün kenarlarına yerleşerek birbirini kesmeyecek şekilde üç set ortogonal (köşegensel) zincirler oluşturur. Zincirlerdeki A atomları arasındaki uzaklık, zincirler arasındaki uzaklıktan kısadır. Bu tür bileşiklerde A atomları, dolmamış d-kabuklarına sahip Nb veya V geçiş metalleridir. B atomları ise genellikle Sn, Al ve Ga gibi geçiş özelliği göstermeyen metallerdir. Yaklaşık 70 adet ikili bileşik, A-15 yapısına sahiptir. A-15 yapılarının basınca, sıcaklığa veya stokiometriye karşı dayanımı hala çalışılmaktadır.

Nb_3Sn , V_3Si gibi bazı A-15 süperiletkenlerinde ($T_m > T_c$), sıkı paketlenmiş ortogonal zincirlerin varlığı, dayanıksız kristalleşmenin ana sebebi olduğuna inanılmaktadır. V_3Si bileşiğinde $T_m=20,5$ K sıcaklığında, Nb_3Sn bileşiğinde $T_m=43$ K sıcaklığında kübik simetri ($a=b=c$) tetragonale ($ab=c$) dönüşür. Örgü parametrelerindeki değişim, [100] zincirindeki A atomları arasındaki mesafede değişiklik meydana getirir. Örgüdeki bu değişime yumuşamış akustik fononlar eşlik eder. İntermetalik süperiletkenlerde yüksek geçiş sıcaklık değerlerine yakın, örgü düzensizliğinin sebep olduğu düşünülmektedir.



Şekil 1.1. Farklı süperiletken sınıfların kristal yapıları (Buzea, 2001)

1.2.3. Organik Süperiletkenler

İlk organik süperiletken $[\text{TMTSF}]_2\text{PF}_6$, 1980 yılında K. Bechgard ve D. Jerome tarafından keşfedildi ($T_c=1\text{ K}$). Daha sonraki araştırmalar, çeşitli elektronik ve süperiletken özellikler gösteren yüksek T_c ye sahip malzemelere öncülük etmiştir. Bu sistemler, yaklaşık bir boyutlu özellikleri ve düşük taşıma konsantrasyonları ile karakterize edilir. TMTSF yapısını çoğu iletken elektron yığınları oluşturur. Daha sonra iki boyutlu karaktere sahip yeni bir seri malzeme keşfedildi $[\text{BEDT-TTF}]_2\text{X}$. $\text{X}=\text{Cu}(\text{NCS})_2$ bileşiği en yüksek geçiş sıcaklığına ($\sim 10\text{ K}$) sahiptir.

Organik süperiletkenlerin çoğu sadece basınç altında süperiletkenlidir. Bu bileşiklerin en önemli özelliği, bir boyutlu doğasıdır. Süperiletken özellikler ve kritik alan oldukça anizotropiktir.

Organik süperiletkenlerin diğer bir grubu, zengin çeşitli kristal yapıları sahip $[\text{BEDT-TTF}]$ ailesidir. TMTSF moleküllerinin yassılığının aksine bu tür süperiletkenlerde CH_2 grupları BEDT-TTF moleküllerinin oluşturduğu düzlemin dışında kalır. B- (BEDT-TTF) $_2\text{X}$ ailesi içinde X yerine en çok kullanılan anyonlar I_3 , IBr_2 , AuI_2 dir. Çünkü bunların kritik sıcaklık değerleri çok yüksektir ve kristalleri tabakalı yapıya sahiptir. Sonuç olarak

bunların elektronik yapısı, anizotropik iletkenlik gösteren ve süperiletken özelliği olan iki boyutlu yapıya sahiptir.

Organik süperiletkenler yüksek sıcaklık oksit süperiletkenlere benzer özellikler gösterirler. Diğer bir özellikleri ise düşük boyutluluk ve düşük elektron ve boşluk konsantrasyonlarına sahip olmalarıdır.

1.2.4. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri birim hücre olarak adlandırılan farklı elementlerin atomlarının tekrarlı dizilişini içeren kimyasal bileşiklerdir. Çoğu oksit olup oda sıcaklığındaki özdirençleri bakırdan 100 kat daha yüksektir (Tixador, 1995). Bednorz ve Müller tarafından 30 K lik bir geçiş sıcaklığına sahip yüksek sıcaklık oksit süperiletkenlerinin keşfinden sonra pek çok süperiletken türü keşfedilmiştir. $T_c > 77$ K ilk süperiletken Y-123 veya genel olarak olan YBCO olarak da bilinen $YBa_2Cu_3O_x$ İtriyum-Baryum- Bakır oksittir. BSCCO (Bizmut- Stronsiyum- Kalsiyum- Bakır oksit) ve YBCO şu an en çok çalışılan yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerdir. Süperiletken oksitler perovskite kristal yapıya sahiptir. Şimdiye kadar keşfedilen yüksek sıcaklığa sahip süperiletkenlerin hepsi iki veya üç metal oksitle bakır içerir.

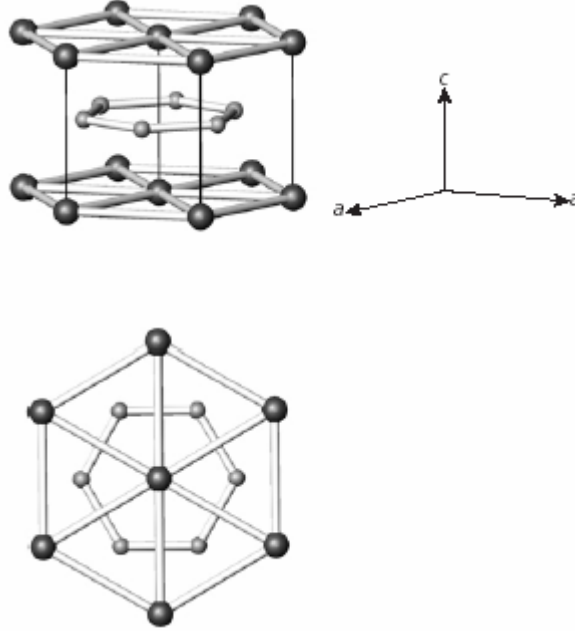
Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin, süperiletiminde önemli rol oynayan CuO_2 düzlemleridir. Diğer bileşenler CuO_2 düzlemlerinde yük yoğunluğunu düzenleyen yük deposu olarak görev yaparken, yük taşıyıcılar yalnızca bu düzlemler boyunca hareket ederler.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin bazı dezavantajları vardır. Tüm bakır bazlı bileşikler seramik olup süperiletken kristalleri sert ve kırılmandır. Bu nedenle iyi süperiletken özelliği taşıyan büyük homojen örnekleri elde etmek zordur.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri çeşitli uygulamalarında taneler arası zayıf bağ etkisi (weak-link) aşılması gereken bir engeldir. Zayıf etkileşimli tanelerden dolayı düşük kritik akım yoğunluklarına sahiptirler. Bu engel çeşitli ısı işlemler uygulanarak aşılmaya çalışılmıştır. Bakır bazlı bileşikler anizotropik olup, sinterlenmiş örnekler rasgele yönelmiş küçük kristaller tarafından şekillenmiştir. Belli bir değerin üzerinde, akım bu taneler arasında geçer. Akım tüm örnek üzerinden en düşük akım yoğunluğuna öncülük eder ve değeri en iyi durumda 10^2 - 10^3 A/cm² dir (Prester, 1998)

1.2.5. MgB₂ (Magnezyum Diborat) Süperiletkeninin Kristal Yapısı

1954 yılından beri, MgB₂ bileşiğinin AlB₂ şeklinde hegzagonal olduğu biliniyordu. MgB₂, boratlar arasında yaygın olan ve P6/mmm uzay grubuna sahip olan hegzagonal yapıya sahiptir. Bu yapı ard arda gelen Mg atomlarının hegzagonal tabakaları ile B atomlarının hegzagonal düzlem tabakalarından oluşur. MgB₂ bileşiğindeki B tabakaları grafitteki hegzagonal karbon tabakalarına benzer (B. King, 2002). Bu tabakalar iki boyutlu bir yapıya sahip olduğundan, kristal yapısının bir sonucu olarak iki boyutlu bir süperiletkenlik göstermesi beklenir.



Şekil 1.2. Üstteki şekil, c-ekseni boyunca sıra ile tabakalaşmış kristalin, sadece Mg içeren Mg tabakaları ve sadece B içeren B₂ tabakalarından meydana geldiğini gösteriyor. Alttaki şekil kristalin [001] yönünden görünüşünü gösteriyor.

Şekilden görüldüğü gibi Mg atomları altıgen şeklinde biçimlenmiş bor yüzeylerinin merkezine yerleşmiştir. Grafite benzer şekilde B-B uzunluklarında MgB₂ güçlü bir anizotropi gösterir. Bor düzlemleri arasındaki mesafe, düzlemde B-B arasındaki mesafeden uzundur. Metalik B tabakaları MgB₂ bileşiğinin süperiletkenliğinde önemli rol oynar (C.Buzea, 2001).

MgB₂ nin bant yapısı ile ilgili hesaplama sonuçları, 3s yörüngesinde bulunan elektronların iki boyutlu B tabakalarına komple transferi sonucunda Mg'nin büyük iyonizasyon sonucunu verir. Bu nedenle, iyonik Mg-B bağları ve kovalent B-B bağları MgB₂ nin hegzagonal yapısını oluşturur. 2p yörüngesindeki B pozisyonları metalik özellik gösterir ve Fermi enerjisindeki durum yoğunluğunu tayin eder.

MgB₂ tek kristalinin bazal düzlemde termal ve elektriksel iletkenlik özellik göstermesi süperiletkenlik seviyesindeki Fermi yüzeyinin farklı katmanlarında iki farklı boşluk olması durumuna destekleyici kanıtlar vermektedir (Sologubenko, 2001). Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde olduğu gibi MgB₂ de boşluk bazlı süperiletkendir. MgB₂ üzerinde yapılan pek çok deney (izotop etkisi, manyetik duyarlılık, ısıl iletkenlik), MgB₂ nin süperiletken özelliklerinin uyarılma spektrumundaki iki yasak enerji aralığı ile bir fonon-elektron çifti ile tutarlı olabileceğini gösterdi. İki farklı Fermi yüzeyi vardır: biri B atomlarının p_x ve p_y elektronlarından dolayı σ orbitallerinden meydana gelen (2D) silindirik iki boyutlu Fermi yüzeyi, diğeri B atomlarının p_z elektronlarından dolayı π orbitallerinden meydana gelen üç boyutlu (3D) Fermi yüzeyidir (J. Muncha, 2003). İki Fermi yüzeyi farklı süperiletken enerji aralıklarına sahiptir. MgB₂ nin süperiletken enerji aralığı s-dalga simetrisine sahiptir.

Hirsch, MgB₂ nin tabakalı yapısı ile bakır bazlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin tabakalı yapısı arasındaki benzerliğe dikkat çekti. Hirsch tarafından, MgB₂ de ki süperiletkenlik için geliştirilen kimyasal model, bakır temelli süperiletkenler için geliştirilen modeller ile benzerlik gösterir.

Cu-temelli süperiletkenler ile MgB₂ nin kimyasal bağ yapısının karşılaştırılması (B.King, 2002):

Cu-temelli süperiletkenlerde, iletken iskelet doğrudan Cu-Cu bağlarından ziyade Cu-O-Cu bağlarından inşa edilen Cu-O tabakalarından oluşur. Doğrudan metal-metal bağları ile ilgili olarak metal-oksijen bağlarının oldukça yüksek iyonik karakteri ve bu nedenle çok düşük kutuplanabilirliği (polarizability) Cu-temelli süperiletkenlerde süperiletkenliğin devamı ile ilgilidir. MgB₂ nin iletken iskeleti hegzagonal bor tabakalarından meydana gelir.

Cu-temelli süperiletkenlerde, pozitif zıt iyonlar, Cu-O tabakalarındaki negatif yükü ve böylece Cu atomlarının oksitlenme durumlarını kontrol eder. Mg zıt iyonlarından bor tabakalarına elektron transferi bor tabakaları üzerindeki negatif yükü kontrol eder.

Cu-temelli süperiletkenlerde, Cu(II) lerin Cu(III)e kısmi yükseltgenmesi, Hall etkisi ölçümlerine uygun olarak iletkenlik için ihtiyaç duyulan valans bandındaki boşlukları meydana getirir. Mg^{2+} , Mg_2^{2+} ye kısmi indirgenmesi, pozitif Hall etkisi ölçümlerine uygun olarak valans bandındaki boşlukları meydana getirir.

Bu modelde MgB_2 deki Mg zıt iyonları, hegzagonal bor tabakalarındaki elektron taşınması böylece süperiletken özelliklerde ve iletkenlikte aktif bir rol oynar.

1.3. MgB_2 Süperiletkeni ve Avantajları

MgB_2 , 1950 yılından beri bilinen eski bir malzeme olmasına rağmen, 2001 yılında Akimitsu ve Nagamatsu MgB_2 bileşiğinin basit kristal yapısına karşı, oldukça yüksek geçiş sıcaklığında (yaklaşık 40 K) süperiletkenlik keşfettiler. MgB_2 bileşiğinde süperiletkenliğin keşfi özellikle oksit olmayan bor ile ilişkili bileşiklerde süperiletkenlik için araştırma başlattı ve birçok süperiletkenin ($TaB_2=9,5$ K, $BeB_2=0,7$ K) keşfi için katalizör oldu. Geleneksel metalik süperiletkenler ile karşılaştırıldığında bazı avantajlara sahiptir. Basit kimyasal kompozisyonu, basit kristal yapısı, nispeten yüksek geçiş sıcaklığı, tane sınırlarında weak-link doğasının yokluğu, yüksek transport kritik akım yoğunluğu ve düşük maliyeti MgB_2 bileşiğini pratik uygulamalar için oldukça önemli bir aday yapar (Balamurugan, 2004). MgB_2 süperiletkeninin, çeşitli fiziksel özellikleri ve süperiletkenlik mekanizmaları üzerine yapılan çalışmalarda, malzemenin, düşük sıcaklıklarda yüksek kritik akım yoğunluğu (J_c) ve yüksek tuzaklanmış manyetik alan (H_c) gösterdiği tespit edilmiştir (Buzea, 2001). Endüstriyel uygulamalarda kullanılacak süperiletken malzemelerin; sertlik, elastiklik, kırılma tokluğu, süneklik gibi mekanik özellikleri ve bu özelliklerin doğru şekilde belirlenebilmesi, J_c ve H_c kadar büyük öneme sahiptir (Kölemen, 2006). Geleneksel Nb temelli süperiletken alaşımlar ile düşük sıcaklıklarda çalışma probleminin üstesinden gelir. Bunlara ek olarak yeni nesil süperiletken uygulamaları için en umut verici malzemelerden biri olarak görülmektedir.

MgB_2 bileşiğinde geçiş sıcaklığı, intermetalik süperiletkenlerin (Nb_3Ge $T_c=23$ K) yaklaşık iki katı, düşük sıcaklık süperiletkenleri içerisinde en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir (Buzea, 2001). Düşük ağırlıklı Mg ve B elementlerinden meydana gelir.

MgB_2 süperiletkeninde Borun izotop etkisi araştırmaları kritik sıcaklığın $Mg^{11}B_2$ için 39,2 K'den $Mg^{10}B_2$ için 40,2 K'e kaydığını gösterdi. Bu sonuç elektron-fonon etkileşmesine dayalı BCS türü süperiletkenlikle uyumludur (Budko, 2001). BCS teorisinde

düşük kütleli elementler, geçiş sıcaklığının yükselmesine neden olan yüksek fonon mekanizması ile sonuçlanır (C.Buzea, 2001). MgB_2 , BCS teorisinin izin verdiğiinden ~%33 daha yüksek bir sıcaklıkta süperiletkenlik gösterir. Bu sonuç, MgB_2 bileşiğinin yeni bir sınıf süperiletken olduğu düşüncesini ortaya koymuştur. Benzer şekilde nüfuz etme derinliği (penetration depth) ölçümleri ise yeni bir süperiletkenlik türüne delil ortaya koymaktadır (Panagopoulos, 2001).

Ginsburg-Landau parametresi $K \sim 26$, üst kritik alan $H_{c2}(T)$ ve alt kritik alan $H_{c1}(T)$ gibi manyetik parametrelerin sıcaklık bağımlılıkları transport ve manyetik ölçümler ile bulunmuştur. Bu parametreler MgB_2 de s-dalga süperiletkenliği olduğunu göstermektedir. MgB_2 , yüksek anizotropik koherens uzunluğu, girme derinliği, kritik alanları, elektronik özellikleri ve normal durum karakteristikleri ile II.tip bir süperiletkendir (Shigeta, 2003). Bakır temelli süperiletkenlerden daha uzun koherens uzunluğuna sahip olduğu rapor edilmiştir (Zhu, 2001).

MgB_2 tozları üzerinde yapılan İletkenlik Elektron Spin Resonans (CESR) çalışmaları MgB_2 'nin 2 T ile 16 T arasında değişen bir üst kritik alana (H_{c2}) sahip güçlü bir anizotropik süperiletken olduğunu göstermektedir. Buna ek olarak, yönlendirilmiş kristaller ve ince filmler üzerinde yapılan manyetik ve elektronik anizotropi ölçümleri MgB_2 'nin anizotropisinin diğer yüksek sıcaklık süperiletkenlere göre daha düşük olduğunu göstermiştir. Bu durum MgB_2 'nin manyetik alandaki davranışını ve akım taşıma kapasitesini etkiler (Lima, 2001).

MgB_2 bileşiğinin atmosfer şartlarına dayanıklılığını ölçmek için yapılan çalışmalar, malzemenin çok güçlü higroskopik (havadan su emen) davranış sergilediğini gösterdi. Su ve nemli hava MgB_2 'yi etkilemekte, oda sıcaklığında bile $Mg(OH)_2$, $MgCO_3$ ve B_2O_3 e dönüşmektedir (S.Sen, 2002). Bu yüzden bu malzemenin uygulamalarının uzun süre kararlılığını devam ettirmek için, uygun koruyucu tabaka ile kaplamak gerekecektir (Dou, 2001).

Süperiletkenlerin teknolojik uygulamaları öncelikle bu malzemelerin kritik akım yoğunluğuna (J_c) bağlıdır. Polikristal yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde J_c , zayıf bağlı tane sınırları doğası nedeniyle uygulanan alana oldukça duyarlıdır. M. Kambara, N Babu ve arkadaşları yaptıkları çalışmada MgB_2 süperiletkeninde büyük külçe akı merkezleri (pinning centers) ve taneler arası yüksek kritik akım yoğunlukları için (0 T da toz örnek için tane içi $J_c=5,10^6$ A/cm²) güçlü kanıtlar gözlediler. Malzemedeki güçlü bir şekilde bağlı tane sınırlarının varlığı manyetik histeresiz ilmeğindeki güçlü bir düşüş ile doğrulandı.

Gözlenen yüksek J_c değeri tane sınırlarının akım taşıma kapasitesini gösterir. Polikristal numunenin düşük alanlarda oldukça yüksek bulk J_c göstermesi YBCO, BSCCO ve diğer HTS malzemelerinden farklı olarak, rasgele yönelmiş tane sınırlarının önemli transport akımları desteklediği fikrini verir (Kambara, 2001). MgB_2 de güçlü bir şekilde bağlı tane sınırları ve akı merkezleri ile belirlenebilen akım yoğunluğu bakır bazlı süperiletkenlere benzemez (Zhu, 2001).

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfinden hemen sonra bu malzemelerde tane sınırlarının süperakımlar için engel oluşturduğu ortaya çıktı. Çünkü bu polikristal malzemelerin J_c değerleri oldukça düşüktür. Transport veya manyetik ölçümlerden elde edilen I-V karakteristikleri bir süperiletkendeki fiziksel mekanizmaları açıklar ve basit J_c ölçümlerinden daha fazla bilgi verir. A.Caplin, Y.Bugoslavsky ve arkadaşları yaptıkları çalışmada; I-V karakteristikleri BSCCO fazı malzemelerinde tane içi akı sürüklenmesi ile oluşan J_c sınırlanması ile YBCO fazı malzemelerinde tane sınırlarındaki weak-link davranışını gösterdi. Weak-link sistemi yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin karakteristik bir özelliğidir ve düşük manyetik alanlarda J_c 'nin hızlı düşüşü ile açıkça görülür (Dou, 2001). MgB_2 fazı malzemelerinin I-V karakteristikleri, bu malzemede tane sınırlarının genellikle problem yaratmadığı gibi aynı zamanda faydalı olduğunu açıkça ortaya koydu (Caplin, 2004). MgB_2 süperiletkeninde süperakımı azaltan tane sınırları yoktur (Liu, 2003). Sonuç olarak MgB_2 'nin en dikkat çekici özelliği tane sınırlarının her zaman faydalı olması ve nadiren weak-link davranışı göstermesidir (Caplin, 2004).

Dou ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, tane büyüklüğü ve MgO miktarının, artan sinterleme sıcaklığı ve zamanı ile arttığını buldular. Bu nedenle geniş bir aralıkta sinterleme sıcaklığı ve zamanı kullanarak farklı tane büyüklüğü ile farklı faz kompozisyonları elde ettiler. Sinterleme zamanı ve sıcaklığı hem tane büyüklüğünü hem de faz içeriğini belirlediği sonucuna vardılar (Dou, 2001).

Bor'un yüksek erime noktası (2190 °C) ve Magnezyumun yüksek uçuculuğundan dolayı MgB_2 genellikle kapalı sistemlerde üretilmektedir. Mg-B sisteminin araştırmalarının başlangıcından beri, külçe MgB_2 süperiletkeni elde etmek için kullanılan yöntemlerde gaz basıncı önemli bir faktördür. MgB_2 nin ayrışmasını ve Mg'un buharlaşmasını önlemek için yüksek basınç teknikleri kullanılmaktadır. Ortam basıncında sinterlenmiş MgB_2 külçe örneklerinin kritik akım yoğunluğu, taneler arasındaki zayıf bağlantı ve malzemedeki akı çivileme merkezlerinin yokluğundan dolayı A15 geleneksel bileşik süperiletkenlere

kıyasla düşüktür (Zhao, 2002). Bu nedenle sinterleme ve tavlama işlemleri genellikle inert veya aktif gaz (Argon, Hidrojen, Azot) ortamında yapılır (Morawski, 2003).

MgB₂ süperiletkenine böyle geniş bir ilgi olmasının bir nedeni de maliyettir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden yapılan tellerin %70'i gümüştür bundan dolayı, pahalıdır (Buzea, 2001). MgB₂ telleri, geleneksel NbTi ve Nb₃Sn tellerinden daha ucuz maliyetle ve daha yüksek performans ile üretilebilme imkânına sahiptir (Shimura, 2004). Bu nedenle birçok grup farklı metal kılıflar kullanarak yüksek performanslı MgB₂ telleri ve şeritleri üretiliyorlar. MgB₂ teli ve şeridi üretmek için kullanılan en yaygın metot, bir süperiletken ve kaplamadan ibaret bir bileşimin kullanıldığı powder-in-tube (PIT) tekniğidir (Nishijima, 2006). MgB₂ süperiletkeni için yapılan çalışmaların önemli bir bölümü PIT metodu ile üretilen MgB₂ telleri ve şeritleri üzerine yoğunlaştı. PIT metodu ile üretilen yüksek yoğunluklu MgB₂ telleri yüksek kritik akım yoğunluğu gösterir.

Süperiletken teller ve şeritler yüksek manyetik alanlardan dolayı Lorentz kuvvetine ve bobin yapmada büyük mekaniksel zorlanmalara maruz kalırlar. Yüksek zorlanma altında, yüksek akımdaki küçük çatlakların oluşumu bobinin tahrip olmasına ve hasar görmesine neden olur. Bu yüzden süperiletkenlerin mekaniksel özelliklerinin incelenmesi pratik kullanımlar için önemlidir.

Birçok grup tel ve şerit üretimi için farklı kılıf malzemeler kullanarak inceleme yapıyorlar. Bunlar arasında bakır kaplı tel, yüksek akım yoğunluğu ve daha iyi ısı dengesi gibi şartırtıcı performansından dolayı özellikle ilgi çekiyor. Düşük maliyeti yanında bakır manyetik olmayan (zayıf paramanyetik) ve kolay biçimlenebilen bir malzemedir (Chen, 2006). Feng ve arkadaşları yaptıkları çalışmada PIT metodu ile farklı metal kılıflar kullanarak (örneğin Cu, Ta, NbZr ve Fe) MgB₂ telleri ürettiler. MgB₂ bileşiğinin NbZr, Ta ve Fe ile reaksiyona girmediği ve Fe/ MgB₂ telinin yüksek yoğunluk, iyi tane büyüklüğü ve taneler arası iyi bağlantı gösterdiğini buldular. Fe/ MgB₂ telinde transport J_c (15 K, 3 T) 5,6 10⁴ A/cm² bulundu (Feng, 2003). Haas ve Mahi tarafından sinterlenmiş MgB₂ telleri için, termodinamik ve optik özellikleri de içine alan, s-dalga süperiletkenlik modeli ortaya konmuştur (Haas, 2001).

1.4. Süperiletkenliğe Ait Temel Bilgiler

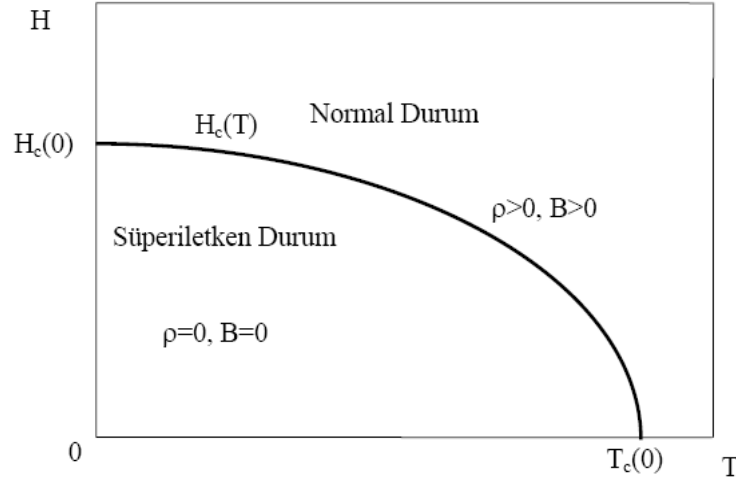
Kritik sıcaklık veya süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, süperiletken bir malzemenin düşük sıcaklıklara soğutulmasıyla direncini kaybettiği sıcaklık olup T_c ile gösterilir. Tüm

metaller ve alaşımlarının 30 K den aşağı sıcaklıkta kritik sıcaklığı vardır ve düşük sıcaklık süperiletkenleri (LTS) sınıfına girerler. Oksit süperiletkenlerin kritik sıcaklığı 30 K'den yüksek olduğu için yüksek sıcaklık süperiletkenleri (HTS) sınıfına girerler.

Bulk bir süperiletkenin önemli bir manyetik karakteristiği termodinamik kritik alandır ve H_c ile gösterilir. Meissner ve Ochsenfeld bir süperiletkenin zayıf bir manyetik alanda ($H_a < H_c$), T_c 'nin altına soğutulduğunda, alanın numuneden dışarılandığını buldular. Bu mükemmel diyamanyetizma bir süperiletkenin temel özelliğidir ve "Meissner Olayı" olarak adlandırılır. Fiziksel olay, perdeleyici akımların numunenin yüzeyinde ince bir tabakada akmaları ve dış alanı tamamen iptal etmeleridir. Bunun sonucu olarak, süperiletkenin içinde manyetik alan sıfır olur. H_c 'nin sıcaklığa bağılılığı:

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - (T/T_c) \right] \quad (1.1)$$

ile ifade edilir. Burada $H_c(0)$, mutlak sıfırdaki kritik alandır. Süperiletkenlik durumun iki-boyutlu H-T faz diyagramını temsil eden bu bağıntı Şekil 1.3'de görülmektedir. Kritik alan, geçiş sıcaklığına yaklaştıkça küçülür. Her süperiletken kendi özel $H_c(0)$ ve T_c değerleri ile karakterize edilir.



Şekil 1.3. Bir süperiletkenin kritik manyetik alanının sıcaklıkla değişimini gösteren faz diyagramı

1.4.1. Kritik Akım (I_c)

Süperiletkenlerin önemli karakteristik özelliklerinden biri de, kayıpsız taşıyabilecekleri maksimum iletim akımıdır ve I_c ile gösterilir. Kritik akım şiddeti numune geometrisine ve numunenin yapısal özelliklerine bağlıdır. Akım şiddeti bu kritik değeri aşarsa direnç ortaya çıkar.

Bir süperiletkenin yüzeyinde akan akıma iki katkı olabilir. Örneğin, batarya gibi dış kaynak vasıtasıyla süperiletken tel boyunca geçirilen akım ele alınsın. Bu akım, yükleri telin içine ve dışına taşıdığı için, iletim (transport) akımı olarak adlandırılır. Tel uygulanan bir manyetik alan içerisinde ise, perdeleyici akımlar metalin içindeki akı yoğunluğunu yok edecek şekilde dolanırlar. Bu perdeleyici akımlar, iletim akımının üzerine ilave olurlar ve herhangi bir noktadaki akım yoğunluğu \vec{J} ; iletim akımından kaynaklanan \vec{J}_t ve perdeleyici akımlardan kaynaklanan \vec{J}_s akım yoğunluğu bileşenlerinin $\vec{J} = \vec{J}_t + \vec{J}_s$ şeklinde verilen toplam ifadesinden bulunur. Herhangi bir noktadaki toplam akım yoğunluğu \vec{J} 'nin büyüklüğü kritik akım yoğunluğu \vec{J}_c değerini aşarsa süperiletkenlik bozulur.

Süperiletken üzerinde akan toplam akım yeterince büyükse, numune yüzeyindeki akım yoğunluğu \vec{J}_c kritik değerine ulaşacak ve böylece yüzeyde bununla ilişkili manyetik alan şiddeti de H_c değerine sahip olacaktır. Bunun tersi durumda, yüzeydeki bir H_c manyetik alan şiddeti daima yüzey süperakım yoğunluğu \vec{J}_c ile ilişkilidir. Bu şu genel hipotezi üretir; yüzeydeki herhangi bir noktada, iletim akımı ve uygulanan manyetik alandan kaynaklanan toplam manyetik alan şiddeti, kritik alan şiddet H_c ' yi aştığında süperiletken sıfır direncini kaybeder (Rose, 1980). Bu durumda, süperiletkenin bir parçası boyunca direnç oluşturmaksızın geçirilebilecek maksimum iletim akımı, bu parçanın kritik akımının ne olduğuna bağlıdır. Açıkça, uygulanan manyetik alan ne kadar büyük ise kritik akım o kadar küçük olacaktır denilebilir.

Kritik manyetik alan şiddeti H_c ' nin sıcaklığa bağlı olduğu, sıcaklık arttıkça değerinin azaldığı ve geçiş sıcaklığı T_c ' de sıfıra düştüğü bilinmektedir. Bu, kritik akım yoğunluğunun da sıcaklığa benzer şekilde bağlı olduğunu dolayısıyla kritik akım yoğunluğunun yüksek sıcaklıklarda azaldığını ifade eder. Bunun tersi durumda, akım geçiren bir süperiletkenin geçiş sıcaklığının azaldığı görülür.

1.4.2. Süperiletkenlerin Manyetik Özellikleri

Manyetizma (mıknatıslanma) atomların manyetik momentlerinden doğar ve fiziksel niceliklerin kuantumlanması ile açıklanır. Serbest bir atomun manyetik momentinin temelde üç kaynağı vardır: birincisi elektronların sahip oldukları spin açısall momentumu, ikincisi elektronların çekirdek etrafındaki yörünge açısall momentumu ve üçüncü olarak da çekirdek spinleri (Cullity, 1972). Atomların tamamen dolu olan kabuklarında toplam spin ve yörünge momentleri sıfır olup paramanyetik veya ferromanyetik olarak herhangi bir katkıları olmazken diyamanyetizma yörüngesel hareketten dolayı bir katkıları olur. Yani diyamanyetizma tüm maddelerin ortak özelliği olmakla birlikte paramanyetik veya ferromanyetik mıknatıslanmaya göre her zaman çok zayıf bir etki olduğundan bu tür maddelerde pratik olarak ölçülemez. Paramanyetizma veya ferromanyetizma sadece yörüngeleri yarı dolu atomların manyetik momentlerinden kaynaklanır (Kittel, 1996).

Manyetik alan altındaki davranışları ile ayırt edilebilen iki tip süperiletkenlik vardır. I.tip süperiletkenler ve II.tip süperiletkenler adı altında sınıflandırılırlar. I.tip süperiletkenler sınıfı doğrudan metalik kimyasal elementler olurken, II.tip süperiletkenler, metal alaşımlar, Niyobyum (Nb) ve Vanadyum (V) gibi metaller ve de farklı oksit bileşenlerdir. İki tip süperiletken arasındaki en önemli fark dış manyetik alandaki davranışlardan kaynaklanmaktadır.

1.4.3. I. ve II. Tip Süperiletkenlerin Manyetik Özellikleri

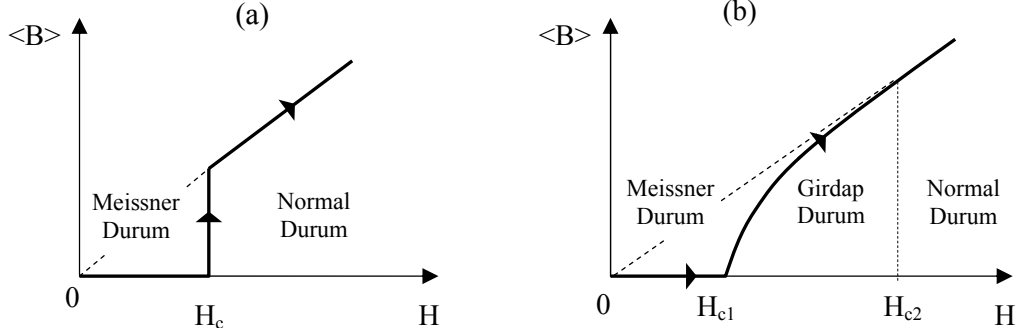
I.tip süperiletkenlerde, uygulanan dış alan $H < H_c(T)$ durumunda, yüzeydeki λ nüfuz derinliği hariç numune içindeki tüm noktalarda manyetik akı dışlanır. Böylece, nüfuz derinliği ihmal edildiğinde numune içindeki manyetik akı dışlanır. Böylece, nüfuz derinliği ihmal edildiğinde numune içindeki manyetik akı için,

$$\langle B \rangle = \mu_0 (H + \langle M \rangle) \quad (1.2)$$

bağıntısı yazılır. M , manyetizasyon veya birim hacimdeki manyetik moment, μ_0 ise boşluğun manyetik geçirgenliğidir. I.tip süperiletkenlerde $H < H_c(T)$ durumunda tüm numune üzerindeki ortalama manyetik akı yoğunluğu $\langle B \rangle = 0$ olacağından (Meissner

Olayı), 1.2 ifadesinden manyetizasyon için $\langle M \rangle = -H$ ifadesi bulunur. Uygulanan manyetik alan $H > H_c(T)$ eşitsizliğini sağladığında ($\langle M \rangle = 0$) ise numune artık normal haldedir.

Abrikosov çalışmasında, Ginzburg-Landau teorisine dayanan teorisinin detaylarını ve II. tip süperiletkenlerin manyetik özelliklerini açıkladı. II. tip süperiletkenlerde iki kritik alan mevcut olup H_{c1} , H_{c2} sırasıyla alt ve üst kritik alanı temsil eder.



Şekil 1.4. (a) I. tip süperiletkenlerde, ortalama manyetik akı yoğunluğunun, (b) II. tip süperiletkenlerde, ortalama manyetik akı yoğunluğunun, uygulanan manyetik alana bağlılığı

H_{c1} alt kritik alan, manyetik alanda bulunan II. tip bir süperiletkenin enerji yönünden daha uygun olan karışık duruma geçebilmesi için numuneye II. tip süperiletkenlerde $H < H_{c1}$ iken, I. tip süperiletkenlerde olduğu gibi örnek mükemmel diyamanyetik özellik gösterir. Yani, örneğe tümüyle süperiletkenidir ve hiçbir akı örneğe nüfuz edemez (Meissner durumu $\langle B \rangle = 0$). $H_{c1}(T) < H < H_{c2}$ olduğunda, akının bir kısmı örnek içine nüfuz eder. Örneğin “Girdaplı hal” (Vorteks hali) olarak bilinen karışık halde olduğu söylenir. Karışık halde örnek içindeki ortalama manyetik akı yoğunluğu $\langle B \rangle$ artık sıfır değildir $\langle B \rangle \leq \mu_0 H$ olan bir denge değerine sahiptir. II. tip süperiletkenlerde karışık durumdan sonra süperiletkenin normal hale geçtiği yüksek manyetik alan şiddeti H_{c2} olarak adlandırılır. $H = H_{c2}$ olduğunda, örnek içindeki ortalama manyetik akı yoğunluğu $\langle B \rangle = H$ olur, süperiletkenliği yok olur ve normal hale döner.

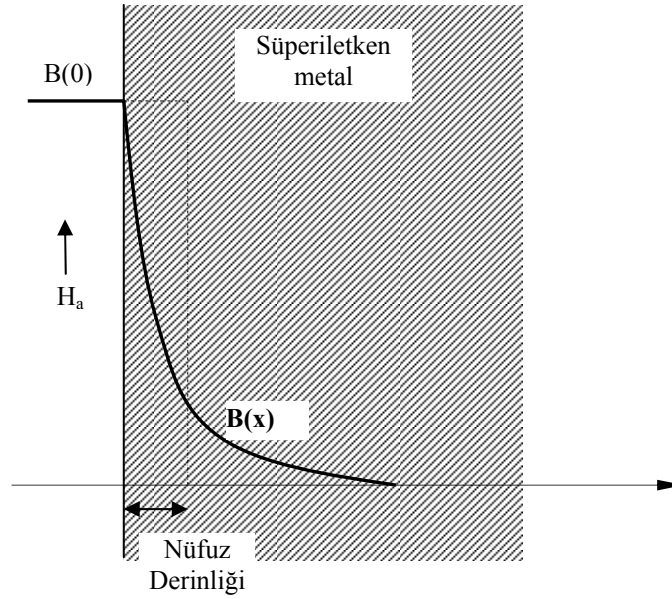
II. tip süperiletkenlerin en önemli özelliklerinden birisi, büyük şiddetteki manyetik alan altında dahi ihmal edilecek kadar küçük dirençle büyük akım taşıyabilme yetenekleridir.

1.4.4. Nüfuz Derinliği ve Koherens Uzunluğu

Meissner olayı, bir süperiletken içinde $B=0$ olduğunu göstermektedir. I.tip süperiletkenlerde mükemmel diyamanyetik özellik yüzey akımları ile oluşur. Direnç sıfır olduğu için yüzey akımları enerji kaybına neden olmaz. Bu nedenle süper akımlar (perdeleyici akımlar) olarak adlandırılır. Süper akımların numunede aktığı kalınlık, manyetik alanın nüfuz derinliği (λ) olarak adlandırılır. Süperiletken bir numune uygulanan bir alanda bulunduğu, içerideki akıyı iptal edecek şekilde dolanan perdeleyici akımlar yüzey tabakası içinde akmalıdır. Bu nedenle akı yoğunluğu metalin sınırında birdenbire sıfıra düşmez, perdeleyici akımların aktığı bölgede yavaş yavaş ortadan kalkar. Metal içindeki akı yoğunluğu x mesafesinde $B(x)$ değerine düşerse nüfuz derinliği,

$$\int_0^{\infty} B(x)dx = \lambda B(0) \quad (1.3)$$

ifadesi ile belirlenir. Burada $B(0)$ metalin yüzeyindeki akı yoğunluğudur. Dış alanın akı yoğunluğu metalin içindeki bir λ mesafesinde sabit kalırsa, süperiletken içinde aynı miktarda akı olur.



Şekil 1.5. Manyetik akının süperiletken yüzeyinden içeri nüfuz etmesi

Süperiletkenliğin London teorisi, nüfuz derinliğinden daha kalın bir numunedeki manyetik akı yoğunluğunun metale nüfuzunun, konumla üstel olarak azaldığını öngörür ve bu matematiksel olarak;

$$B(x)=B(0)e^{-x/\lambda} \quad (1.4)$$

şeklinde ifade edilir. Ancak, basit hesaplamalarda, uygulanan alanın $B(0)$ akı yoğunluğunun metalin içine doğru belli bir λ mesafesinde sabit kalması ve aniden sıfıra düşmesi yaklaşımının kullanılması genellikle yeterli olmaktadır.

Koherens (uyum) uzunluğu, süperelektronlara eşlik eden dalga fonksiyonunun saçılma uğramadığı uzunluktur. Uyum uzunluğuna, üzerinde Cooper çiftindeki elektronların birlikte kalabildiği uzunluk olarak da bakılabilir. BCS teorisinde uyum uzunluğu, Cooper çiftindeki iki elektronun birbirleri ile bağlı olarak mesafe ile doğrudan ilgilidir.

Nüfuz derinliğinin uyum uzunluğuna oranı;

$$\kappa=\lambda/\xi \quad (1.5)$$

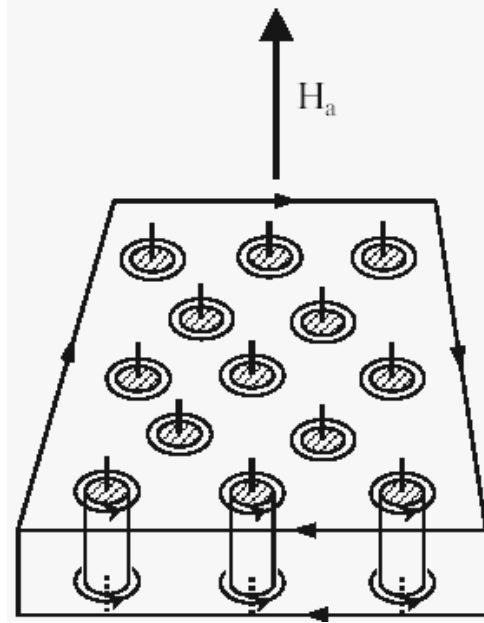
malzemenin Ginzburg-Landau sabiti olarak bilinir. Süperiletkenlerin birkaç özelliğini belirleyen önemli bir parametredir. Süperiletkenlerde; $\kappa<0,71$ oranı için I. tip, $\kappa>0,71$ için ise II. tip süperiletkenlik söz konusudur. Ayrıntılı analizler, uyum uzunluğu ve nüfuz derinliğinin, normal bir metalin elektronlarının ortalama serbest yoluna bağlı olduğunu göstermiştir.

1.4.5. II. Tip Süperiletkenlerde Karışık Hal (Mixed State)

Manyetik alan içindeki bir malzemenin en düşük toplam serbest enerjili duruma sahip olduğu varsayılır. Negatif yüzey enerjili bir durumda, süperiletken malzemenin, minimum serbest enerjili durumu oluşturmak için çok sayıda normal bölgeler oluşturması beklenir. Normal bölgelerin oluşması toplam serbest enerjiliyi azaltacak ve daha düşük enerjili duruma getirecektir. Bunun için uygun konfigürasyon, uygulanan manyetik alana paralel uzanan ve süperiletken içinden geçen silindirik normal alan bölgeleridir. Bu silindirlere normal göbekler veya akı merkezi adı verilir ve düzenli girdap bölgesi oluştururlar (Şekil 1.6). Böylece süperiletken malzeme, sınırları uygulanan manyetik alana

paralel uzanan, çok küçük ölçekli normal ve süperiletken bölgelerden oluşan karışım haline ayrılır. Bu durum karışık durum olarak adlandırılır.

Malzeme diyamanyetik olduğu için, uygulanan alandan kaynaklanan akıya, numunenin çevresi etrafında dolanan diyamanyetik yüzey akımı tarafından karşı konulur. Bu diyamanyetik malzemede, uygulanan manyetik alana paralel olan normal göbekler oluşur ve her göbeğin içinde uygulanan manyetik alanla aynı yönlü manyetik akı mevcuttur. Göbeklerin içindeki akı, diyamanyetik yüzey akımına zıt yönde ve göbeğin etrafında dolanan kalıcı bir akım girdabı (vortex) tarafından oluşturulur. Ayrıca her bir girdap, $\Phi_0 = h/2e = 2,6678 \times 10^{-15}$ Weber büyüklüğünde bir manyetik akı (fluxon) taşır.



Şekil 1.6. Normal merkezleri ve etrafında dolanan süperakım girdaplarını gösteren karışık hal. Dikey çizgiler merkezlerin içinden geçen akıyı gösterir. Yüzey akımı bulk diyamanyetizmayı gösterir.

Normal bir göbek etrafında dolanan girdap akımı, herhangi bir başka göbek ile çevrelenen girdap akımı tarafından üretilen manyetik alan ile etkileşir. Sonuç olarak iki göbek, yani paralel iki akı çizgisi birbirlerini iterler. Bu durum, paralel iki solenoid veya iki çubuk mıknatısın birbirini itmesi olayına biraz benzerlik gösterir. Bu karşılıklı etkileşmeden dolayı, girdap halde süperiletken içindeki göbekler rasgele yayılmazlar ve

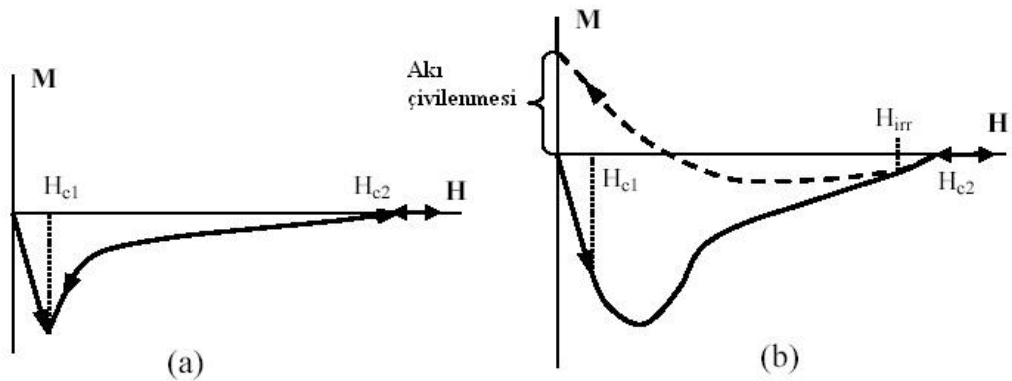
kendilerini Şekil 1.6' da görüldüğü gibi düzenli bir periyodik hegzagonal (altıgen) düzene sokarlar.

1.4.6. II.Tip Süperiletkenlerin Manyetizasyonu

Süperiletken malzemelerde, akı çizgilerinin çivilendiği veya sabitlendiği “pinning merkezleri” vardır. Malzemeyi karakterize eden birim hacim başına ‘pinning kuvveti’ F_p , malzemede “pinning merkezleri” olarak görev yapan, dislokasyonlar, gözenekler, tane sınırları, safsızlıklar vb. gibi çeşitli kusur yoğunluklarıyla orantılıdır.

İdeal II. tip süperiletkende, manyetizasyon eğrisi tersinirdir. Uygulanan manyetik alan artarken elde edilen manyetizasyon eğrisi, manyetik alan azaltılırken elde edilen manyetizasyon eğrisi ile aynı yolu izler. Bu süperiletkenlerde histeresis yoktur ve tersinir (revirsible) davranış gözlenir. Mükemmel diyamanyetizma durumu, yalnızca H_{c1} 'den daha düşük manyetik alanlarda meydana gelir ve H_{c1} manyetik alanında akı süperiletken yapıya girmeye başlar. H_{c2} 'den büyük manyetik alanlarda manyetizasyon olmaz ve malzeme normal hale döner (Şekil1.6).

II. tip süperiletkenlerde girdapların hareketi; boşluklar, dislokasyonlar, tane sınırları ve normal bölgeler gibi değişik kusur tipleri vasıtasıyla engellenir. Bu kusurlara çivileme bölgeleri (pinning sites) adı verilir. Kusurlardan girdabı (akı çizgilerini) hareket ettirmek için çivilemeyi sökecek (unpin) F_p eşik kuvvetine ihtiyaç vardır. Böyle malzemelere, ideal olmayan veya tersinmez (irreversible) II. tip süperiletkenler adı verilir. Tersinmezliğin oluşmasının nedeni, karışık durumda süperiletkenden geçen normal göbeklerin malzemedeki kusurlara çivilenmesi ve bu yüzden serbestçe hareket edememeleridir.



Şekil 1.7. (a) İdeal II. tip süperiletkenin manyetizasyonu (b) II. tip gerçek süperiletkenin manyetizasyonu (Sheahan, 1994)

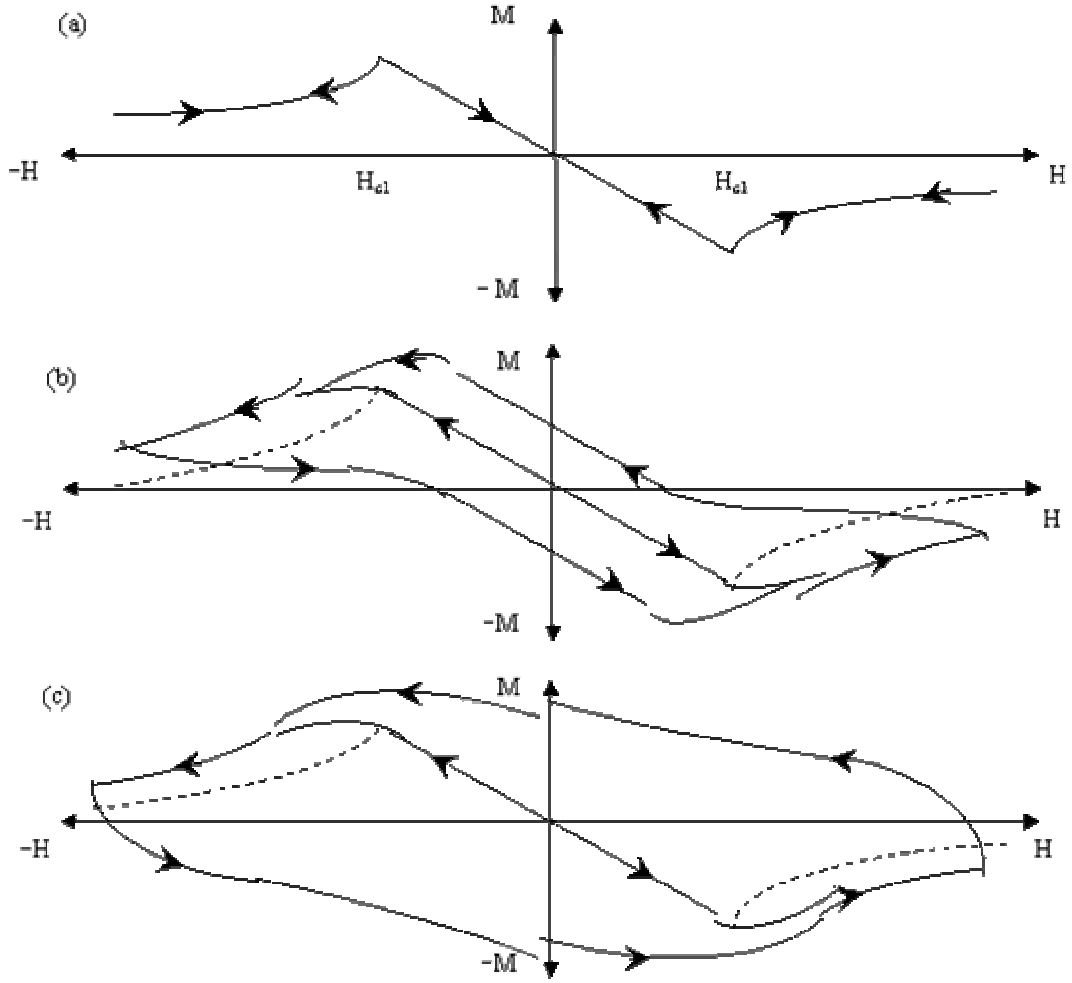
Şekil 1.7(a) ve (b) arasındaki önemli fark, uygulanan alan artarken, yüzeyde oluşan göbeklerin numune içine girmesi engellendiğinden H_{c1} 'de ani akı girişi olmaz. H 'nın artışı akının daha geniş girmesine neden olup, H_{c2} 'de akının tam girdiği duruma $B=\mu_0 H$ ulaşır ki, malzeme bu durumda normal halde olur. Süperiletken durumda akının bir kısmı malzeme tarafından tuzaklanır. H_{c2} 'ye ulaştıktan sonra, H azalır, akı çizgileri ilk başta hareket için serbest kalırlar ve dolayısıyla M-H eğrisi $H_{\text{tersinmez}}$ (H_{irr}) noktasına kadar yolunu tekrarlar. Akı çivilenmesi daha kuvvetli olduğunda B , H 'dan daha yavaş azalır ve M gidiş eğiminden sapar. H düştüğü için B yüksek değerde kalır. Çünkü $B=\mu_0(H+M)$ olduğu için M değeri pozitif değere yükselir. Geri dönüşün sonunda $H=0$ olduğunda B 'nin değeri, süperiletken tarafından akı tuzaklanmasından dolayı sonlu olur.

1.4.7. Tersinir ve Tersinmez Süperiletkenler

II.tip süperiletkenlerin manyetik alana karşı duyarlılığı malzeme yapısına, sıcaklığa ve manyetik alanın uygulanma sürecine çok bağlıdır. Bir süperiletken malzemeye manyetik alan iki farklı şekilde uygulanabilir:

- i) Numune herhangi bir manyetik alan altında normal halden soğutularak süperiletken hale getirilir.
- ii) Numune herhangi bir manyetik alan yokken normal halden soğutularak süperiletken hale getirildikten sonra manyetik alan uygulanır.

Birinci işleme “alan altında soğutma” (FC), ikinci işleme de “alansız soğutma”(ZFC) adı verilir.



Şekil 1.8. II. tip süperiletkenlerde çivileme bölgelerinin varlığına göre M-H eğrileri. (a) çivileme yok (tersinir), (b) çivileme zayıf (yarı tersinir), (c) çivileme kuvvetli (tersinmez)

Şekil 1.8(a)'da tersinir bir süperiletkenin manyetizasyon değerinin, alan artarken ve azalırken aynı olduğu görülmektedir. Tersinir süperiletkenlerde girdaplara etki eden çivileme kuvveti olmadığından girdaplar arası mesafe eşittir. Bu nedenle akı gradyanı oluşmaz ve ortalama akı yoğunluğu numunede her yerde aynı olur.

Tersinmez II.tip süperiletkenlerde manyetizasyonun uygulanan dış manyetik alana göre değişimi, manyetik alan arttırıldığında ve azaltıldığında aynı yol izlemez (Şekil 1.8a ve b). Akı çivileme merkezlerinde akı tuzaklanır. Tuzaklanan akı merkezleri etrafında akım halkası oluşur. Oluşan bu akımlar numunenin manyetizasyonunun dolayısıyla kritik akım yoğunluğunun yüksek olmasını sağlar.

Tersinmez II.tip süperiletkenlerde girdaplar, numunenin içinde denge durumu oluşuncaya kadar düzgün bir şekilde yayılmaz. Bunun nedeni, girdap hareketinin çivileme kuvvetleri tarafından engellenmesidir (Çelebi vd.,2000).

Süperiletken bir malzemenin tersinirliğinin, çivileme etkisine ve kritik akım yoğunluğuna bağlılığı:

a-) Çivileme yoksa (pinning free), $J_c=0$ malzeme tersinirdir.

b-) Çivileme şiddeti zayıf, $J_{c1} \neq 0$ durumu yarı-tersinir II. tip süperiletkenliğe işaret eder (Şekil 1.8b).

c-) Çivileme çok kuvvetli, $I_{b2} \gg I_{b1}$, dolayısıyla $J_{c2} \gg J_{c1}$ durumu tersinmez II. tip süperiletkene işaret eder (Şekil 1.8c).

Süperiletken bir malzemede çivileme şiddeti arttıkça;

i-) Girdapların hareketinden kaynaklanan kayıplar azalır.

ii-) Girdaplar harekete başlamadan, malzemeden geçirilebilecek maksimum akım yoğunluğu J_c artar.

iii-) Manyetizasyon eğrisinin genişliği artar

iv-) Kalıcı veya tuzaklanan manyetizasyon artar (Çelebi, 2004)

1.5. Malzemelerin Mekanik Özellikleri

1.5.1. Sertlik

Bir malzemenin çizilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği dirence sertlik denir. Bilimsel anlamda ise, bir malzemenin dislokasyon hareketine veya plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç sertlik olarak ifade edilir.

Sertlik deneyinde bir malzemenin yüzeyine batırılan bir uca veya kesici takıma karşı gösterdiği direnç ölçülür. Batıcı uçlar bilya, piramit veya koni biçiminde olup, genellikle sertleştirilmiş çelik, sinterlenmiş tungsten karbür veya elmas gibi, sertliği deney malzemesinin sertliğinden çok daha yüksek olan malzemelerden yapılır. Malzemenin sertliği, uygulanan yüke bağlı olarak ya örnek üzerinde oluşan izin yüzey alanına, yada batıcı ucun batma derinliğine göre belirlenir. Genelde sertlik; uygulanan yükün örnekte oluşturduğu kalıcı izin yüzey alanına bölünmesiyle bulunur (Savaşkan, 1999).

Belli başlı bilinen sertlik ölçme yöntemleri şunlardır:

Makro sertlik ölçme yöntemi

- Rockwell sertlik ölçme yöntemi
- Brinell sertlik ölçme yöntemi
- Vickers sertlik ölçme yöntemi

Mikro sertlik ölçme yöntemi

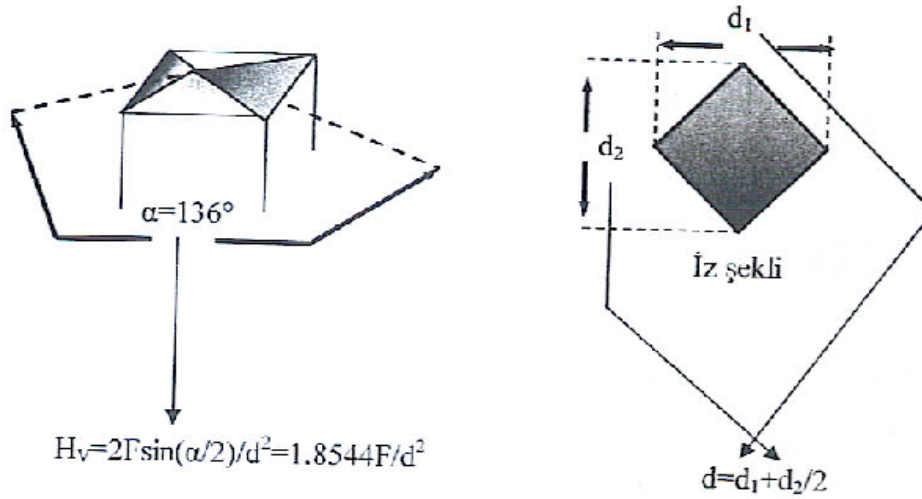
- Vickers sertlik ölçme yöntemi
- Knoop sertlik ölçme yöntemi

Sertlik, kalite kontrollerinde ve bununla ilgili performans parametrelerinde çok sık kullanılan bir özelliktir fakat metalin iç özellikleri ile ilgili çok fazla bilgi vermediği düşünülmektedir. Bu durum sertlik deneyinin doğasından kaynaklanmaktadır (Charles, 2000). Mühendislikte sertlik, malzemenin plastik bir deformasyona karşı direnç miktarı olarak kullanılır. Ampirik tanımından dolayı, sertlik değerinin ölçülmesi, ölçüm sürecinin tanımını içine alan plastik bir deformasyon gerektirir. Sertliğin ölçümü, hangi sertlik tipinin kullanıldığına bağlıdır. Bunun sonucu olarak birçok sertlik değerinden bahsedilmektedir. Fakat sertlik birimlerini bir birine dönüştüren herhangi bir yöntem yoktur. Ancak sertlik, homojenlik çalışmalarında üretim kontrolü ve malzeme seçiminde çok önemli bir özelliktir.

1.5.2. Vickers Sertlik Analizi

Vickers sertlik deneyinde, piramit biçiminde ve tabanı kare olan batıcı uç kullanılır. Elmastan yapılan piramitin tepe açısı $\alpha=136^\circ$ dir. Şekil 1.9 da Vickers ucunun iz baskı şekli verilmiştir. Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzemenin cinsine göre seçilen bir yük altında (10 g, 25 g, 50 g, 100 g,....., 1 kg gibi) belirli bir süre batırılması ile oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir.

Vickers sertlik değeri (VSD); $H_v=1854,4F/d^2$ (GPa) bağıntısı ile bulunur. Burada; F uygulanan yük olup, d izin ortalama köşegen uzunluğudur ve $d=(d_1+d_2)/2$ formülü ile hesaplanır.



Şekil 1.9. Vickers ucunun iz baskı şeması

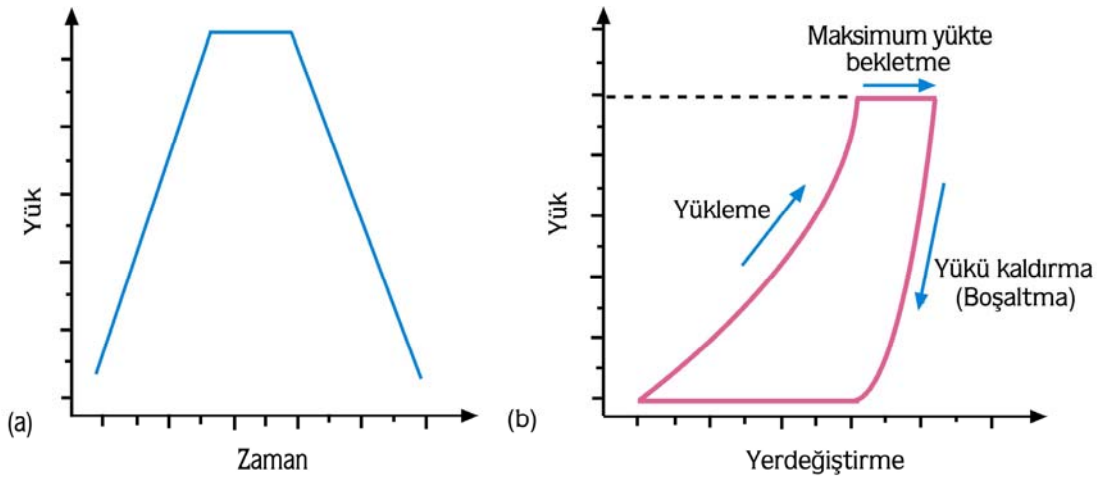
1.5.3. Derinlik Duyarlı Çentme

Çentme testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile derinlik duyarlı mikrosertlik (*DDM*) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, çentici vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından sonra geride kalan iz, kontak alanını belirlemek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı, sertlik olarak tanımlanır.

$$H_{makro} = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \quad (1.6)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (*SEM*) ya da Taramalı Uç Mikroskobu (*SPM*) kullanılması gerekir. Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp, daha çok Atomik Kuvvet mikroskopları (*AFM*) kullanılmaktadır.

Yerdeğiştirme miktarını doğru bir şekilde ölçen ve yükün çok hassas bir biçimde uygulanmasını sağlayan yeni test yöntemleri, çentilen bölgenin mikroskopik yöntemlerle incelenme gerekliliğini de ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle sadece numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine rağmen, *DDM* tekniği ile yükün kaldırılması (boşaltma) esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanım ve başlangıç elastikliği de ölçülebilir hale gelmiştir. Nanoçentme deneylerinde, yükün uygulanması (yükleme) ve kaldırılması (boşaltma) süreçlerinde, yerdeğiştirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir. Bu ölçümler en az 0.1 nm yerdeğiştirme çözünürlüğüne ve $0.1 \mu\text{N}$ yük duyarlılığına sahip cihazlarla yapılmaktadır (Baker and Burnham, 2000). Şekil 1.10'da, derinlik duyarlı mikroçentmeler için bir yüklem profili ve bu profile karşılık gelen yük-yerdeğiştirme eğrisi görülmektedir. Çentme testi, uç sürüklenmesi belli bir değerin (tipik olarak 0.1 nm/s den daha az) altında ise başlayacaktır. Eğrinin yüklem kısmı, batmaya karşı olan direncin bir ölçüsüdür. Yüklem eğrisinin eğimi, öncelikli olarak örneğe, çentinin şekline ve boyutuna bağlıdır.

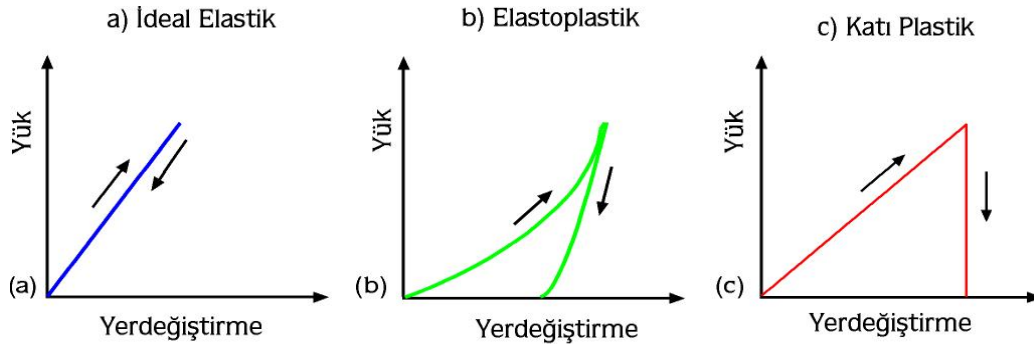


Şekil 1.10. Tipik bir çentme testi için a) Yüklem profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi

Yükün maksimumda tutulduğu bölüm ise zamana bağlı plastiklik ya da sürünme (creep) analizlerinde kullanılır. Yükün kaldırılmasına bağlı olarak batma derinliğindeki geri kazanım miktarı, direkt olarak elastiklik derecesi ve geri kazanılmış elastik deformasyonla ilişkilidir.

Elastik olarak deforme edilmiş bir malzemede, yüklem sırasında açılan iz, yükün kaldırılması sırasında ortadan kalkacaktır. Bu durum, yük-yerdeğiştirme eğrisinde,

boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerinden geri dönmesi şeklinde gözlenecektir (Şekil 1.11 (a)). Elastoplastik bir malzemeye ait yük-yerdeğiştirme eğrisi ise Şekil 1.11(b)'de görülmektedir. Bu tür malzemeler, hem plastik hem de elastik davranışın bir karışımını sergiler. Plastik deformasyona uğramış bir malzemede, hemen hemen hiçbir geri kazanım gözlenmez (Şekil 1.11(c)). Kauçuk gibi tamamen elastik özellik gösteren bir malzemenin, geleneksel çentme yöntemleri ile sertliği ölçüldüğünde, belirli bir sertlik değeri elde edilemeyecektir. Çünkü örnek tamamen kendini toparlayacak ve geride bir çentme izi kalmayacaktır. Bu sebeple, derinlik duyarlı çentik testleri, geleneksel yöntemlerle belirlenemeyen elastiklik özelliklerinin incelenmesine imkân vermesi dolayısıyla, büyük avantajlar sağlamaktadır. Yükleme-boşaltma eğrisinin (profilinin) her bölümü için farklı bir analiz tekniği geliştirilmiştir. Yükleme kısmı, hem elastikliği hem de plastikliği içeren bir model gerektirir. Yükü tutma (veya maksimum yükte bekletme) kısmı, genelde sürünme (*creep*) davranışını incelemek için kullanılır.



Şekil 1.11. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) İdeal elastik b) Elastoplastik c) Katı plastik numune

Yükü kaldırma kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımını göstermektedir. Yükleme, boşaltma ve maksimum yükte bekletme eğrilerinin incelenmesi, pratikte plastiklik ve kontak alanı arasındaki ilişkiler hakkında pek çok kabul gerektirir. Kullanılan modele en az bağımlılık göstermesinden dolayı, çentme eğrisinin boşaltma kısmının kullanıldığı teknikler, en yaygın kullanıma sahiptir. Nanoçentme deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmuştur. Bu varsayımlara göre; (i) çentcinin eğrilik yarıçapının örnek yüzeyi ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğu, (ii) çentcinin ve örnek boyutlarının kontak alanına

kıyasla çok büyük olduğu, (iii) çentik boyutunun, tüm sistemle karşılaştırıldığında çok küçük olduğu ve (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultudaki kuvvetin örneğe iletiildiği kabul edilmektedir.

Pek çok araştırma gurubu, bir çentme testinden elde edilen yük-yerdeğiştirme verilerinin nasıl daha iyi yorumlanabileceği üzerinde çalışmışlardır. Elastikliğin deformasyon mekanizması üzerindeki etkisinin araştırılması, günümüzde kullanılan yeni test tekniklerinin geliştirilmesinden çok daha önce başlamıştır. 1961 yılında Stillwell ve Tabor konik çentciler kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemişlerdir (Tabor, 1961). Armstrong ve Robinson (1974), malzemelerin birleştirilmiş elastik ve plastik deformasyonlarını Lawn ve Howes (1981) ise, elastik toparlanmayı irdelenmişlerdir. Kontak alanını, yük-yerdeğiştirme eğrilerinin boşaltma kısmını kullanarak belirleyen ilk araştırmacılar, Bulychev, Alekhin, Shorshorov ve Ternovskii'dir (Bulychev et al., 1975). Doerner ve Nix (1986), çentik boyutunun optik aletler kullanılarak ölçülemeyecek kadar küçük olduğu milinewton (mN) yük aralığında, DDM tekniğini ilk kez kullanmışlardır. Oliver ve Pharr (1992) ise, bu tekniği tamamen düzelterek daha kullanışlı bir hale getirmişlerdir. Benzer bir analiz tekniği, Field ve Swain (1993) tarafından, küresel çentciler üzerine odaklanarak geliştirmiştir. 2001 yılında ise, bu son iki tekniğin aynı teknik olduğu gösterilmiştir (Cripps, 2001). Yukarıda kısaca özetlenen çentme teknikleri, idealize edilmiş katı bir küre ile düz bir yüzeyin kontağının incelenmesi esasına dayanır. Sneddon (1965), çeşitli geometrilerdeki katı çentciler ile izotropik elastik yarı uzay arasındaki kontak için aşağıdaki basit ifadeyi geliştirerek, kontak katılığının (*Contact stiffness; S*), yükteki artışın (δP), yerdeğiştirmedeki artışa (δh) oranı olarak tanımlanabileceğini gösterdi.

$$S = \left. \frac{\delta P}{\delta h} \right|_{\text{elastik}} \quad (1.7)$$

Yük-yerdeğiştirme eğrisindeki yükün kaldırılması kısmının başlangıcı ile ilişkili olan bu oran, boşaltma kısmının başlangıcının tamamen elastik olduğu kabulüne dayanır. Çoğu malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün boşaltılmasına bağlı geri kazanımın büyük bir kısmının elastik olduğu varsayılır. Geride kalan artık (residual) deformasyon, en son derinlikle (h_p) ilgili olan plastikliği temsil eder. Aynı zamanda, çentici ucun ideal bir katı olduğu varsayılır. Bununla birlikte, çenticide meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmiş elastiklik sabitinin

hesaplanmasında dikkate alındığının hatırlanması yararlı olacaktır. Bu bağlamda, kontak katılığı, maksimum yükteki indirgenmiş elastiklik modülü ve kontak alanının (A_c) bir fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde ifade edilir (Sneddon, 1965).

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1.8)$$

Bu ilişki, Sneddon'un katılık denklemi olarak adlandırılır. Kontak alanı çentici ucun şekline bağlı olup, her çentici için girme derinliğine bağlı iyi tanımlanmış bir alan fonksiyonu vardır. Denklemden kolayca görüleceği üzere, boşaltma eğrisinin eğimi, malzemenin elastiklik sabiti ve kontak alanının karekökü ile orantılıdır.

Bu prensipler ışığında, nanoçentme deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr metodudur.

1.5.4. Oliver – Pharr Metodu

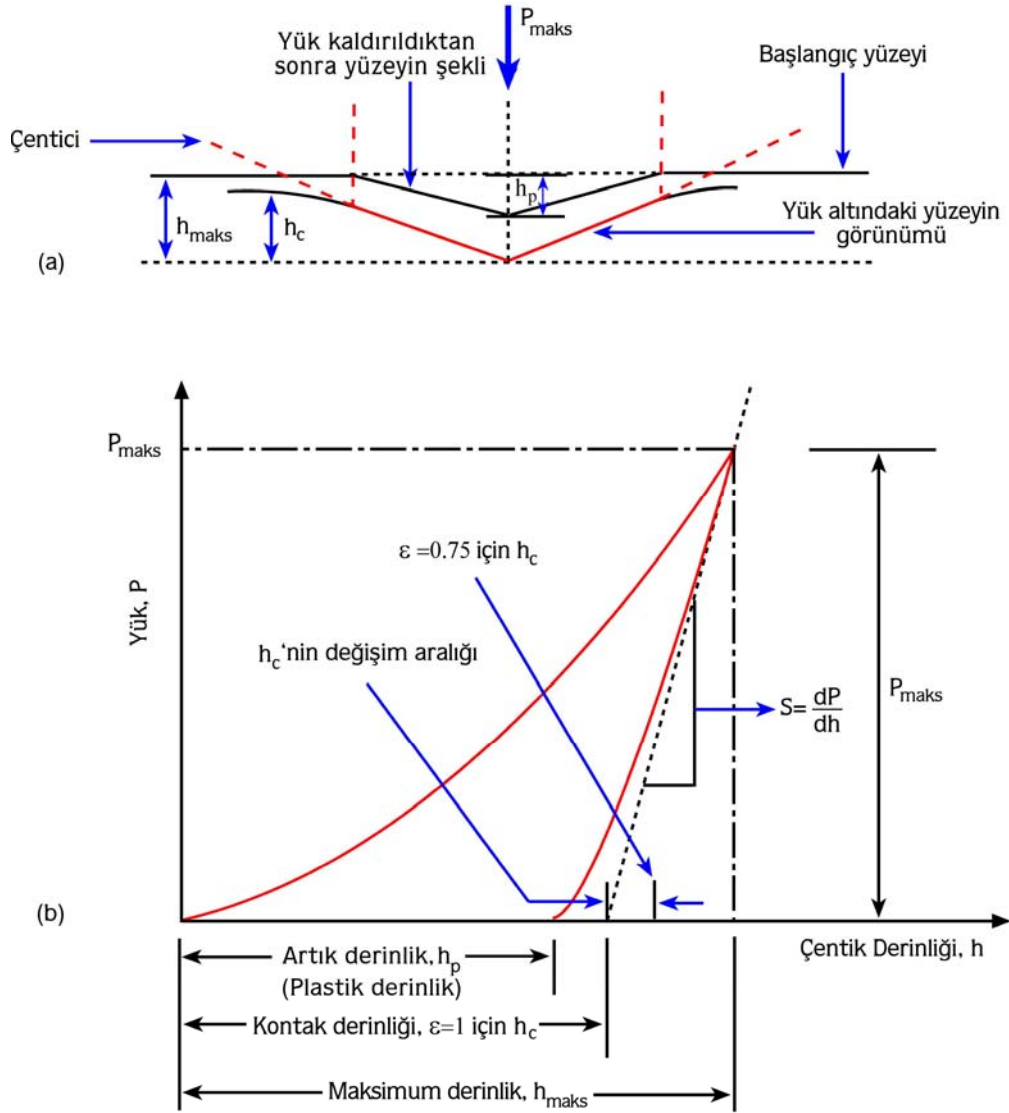
1970'li yılların başlarında Ternovskii (Ternovskii et al., 1973), Bulychev (Bulychev et al., 1975; 1976; 1987), Shorshorov (Shorshorov et al., 1982) gibi araştırmacılar, *DDM* deneylerinden elde ettikleri yük-yerdeğiştirme eğrilerini, elastiklik modülünün elde edilmesinde kullanmışlardır.

1986 yılında Dorner ve Nix tarafından, yük-yerdeğiştirme eğrilerini analiz etmekte kullanılan yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Oldukça yoğun ilgi gören bu yöntemde, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmı lineer kabul edilir ve çenticingin (*indenter*) kontak derinliği, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmına çizilen teğetin, yerdeğiştirme eğrisini kestiği nokta dikkate alınarak hesaplanır. Bu şekilde oldukça basit lineer bir yaklaşımla elde edilen verilerden hesaplanan sertlik ve elastiklik modül değerleri, bazı durumlarda (*ISE* sebebi ile) olası değerden oldukça büyük çıkmaktadır (Franco et al., 2004).

1992'de Oliver ve Pharr, yaptıkları çalışmalarında Şekil 1.12(a)' da yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için,

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (1.9)$$

denklemini önermişlerdir. Denklemdeki $S = \frac{dP}{dh}$, Şekil 1.12(b)'den de görüleceği gibi, yük-verteğiştirme eğrisinin boşaltma kısmının başlangıcından deneysel olarak ölçülmektedir. Denklemdeki E_r , indirgenmiş modülünü A_c ise elastik kontağın izdüşüm alanını göstermektedir. Başlangıç kontak katılığı (S) ve kontak alanı (A_c) (optik olarak ölçülen izdüşüm alanına eşit olduğu kabulü ile) belirlenerek indirgenmiş modül değeri türetilmiştir (Oliver ve Pharr, 1992).



Şekil 1.12.(a) Çentiğin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-verteğiştirme eğrisinin şematik gösterimi

Kontak alanı; çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği h_c , kullanılarak belirlenebilir. Çentici önemli şekilde deforme olmadığı takdirde, maksimum yükteki izdüşüm kontak alanı,

$$A=F(h_c) \quad (1.10)$$

ile hesaplanabilir. F 'nin fonksiyon türü, analiz yapılmadan önce belirlenmelidir. Şekil 1.12(a) da yatay kesiti verilen bir çentici ile örneğe yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme h 'yi,

$$h=h_c+h_s \quad (1.11)$$

şeklinde ifade etmişlerdir. h_c , kontak derinliği, h_s ise kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesidir. Maksimum yük P_{maks} , bu yükteki yerdeğiştirme h_{maks} 'dir. Çentici üzerindeki yük kaldırıldığında, elastik yerdeğiştirmenin toparlandığı ve çentici tamamen numuneden geri çekildiğinde, numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p 'dir (Şekil 1.12(b)).

Deneysel kontak derinliği,

$$h_c=h_{maks} - h_s \quad (1.12)$$

şeklinde belirlenir. h_{maks} , deneysel olarak ölçülebilmektedir. Bu durumda, analiz için belirleyici olan, yük-yerdeğiştirme eğrisinden kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi h_s 'nin nasıl belirleneceğidir.

Kontak çevresindeki yüzeyin eğriliği, çenticingin geometrisine bağlıdır. Konik bir çentici için, kontak dışındaki yüzey alanı Sneddon (1965) tarafından,

$$h_s = \frac{(\pi - 2)}{\pi} (h - h_p) \quad (1.13)$$

ifadesi ile verilmiştir. Sneddon'un çözümü, yerdeğiştirmenin sadece elastik bileşeni için uygulandığından Denklem (1.13)'deki $(h - h_p)$ niceliği, h yerine kullanılmıştır. Buna ilave olarak Sneddon tarafından yük-yerdeğiştirme ilişkisi konik çenticiler için,

$$(h-h_p) = 2 \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.14)$$

şeklinde ifade edilmiştir. Burada S , stiffness sabiti olup, katının deformasyona karşı direncinin bir ölçüsüdür. Denklem (1.14) denklem (1.13)'de yerine yazılarak maksimum

yükteki kontak alanı,

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.15)$$

elde edilir. Denklem (1.15)'de ε , konik uç için geometrik sabit olup $[\frac{2}{\pi(\pi-2)}]$ ya da 0.72 dir. Bu değer Denklem (1.12)'de yerine yazılırsa, kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (1.16)$$

şeklinde elde edilmiş olur.

Oliver-Pharr metodu ile elastiklik modülüne ilave olarak sertlik de hesaplanabilmektedir. Bu metotta sertlik, materyallerin yük altında dayanabileceği basınç olarak tanımlanmıştır. Bu tanım ile sertlik,

$$H = \frac{P_{maks}}{A} \quad (1.17)$$

denklemleri ile hesaplanılmaktadır. Denklemdaki A , Denklem (1.10) ile hesaplanan maksimum yükteki izdüşüm alanıdır. Diğer taraftan, Denklem (1.17) ile hesaplanan sertlik değeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik değerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük

olabilmektedir. Bu durum Oliver-Pharr tarafından geniş bir şekilde tartışılmıştır (Oliver-Pharr, 1992).

1.6. Bor Elementinin Özellikleri

Periyodik sistemin üçüncü grubun başında bulunan ve atom numarası 5 olan bor elementi, kütle numaraları 10 ve 11 olan iki kararlı izotopundan oluşur. Kimyasal sembolü (B) olup, periyodik cetvelin III A grubunun metal olmayan tek elementidir. Metalle ametal arası yarı iletken özelliklere sahiptir. Bor madeni ilk bakışta beyaz bir kaya şeklinde olup, çok sert ve ısıya dayanıklı, doğada serbest bir element olarak değil, tuz bileşikleri şeklinde bulunmaktadır. Bor elementinin amorf bir toz halindeki rengi koyu kahverengidir. Ancak çok sert yapılı monoklinik kristal halinin rengi ise sarımsı kahverengidir. Elmastan sonra en sert ve ametaller arasında elektropozitifliği en yüksek olan elementtir.

Yeryüzünün 51. yaygın elementi olan bor, yeryüzünde toprak, kayalar ve suda yaygın olarak bulunan, oksijene karşı afinitesi çok yüksek olan bir elementtir. Oksijenle bağ yapmaya yatkın olması sebebiyle pek çok değişik bor-oksijen bileşimi bulunmaktadır. Bor-oksijen bileşimlerinin genel adı borattır. Oda sıcaklığında iletkenliği zayıftır fakat, yüksek sıcaklıklarda çok yüksektir. Proton ve elektron sayısı 5, nötron sayısı 6, atom çapı 1,78 Å dir. Bor 2,33 g/cm³ yoğunluklu kristal ve 2,3 g/cm³ yoğunluklu amorf olmak üzere iki şekilde bulunur.

Tablo 1.1. Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri

Özellik	Değeri
Atom Ağırlığı	10.811± 0.005 veya 0.007
Erime Sıcaklığı	2190+20 ⁰ C
Kaynama Sıcaklığı	3660 ⁰ C
Isıl Genleşme Katsayısı	5×1067×106
Knoop sertliği	2100-2580HK
Vickers sertliği	5000HV
Mohs sertliği (elmas-15)	11

Kimyasal olarak ametal olan kristal bor, normal sıcaklıklarda su, hava ve hidroklorik/hidroflorik asitler ile soy davranışlar göstermekte, sadece yüksek

konsantrasyonlu nitrik asit ile sıcak ortamda borik asite dönüşebilmektedir. Öte yandan yüksek sıcaklıklarda saf oksijen ile reaksiyona girerek bor oksit (B_2O_3), aynı koşullarda nitrojen ile bor nitrat (BN) ve titanyum ile titanyum diyorit (TiB_2) gibi endüstride kullanılan bileşikler oluşabilmektedir. Çeşitli metal ve ametallerle yaptığı bileşiklerin gösterdiği değişik özellikler, endüstride pek çok çeşit bor bileşiğinin kullanılmasına imkan sağlamaktadır.

Bor elementinin kimyasal özellikleri morfolojisine ve tane büyüklüğüne bağlıdır. Amorf bor kolaylıkla ve bazen şiddetli olarak reaksiyona girerken kristalin bor kolay reaksiyona girmez. Bor doğada serbest halde bulunmamaktadır. Doğada 250'den fazla minerale bileşik halinde bulunmaktadır. Bu oluşan bor minerallerinden en önemlileri yapılarında değişik oranlarda bor oksit B_2O_3 içeren, bor minerallerinin en önemlileri tinkal, kalemonit ve üleksittir. Bor mineralleri piyasaya ham bor ve öğütülmüş ham bor olarak da sunulmakta, fakat genel olarak rafine bor bileşiklerine dönüştürülerek kullanılabilir.

1.7. Magnezyum Elementinin Özellikleri

Magnezyum, nispeten tepkin bir metaldir. Bu yüzden doğada serbest olarak bulunmaz. Toprakta en bol bulunan elementler arasında sekizinci sırayı alır. Başlıca iki mineral halinde bulunur: karbonatlı magnezit ($MgCO_3$) ve dolomit [$MgCa(CO_3)_2$]. Öteki mineralleri arasında magnezyum, magnezyum sülfatlar ve magnezyum silikatlar vardır.

Günümüzde magnezyum, hemen tümüyle tuzlu su kaynaklarından ve deniz suyundan elde edilen bir bileşik olan erimiş magnezyum klorürün elektrolizi yoluyla elde edilir. Arı magnezyum, özgül ağırlığı düşük, gümüşü-beyaz renkli bir metaldir. Magnezyum açıkta bırakıldığında, yüzeyinde kısa sürede koruyucu bir tabaka oluşur. Bazı magnezyum karbonattan oluşan bu tabaka, metali daha çok yükseltgenmekten korur. Tüm IIA grubu elementleri gibi +2 değerliklidir. Atom numarası 12, atom ağırlığı 24,305 akb, erime sıcaklığı 650 °C, kaynama sıcaklığı 1107 °C olan toprak alkali bir elementtir. Oda sıcaklığında yoğunluğu 1,738 g/cm³ olup koyu bir rengi vardır.

Magnezyumun en çok yararlanan yanı, belki de ağırlığının az olması ve alaşımlara kattığı özelliklerdir. Gerçekte, yalnız başına, mekanik özellikleri sıradandır. Ancak, bazı metallerle özellikle alüminyum, çinko ve manganla alaşımlandığında, bu özellikler

belirginlik kazanır. Magnezyumla alaşıma giren alüminyum mekanik direnci artar, çinko daha çok işlenebilir duruma gelir, manganın ise aşınması azalır.

Oksijeni normal ölçüde olan bir ortamda, metal magnezyum, kör edici bir ışık ve çok yüksek ısı çıkararak yanar. Yanışındaki şiddet, magnezyumu dikkatle işlem görmesi gereken maddeler sınıfına sokar. Bununla birlikte, yanarken çıkardığı ışıktan, yapay ışıklı fotoğraf tekniğinde ve piroteknikte yararlanır.

Olağandışı işlenebilme niteliği ve metal yoğunluğuna karşı direnç gerektiren durumlarda, magnezyum, özellikleri nedeniyle istenir olmaktadır. Elektronik birimlerde magnezyum bileşikleri geniş çapta kullanılır. Radar izleme tablolarında, antenlerde, güç devrelerinde, teyp bantlarının makaralarında, plakalarda, el telsizlerinde hep magnezyumdan yararlanır. Özgül ağırlığının düşük olması, magnezyumun bileşiklerini, aygıtların elle kullanılmasını gerektiren metallerin işlenmesi ya da yontulması konularında da gerekli kılmaktadır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. MgB₂ Külçe Örneklerinin Hazırlanması

Ticari olarak satılan MgB₂ tozlarından sıcaklık serisi, basınç serisi ve zaman serisi olmak üzere üç seri ondört tane külçe MgB₂ örneği üretildi. Sinterleme işleminin şematik görünümü Şekil 2.1’de verildi.

Basınç serisi için; 0,6 g MgB₂ tozu 13 mm çaplı silindirik kalıpta 8 ton/cm² basınç altında preslendi. Preslenen tablet, paslanmaz krom tüp içine yerleştirildi ve tüp yarım saat vakuma (10⁻² bar) alındıktan sonra, set sıcaklığı 1050 °C olan tüp fırına yerleştirildi. Üç saat sinterleme süresince krom tüp içine 2 bar Ar gazı sürekli olarak verildi. Üç saat sonra krom tüp fırından dışarı çıkarılıp, hava ortamında soğuması beklendi. Krom tüp soğuduktan sonra Ar gazı kapatılıp örnek krom tüpten çıkarıldı. Sinterleme süresince uygulanan Ar gazı basıncının örnek üzerindeki etkisini incelemek için, üç saatlik sinterleme süresi ve 1050 °C sinterleme sıcaklığı sabit tutularak, argon gazı basıncını 2 bar, 4 bar, 6 bar, 8 bar ve 10 bar şeklinde uygulayarak basınç serisi için beş tane külçe MgB₂ örneği üretildi. Basınç serisi örnekleri için sinterleme koşulları Tablo 2.1’de verildi.

Tablo 2.1. Basınç serisi örneklerinin oluşturulması.

Örneğin adı	Sinterleme süresi (saat)	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Ar gazı basıncı (Bar)
B2	3	1050	2
B4	3	1050	4
B6	3	1050	6
B8	3	1050	8
B10	3	1050	10

Sıcaklık serisi için; 0,6 g MgB₂ tozu, 13 mm çaplı silindirik kalıpta 8 ton/cm² basınç altında preslendi. Preslenen tablet, paslanmaz krom tüp içine yerleştirildi ve krom tüp yarım saat vakuma (10⁻² bar) alındıktan sonra, set sıcaklığı 800 °C olan tüp fırın içine yerleştirildi. Üç saat sinterleme süresince 8 bar Ar gazı sürekli olarak verildi. Üç saat sonra krom tüp fırından çıkarılıp hava ortamında soğumaya bırakıldı. Sinterleme sıcaklığının

örnek üzerindeki etkilerini incelemek için, üç saatlik sinterleme süresinde 8 bar Ar gazı ortamında 800 °C, 850 °C, 900 °C , 950 °C ve 1000 °C sıcaklıkta beş tane külçe MgB₂ örneği üretildi. Sıcaklık serisi örnekleri için sinterleme koşulları Tablo 2.2’de verildi.

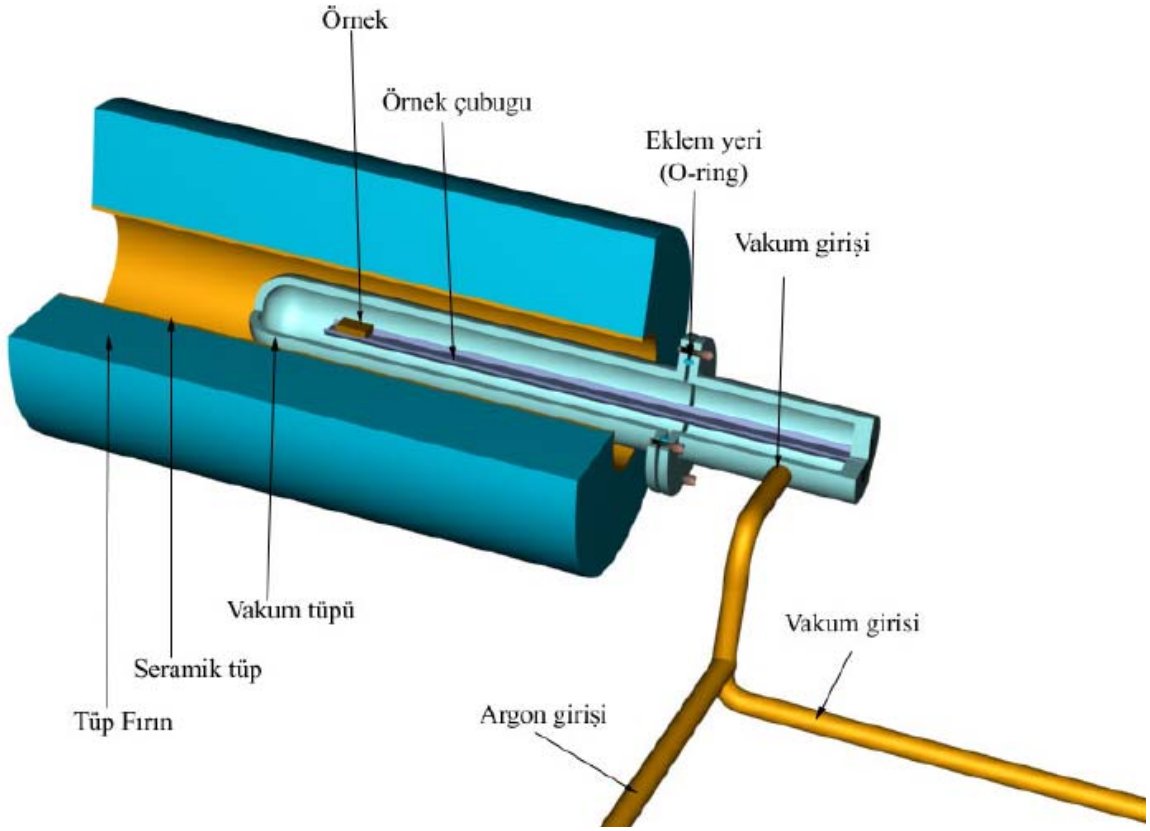
Tablo 2.2. Sıcaklık serisi örneklerinin oluşturulması.

Örneğin adı	Sinterleme süresi (saat)	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Ar gazı basıncı (Bar)
S800	3	800	8
S850	3	850	8
S900	3	900	8
S950	3	950	8
S1000	3	1000	8

Zaman serisi için; 0,6 g MgB₂ tozu, 13 mm çaplı silindirik kalıpta 8 ton/cm² basınç altında preslendi. Preslenen tablet, paslanmaz krom tüp içine yerleştirildi ve krom tüp yarım saat vakuma (10⁻² bar) alındıktan sonra, set sıcaklığı 800 °C olan tüp fırın içine yerleştirildi. 8 bar Ar gazı 20 dak sinterleme süresince verildi. Yirmi dakika sonra krom tüp fırından çıkarılıp hava ortamında soğumaya bırakıldı. Sinterleme süresinin örnek üzerindeki etkilerini incelemek için 800 °C sıcaklıkta ve 8 bar Ar gazı basıncında 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak’lık sürelerde sinterlenen dört tane külçe MgB₂ örneği üretildi. Zaman serisi örnekleri için sinterleme koşulları Tablo 2.3’de verildi.

Tablo 2.3. Zaman serisi örneklerinin oluşturulması.

Örneğin adı	Sinterleme süresi (dak)	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Ar gazı basıncı (Bar)
Z20	20	800	8
Z40	40	800	8
Z60	60	800	8
Z120	120	800	8

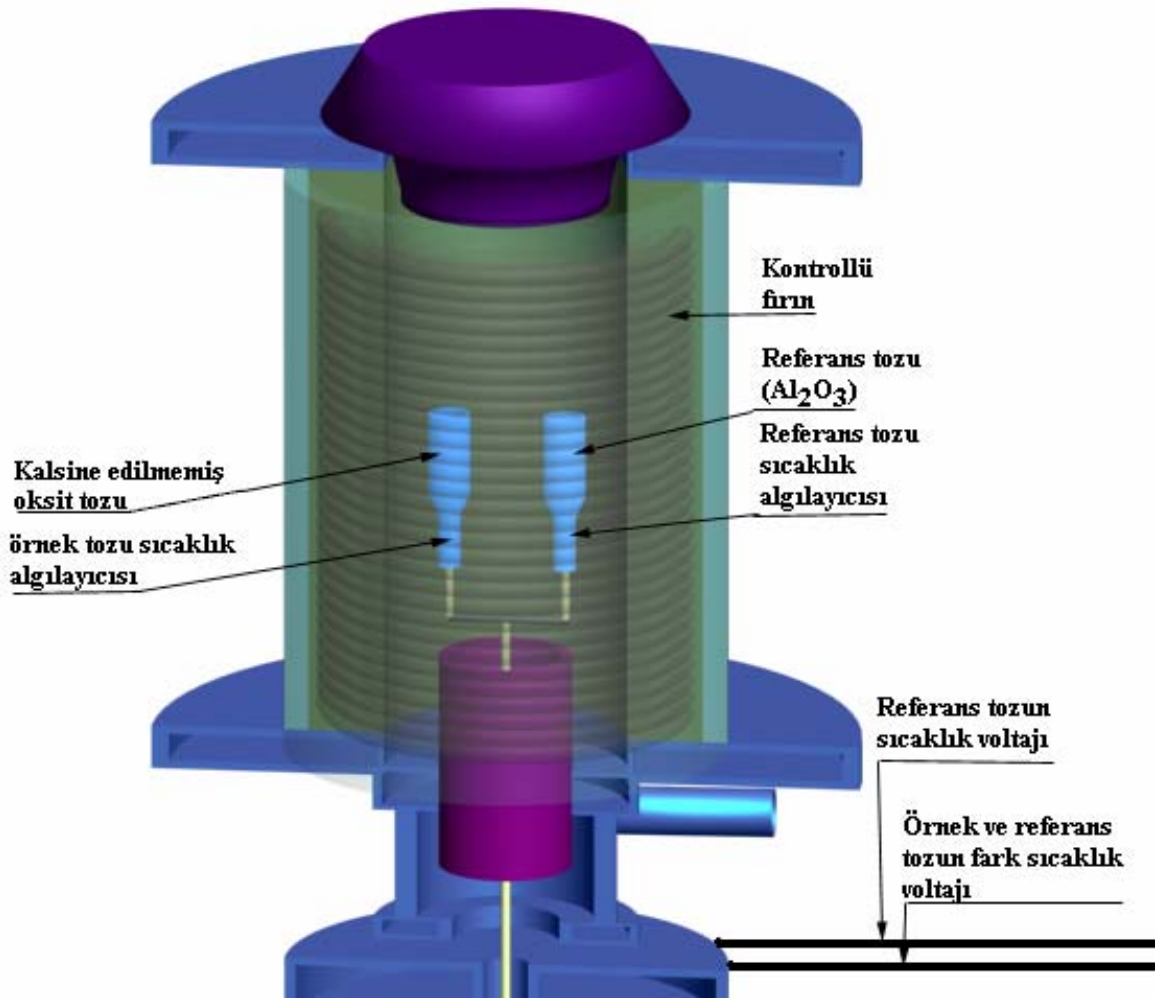


Şekil 2.1. Sinterleme işleminin şematik görünümü

2.2. Yapılan Ölçümler

2.2.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümü

Örneklerin endotermik ve ekzotermik reaksiyonunun sıcaklığa göre değişimi DTA analiziyle belirlenebilmektedir. Örnek toz ve referans numunesi olarak kullanılacak Al_2O_3 tozu iki ayrı alümina potalara yerleştirildi. Daha sonra fırın $5\text{ }^\circ\text{C/dak}$ hızla $1070\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklığa kadar ısıtıldı. Deney süresince Al_2O_3 tozunun sıcaklığı (T) ve örnek ile referans tozu sıcaklıkları farkı ΔT (voltaj cinsinden) ölçüldü. DTA ölçümünde kullanılan örnek tozları, daha önceden sitokiyometrik oranlarda karıştırılmış oksit tozlarıdır. DTA küçük potalarına konulan örnek tozları 0,2-0,4 gram arasındadır. Sıcaklık ölçümlerinde Pt-Pt/Rh%13 termocuift kullanıldı. Ölçümler, geliştirilen bir program kullanılarak bilgisayar yardımıyla yapıldı. DTA sisteminin şematik çizimi ise Şekil 2.2’de verilmektedir.



Şekil 2.2. Diferansiyel termal analiz aletinin(DTA) sistem geometrisi (Çelik, 2006)

2.2.2. X-Işımları Kırınımı Ölçümleri

Üretilen üç seri MgB_2 külçe örneklerinin x-ışınları kırınım desenleri Rigaku D/Max-III difraktometresinde CuK_{α} ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$, 40 kV, 30 mA) ışınımı kullanılarak elde edildi. Tüm ölçümler, oda sıcaklığında, $3^{\circ} \leq 2\theta \leq 70^{\circ}$ aralığında, 3 °/dak. tarama hızında ve 0,02°'lik örnekleme aralığında yapıldı. Ölçüm yapılmadan önce, numunelerin yüzeyleri her defasında 1200 μm 'lik SiC zımpara kâğıdı kullanılarak kabaca alındı ve alkolle temizlendi.

2.2.3. Düşük Sıcaklık Manyetizasyon Ölçümü

Manyetizasyon ölçümlerinde “Quntum Design PPMS” sistemi kullanılmıştır. Laboratuarda mevcut olan modüller direnç ölçüm modülü ile titreşim örneklemeli manyetometre (VSM) modülü olup, deney sisteminin genel görüntüsü ise Şekil 2.3’te verilmektedir. Fiziksel ölçüm sistemi (PPMS); manyetik alan akım kaynağı, sıvı azot ceketli helyum tankı ve tüm bu bileşenleri hassas bir şekilde kontrol edebilen Quantum Design Model 6000 ana kontrolcüsünden meydana gelmektedir. Ana kontrolcü; sıcaklık kontrolcüsü (1,9 K – 400 K) ile manyetik alan kontrolcüsü (-7 T – 7 T) içermekte olup, bilgisayar tarafından CAN (açık network protokolü) data iletişim kartı yardımıyla tamamen kontrol edilebilmektedir. PPMS ve VSM sistemleri, Quantum Design’ın tak-çıkart özelliğe sahip gelecek nesil elektronik CAN mimariyi kullanarak tasarladığı ilk ölçüm sistemidir.



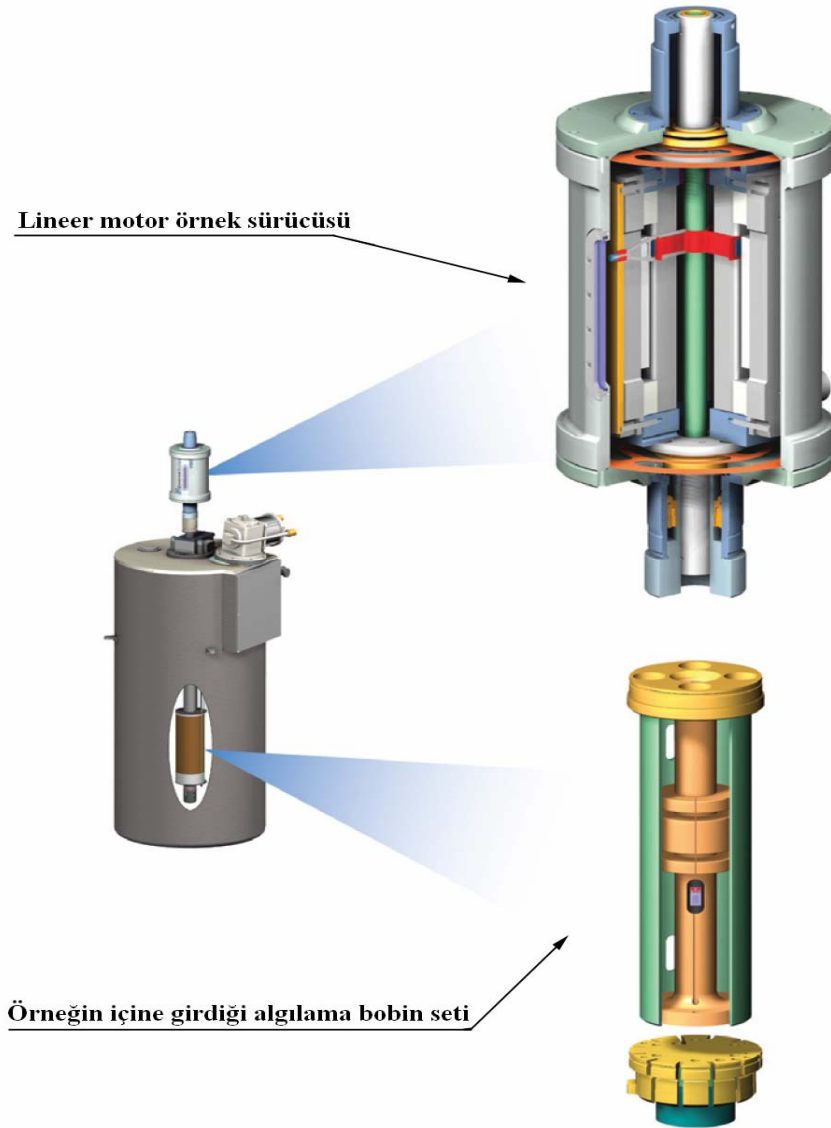
Şekil 2.3. Quntum Design PPMS sistemi

PPMS sistemine monte edilebilen Model P525 VSM ölçüm sistemi manyetizasyon ölçmekte olup; hızlı, hassas ve tamamen DC manyetometre kontrolüyle çalışmaktadır. Örneğin lineer titreşimi, VSM lineer motor hareketi tarafından sağlanmaktadır. Titreşim

frekansı 40 Hz olup, titreşim hareketi yapılmadan önce örneğin başlangıç konumu (touch centering) sistem tarafından otomatik olarak veya kullanıcı tarafından belirlenir. VSM algılama bobininin hassasiyeti manyetik alanın büyüklüğüyle etkilenmemektedir.

Titreşim örneklemeli manyetometre sistemindeki (VSM) manyetizasyon ölçümünde temel prensip, örneğin algılama bobini yakınında bobinin aksenal yönünde titreştirilmesi sırasında eş zamanlı olarak algılama bobininde etki ile voltaj oluşturulması ve bu voltajın sistem tarafından ölçülmesidir. VSM algılama bobini, standart PPMS örnek yerleştirme çubuğu kullanılarak PPMS örnek odasına yerleştirilir. Algılama bobiniyle birleşik, bağlı osilasyon genliği 1-3 mm ve frekansı 40 Hz olan gradiyometre kullanıldığında, sistem 1 Hz veri hızında 10^{-6} emu'dan daha az değişimleri algılayabilmektedir. VSM sistemindeki algılama bobini ve gradiyometre birimleri Şekil 2.4'de verilmiştir.

Manyetizasyon ölçümü için örnek, sinüsel titreşim yapan örnek çubuğunun ucuna takılır. Titreşim merkezi tayini, gradiyometre algılama bobinin dikey ortasında isteğe bağlı olarak otomatik veya elle oluşturulabilir. Doğru merkezleme ve titreşim genliği, optik lineer kod çözücü kullanan VSM motor modülü (parçası) ile kontrol edilir. Algılama bobininde indüktif voltaj yükseltildikten sonra, frekans ve faz kilitlemeli yükselteç tarafından VSM algılama modülünde ölçülür. Eş zamanlı algılama için VSM algılama bobini, referansa göre konum çözücü sinyali kullanır. Bu çözücü sinyal ise VSM lineer motor hareketini sağlayan modülden gelen ham sinyali dönüştüren VSM motor modülünden elde edilir. VSM algılama modülü, çözücünden ve algılama bobininden gelen yükseltilmiş voltajdan faz içi veya belirli fazlardaki sinyali algılar. Bu sinyallerin ortalaması alınır ve CAN arayüzeyi aracılığıyla bilgisayardaki programa komut karşılığı olarak gönderilir.



Şekil 2.4. VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (Çelik, 2006).

2.2.4. Külçe MgB_2 Örneklerinin Mekaniksel Özelliklerinin İncelenmesi

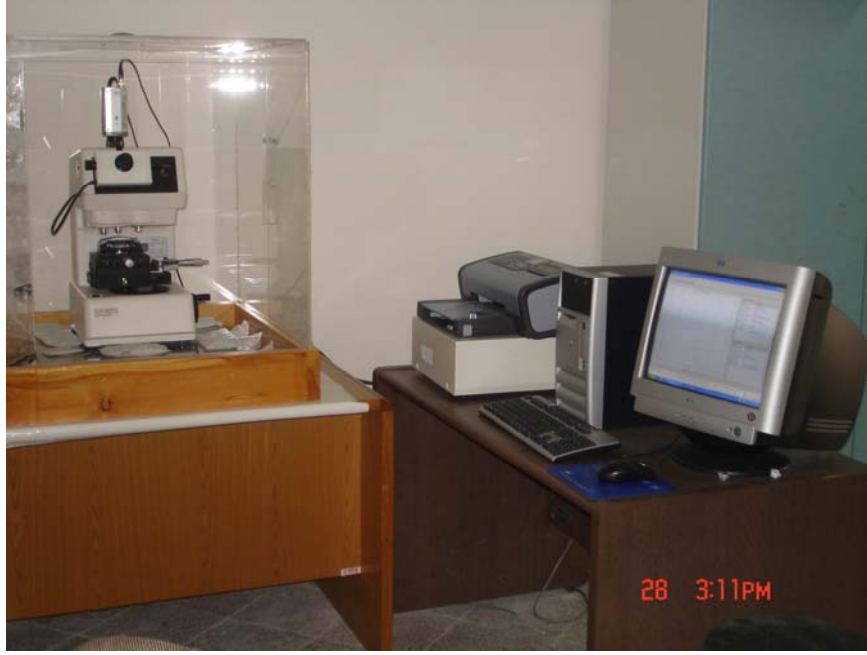
Örneklerin hazırlanması, kalıplama ve parlatma işlemi olmak üzere iki aşamada gerçekleştirildi.

Kalıplama: Soğuk kalıplama işleminin kullanıldığı bu aşamada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici karışım haline getirildi ve bu karışım 15 dakika boyunca karıştırıldı.

İçinde kabarcıkların oluşmaması için, karışımın tek yönde ve yavaşça karıştırılmasına dikkat edildi. Daha sonra hazırlanan bu sıvı karışım, önceden kalıp içine konulmuş örneklerin üzerine döküldü ve tamamen sertleşmesi için yaklaşık 18 saat bekletildi.

Parlatma: Bu aşama bir dizi parlatma aşamalarını içerir. Her kademenin örnek yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çizdiği minimuma indirmek için, her kademedede bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanıldı. Parlatma işlemi Gripo-2V cihazında yapıldı. İlk olarak örnekler sırasıyla 1000, 1200, 2400, 4000 meshlik zımpara kâğıtlarına tutuldu. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Daha sonra, nihai parlatma için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 15 µm, 9 µm, 6 µm, 3 µm, 1 µm ve 0.25 µm boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bu aşamada örneklerin ısınmasını önlemek için su yerine lubricant sıvısı kullanıldı. Bütün parlatma kademelerinde çarkın devir hızı 320 devir/dk. olarak ayarlandı. Her kademededen sonra, örnek yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, örnekler bol suyla yıkandı. Aynı zamanda örnek yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü değiştirildi. Bir sonraki-daha ince olan-kademeye geçildikçe örneklerin çarka tutulma süreleri uzatıldı. Örnek yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskopla bakılarak, aşınma miktarları kontrol edildi.

Vickers çentici olarak dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (shimadzu, DUH-W201) kullanıldı. Değişik derinliklerde malzemenin davranışını kolayca yorumlayabilmek için 1200 mN maksimum kuvvet uygulandı. Yükleme hızı olarak 23,5 mN/s seçildi. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı, her bir yük için ortalama 5-6 ölçüm alındı.



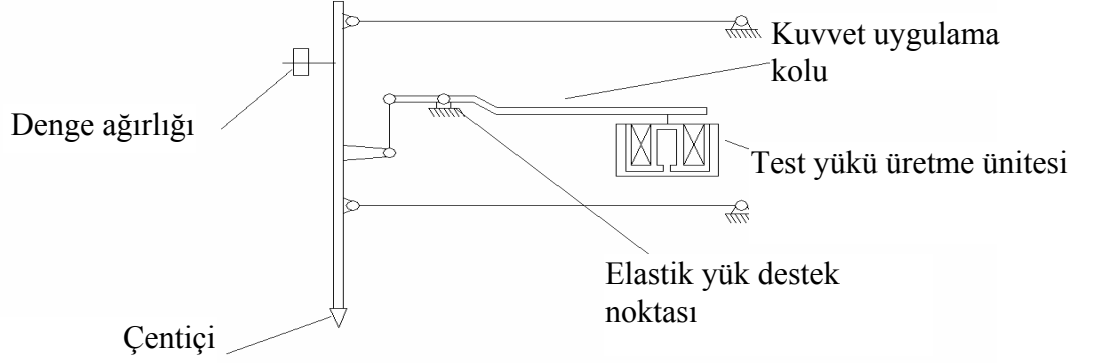
Şekil 2.5. Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201)

2.2.4.1. Yükleme Metodu

Yükleme sistemi prensibinin şematik gösterimi Şekil 2.6'da gösterilmiştir. Yükleme sistemi, test yükü üretme ünitesi, kuvvet uygulama kolu (lever), elastik yük destek noktası, denge ağırlığı ve çentikten oluşmaktadır.

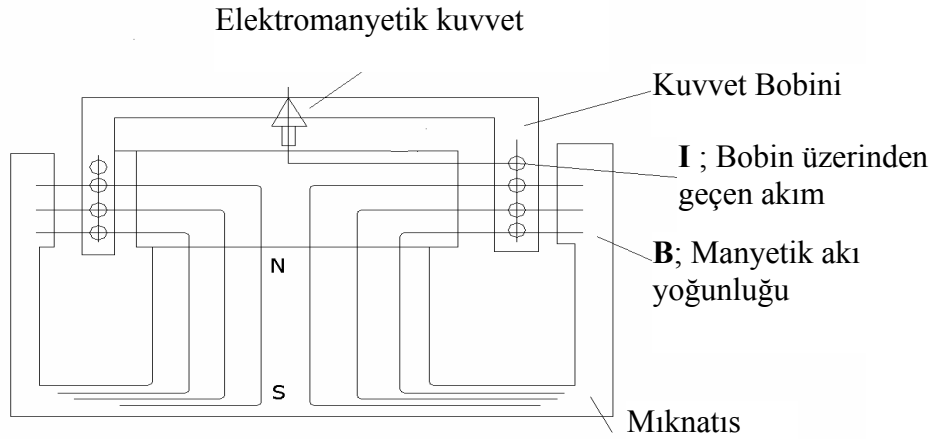
Test yükü üretme ünitesi (Şekil 2.6) , elektromanyetik yükleme metodunu kullanır ve 9.8×10^{-5} N'luk düşük test yükü uygulayabilmeyi mümkün kılmaktadır. Şekil 2.6'da görüldüğü gibi test yükü üretim ünitesi, sürekli (*permanent*) magnet ve kuvvet bobini ihtiva eder. Sürekli magnet sabitlenmiş, kuvvet bobini ise hareketlidir. Bobin üzerinden bir akım geçtiği zaman, elektromanyetik kuvvet (F), bobinden geçen akımla (I) orantılı olarak elde edilecektir.

$$\vec{F} = 2 \pi r n \vec{B} I \quad (2.1)$$



Şekil 2.6. Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi.

Denklem (2.1) de, (r) , bobininin yarıçapı, n , bobinin sarım sayısı ve (B) mıknatısın manyetik akı yoğunluğudur. Sertlik test cihazı, bobin üzerindeki akımın kontrol edilmesiyle elde edilen elektromanyetik kuvvet belirli bir yük uygulayabilir. Elektromanyetik kuvvet üretim ünitesinde oluşturulan bu kuvvet (EMK), çenticiye, kuvvet uygulama kolu yardımıyla ve çentici destek kolu aracılığı ile taşınır. Cihaz, çenticiin örnek yüzeyine dikey olarak batırıldığı elastik yük destek noktasını kullanan Rovberval mekanizmasından yararlanır. Uygulanan kuvvet 0,1 mN ile 1961 mN arasında ayarlanabilir.



Şekil 2.7. Test yükü üretim ünitesinin şematik gösterimi

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Giriş

Bu çalışmada, ticari olarak satılan MgB_2 tozundan basınç serisi, sıcaklık serisi ve zaman serisi olmak üzere üç seri ondört adet külçe MgB_2 örneği üretildi. Külçe üretimi için yapılan sinterleme işleminde sinterleme süresince uygulanan Ar gazı basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin örneklerin yapısal, manyetik ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Araştırmada, örneklerin yapısal analizi X-ışını kırınımı ölçümü ile, manyetik özellikleri PPMS sistemi kullanılarak M-T ve M-H ölçümleri ile incelendi. Örneklerin mekaniksel özelliklerini incelemek için Vickers Mikrosertlik Analizi, derinlik duyarlı mikrosertlik yöntemi ile yapıldı. Elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden, örneklerin dinamik mikro sertlik (H_d) değerleri ve elastite modülü (E_r) değerleri Oliver-Parr metoduyla hesaplandı. Örneklerin X-ışını kırınımı desenlerinden örneklerdeki ana faz ve safsızlık fazları belirlendi. M-T ölçümlerinden örneklerin kritik sıcaklık değerleri (T_c) ve M-H ölçümlerinden kritik akım yoğunluğu (J_c) değerleri hesaplandı.

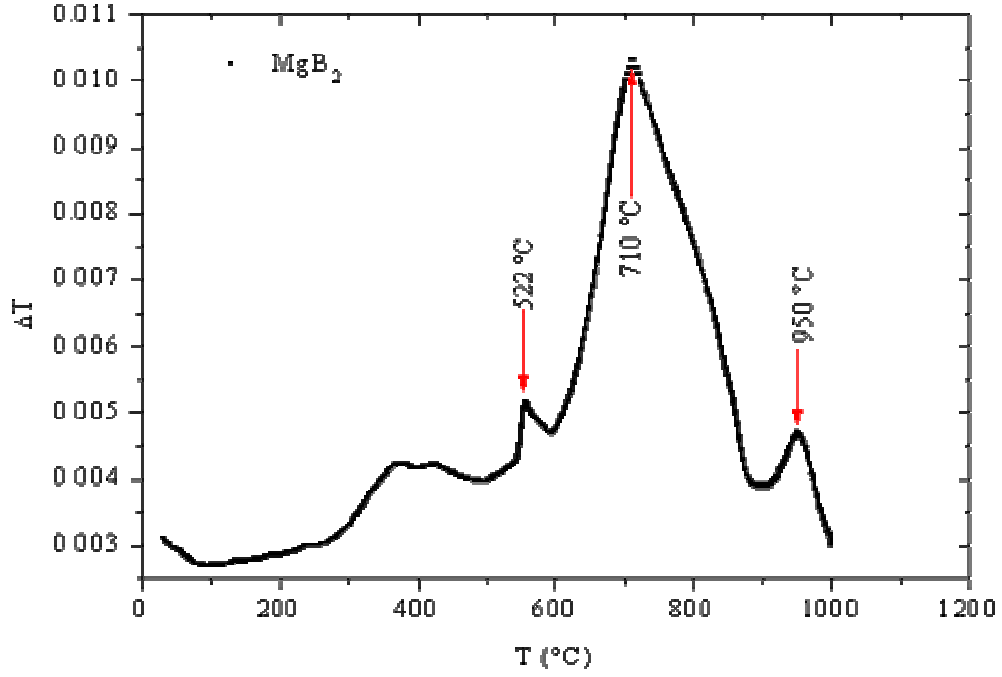
3.2. Yapısal Analiz

3.2.1. DTA Analizi

Külçe süperiletken oluşturma işleminden önce, ticari olarak satılan MgB_2 tozunun (Alfa- Aeser) DTA analizi hava ortamında yapıldı.

MgB_2 tozuna ait DTA grafiği Şekil 3.1'de verildi. DTA eğrisinde, 200 °C den itibaren görülen geniş küçük bir pik MgB_2 yapısında magnezyumun oksijenle birleşerek MgO fazının oluşmaya başladığı sıcaklığa karşılık gelmektedir. 710 °C de görülen büyük ekzotermik pik ise yapıdaki magnezyumun tamamen ayrışarak MgO 'e dönüştüğü sıcaklık değerine karşılık gelmektedir. Ayrıca 900 °C'nin üzerinde görülen pikin magnezyumun yapıda sıvı faz halinde ayrıştığı peritektik sıcaklık olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç 200°C den itibaren küçük bir miktar Mg safsızlığının oksitlenmeye başladığı hipotezi ile tutarlıdır. 710 °C deki keskin pik hava ortamında MgB_2 tanelerinin oksitlenmesinin

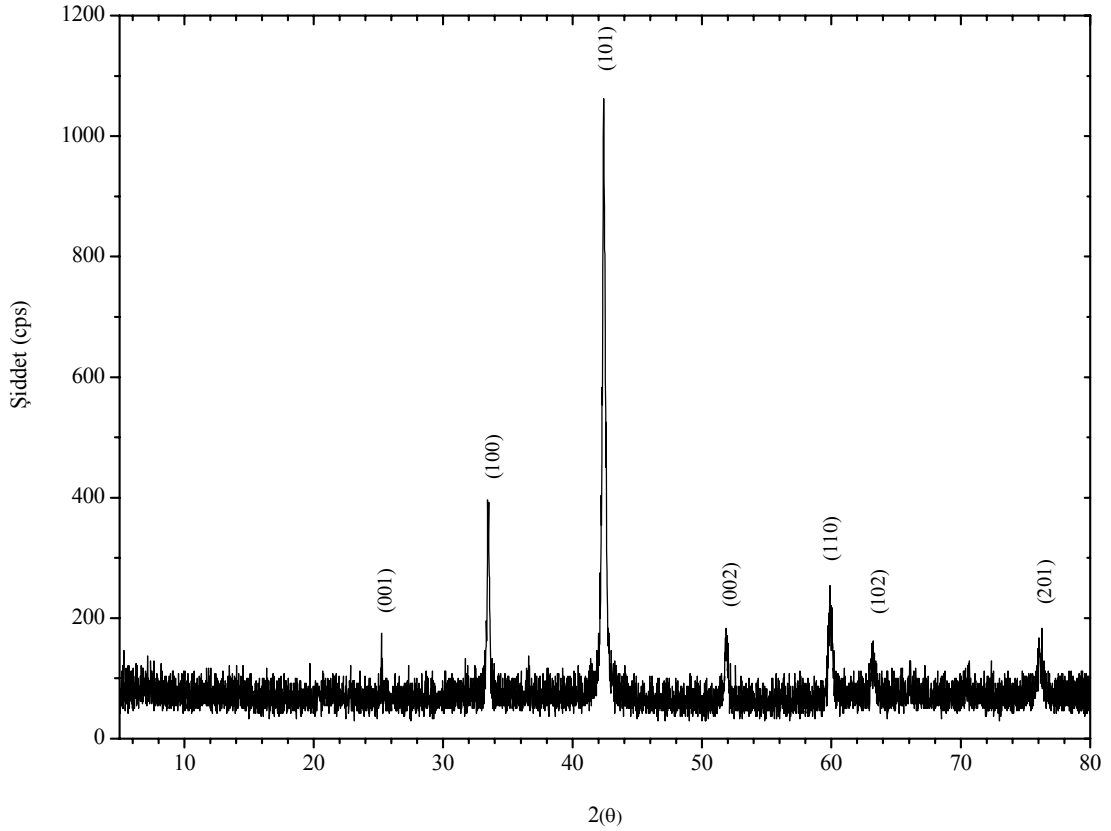
sonucudur (Shen, 2003). Bu sonuçlardan, magnezyumun yüksek uçuculuğu nedeniyle MgB_2 fazının kolaylıkla başka fazlara ayrışabildiği sonucuna varıldı.



Şekil 3.1. Hava ortamında, MgB_2 tozunun 30-1000 °C aralığındaki DTA eğrisi.

3.2.2. XRD Analizleri

Ticari olarak satın alınan MgB_2 tozunun XRD kırınım deseni, Şekil 3.2’de görülmektedir. X-ışını kırınım deseninden MgB_2 fazına ait ana piklerin hkl miller- indisleri belirlendi. Buna göre kullanılan MgB_2 tozunun tek faza sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 3.2. Ticari olarak satın alınan MgB_2 tozuna ait X-ışını kırınım deseni.

Şekil 3.3’de 1050 °C’de üç saat süresince 4 bar, 6 bar, 8 bar ve 10 bar argon gazı basıncında sinterlenmiş basınç serisi örneklerinin X-ışını kırınımı deseni görülmektedir. Basınç serisi örneklerinin tamamında ana faz ortorombik MgB_4 fazı olarak belirlenmiştir. 1050 °C’de 4 bar Ar gazı basıncında sinterlenen örnekte MgB_2 fazına ait pik görülmedi, sadece MgB_4 fazına ait düşük şiddetli pikler görüldü. 6 bar, 8 bar ve 10 bar Ar gazı basıncında sinterlenen örneklerde ortorombik MgB_4 ana faz, hegzagonal MgB_2 , metal Mg ve kübik MgO ikincil faz olarak oluşmuştur. Bu örneklerde hegzagonal MgB_2 fazına ait $2\theta=33,48^\circ$ civarında (100), $2\theta=42,41^\circ$ civarında (101) ve $2\theta=59,88^\circ$ civarında (110) pikleri gözlemlendi.

Basınç serisi örneklerinin tamamında MgB_4 fazının oluşma nedeni ya magnezyumun uçuculuğundan dolayı küçük bir miktarının örnekten kaçışı veya fırın içindeki artık oksijen ile reaksiyonu ya da örnekteki termal gradyantlardan dolayı MgB_2 ’nin ayrışması olarak düşünülebilir (Hinks, 2002). Magnezyum eksik örneklerde MgB_4 dominant safsızlık fazıdır (Hinks, 2002). Yüksek sinterleme sıcaklıklarında magnezyumun yüksek uçuculuğundan dolayı MgB_4 fazı oluşur ve bu durum stokiyometri kaymasına neden olur

(Chen, 2005). MgB_4 fazının oluşumu genellikle MgB_2 nin tane sınırlarında meydana gelir, kristal yapısı ve örgü sabitleri MgB_2 ile büyük ölçüde farklı olduğundan MgB_2 taneleri arasında zayıf bir bağlantıya neden olur (Zhao, 2002).

B4 örneğinde MgB_2 fazına ait herhangi bir pike rastlanmaması 1050 °C sıcaklığının sinterleme sıcaklığı için yüksek bir değer olduğu ve bu sıcaklıkta magnezyumun yüksek uçuculuğu nedeniyle MgB_2 fazının ayrıştığı sonucuna varıldı. Ayrıca sinterleme süresince uygulanan 4 bar Ar gazı basıncının magnezyumun örnek yüzeyinden kaçışını engellemek için yetersiz olduğu görüldü. Artan Ar gazı basıncı ile MgB_2 fazına ait piklerin sayısının ve şiddetinin az da olsa artması örnekten magnezyumun kaçışının kısmen engellenebileceğini gösterir.

Basınç serisine ait X-ışını kırınım desenlerinden elde ettiğimiz sonuçlardan, sinterleme sürecinde uygulanan gaz basıncının örneklerin faz içeriği üzerinde etkili olduğu görüldü. Artan gaz basıncı ile ayrışmanın yavaşlatıldığı fakat, sinterleme sıcaklığının yüksek olmasından dolayı ayrışmanın engellenemediği sonucuna varıldı. Bu nedenle sıcaklık serisi örnekleri oluşturulurken 1050 °C'den daha düşük sıcaklıklarda ve kullandığımız sistemin izin verdiği en yüksek Ar gazı basıncında (8 bar) sinterleme işlemi yapıldı.

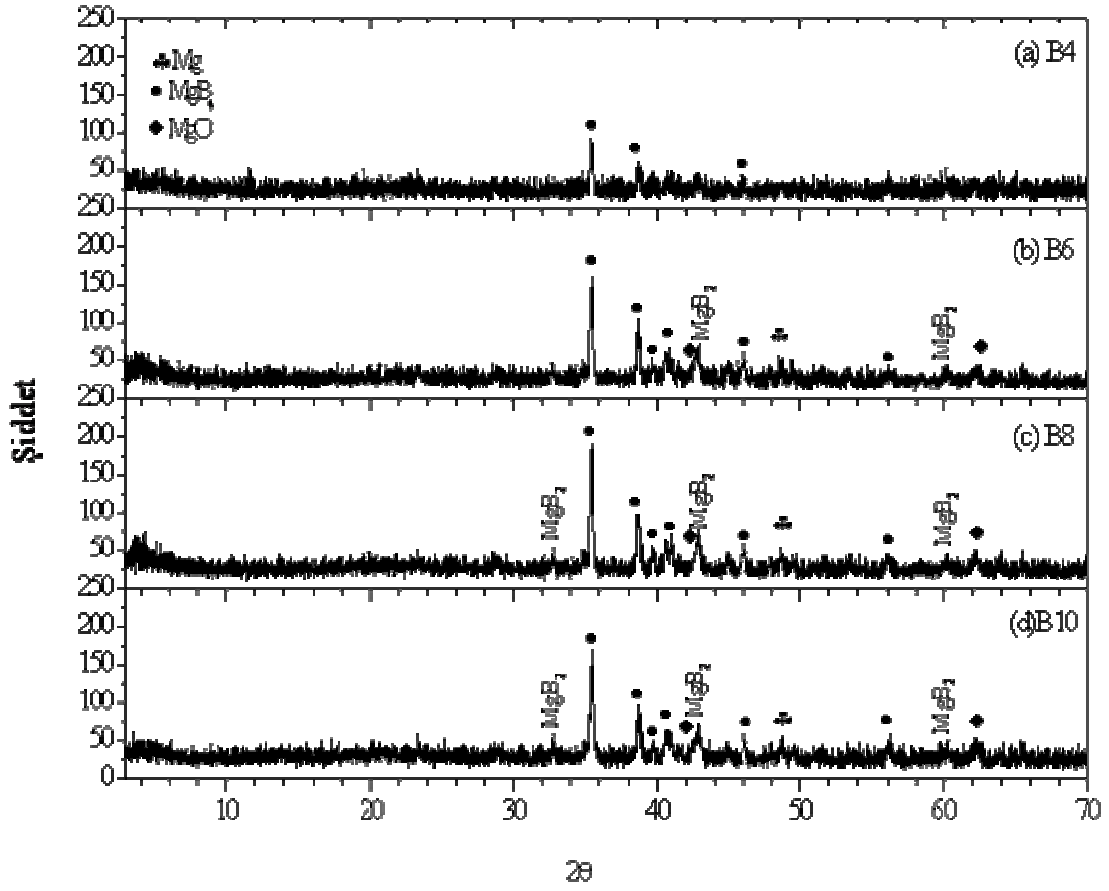
Şekil 3.4' te üç saat 8 bar Ar gazı atmosferinde 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş MgB_2 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri görülmektedir. Tüm sıcaklık serisi örneklerinde MgB_2 ana fazdır. S800, S850, S900 ve S950 örneklerinde MgO ikincil faz olarak oluşmuştur ve başka safsızlık fazlarına rastlanmamıştır. S1000 örneğinde ise MgB_4 , Mg ve MgO safsızlık fazları oluşmuştur. Sinterleme sıcaklığı arttıkça MgB_2 fazına ait (101), (100), (110) piklerinin şiddetinde azalma görüldü. S950 ve S1000 örneklerinde ise MgB_2 fazına ait (002) ve (102) piklerinin yok olduğu görüldü. Azalan sinterleme sıcaklığı ile MgB_2 fazının (101) ana pikinin daha dar ve daha sivri olması 800 °C, 850 °C ve 900 °C'de sinterlenen örneklerde külçeleşmenin daha iyi olduğunu ve yönelimin arttığını gösterir. 950 °C'de sinterlenen örnekte MgB_2 fazına ait piklerin şiddetinde ve sayısındaki belirgin azalma bu sıcaklıkta magnezyumun küçük bir miktarının buharlaştığını ve örnekteki MgB_2 fazının miktarının azalmaya başladığını gösterir. 1000 °C'de sinterlenen örnekte MgB_4 fazının oluşmasına bu sıcaklıkta MgB_2 'nin ayrışması bu nedenle örnek yüzeyindeki magnezyumun kaçışı neden olmuştur. Xu yaptığı çalışmada, Mg_xB_2 de başlangıç kompozisyonunun ve sinterleme sıcaklığının kristal yapıya ve kritik akım yoğunluğuna etkisini araştırdı. 800°C de sinterlenmiş Mg_xB_2

örneklerinin X-ışını kırınım desenlerinde tüm örneklerde dominant fazın MgB_2 olduğunu ve örneklerin tamamında çok az miktar MgO fazı oluştuğunu gözlemledi. MgB_4 fazına ait pik gözlenmedi. Farklı sinterleme sıcaklıklarında hazırlanmış $Mg_{0.8}B_2$ örneklerine ait X-ışını ve TEM çalışmaları sonucunda açıkça görüldü ki 800 °C'den yüksek sıcaklıklarda sentezlenen örneklerde MgB_4 fazı oluşur (Xu, 2006). Artan sinterleme sıcaklığının faz oluşumu ve faz içeriğini belirlediği sonucuna varıldı (Dou, 2001).

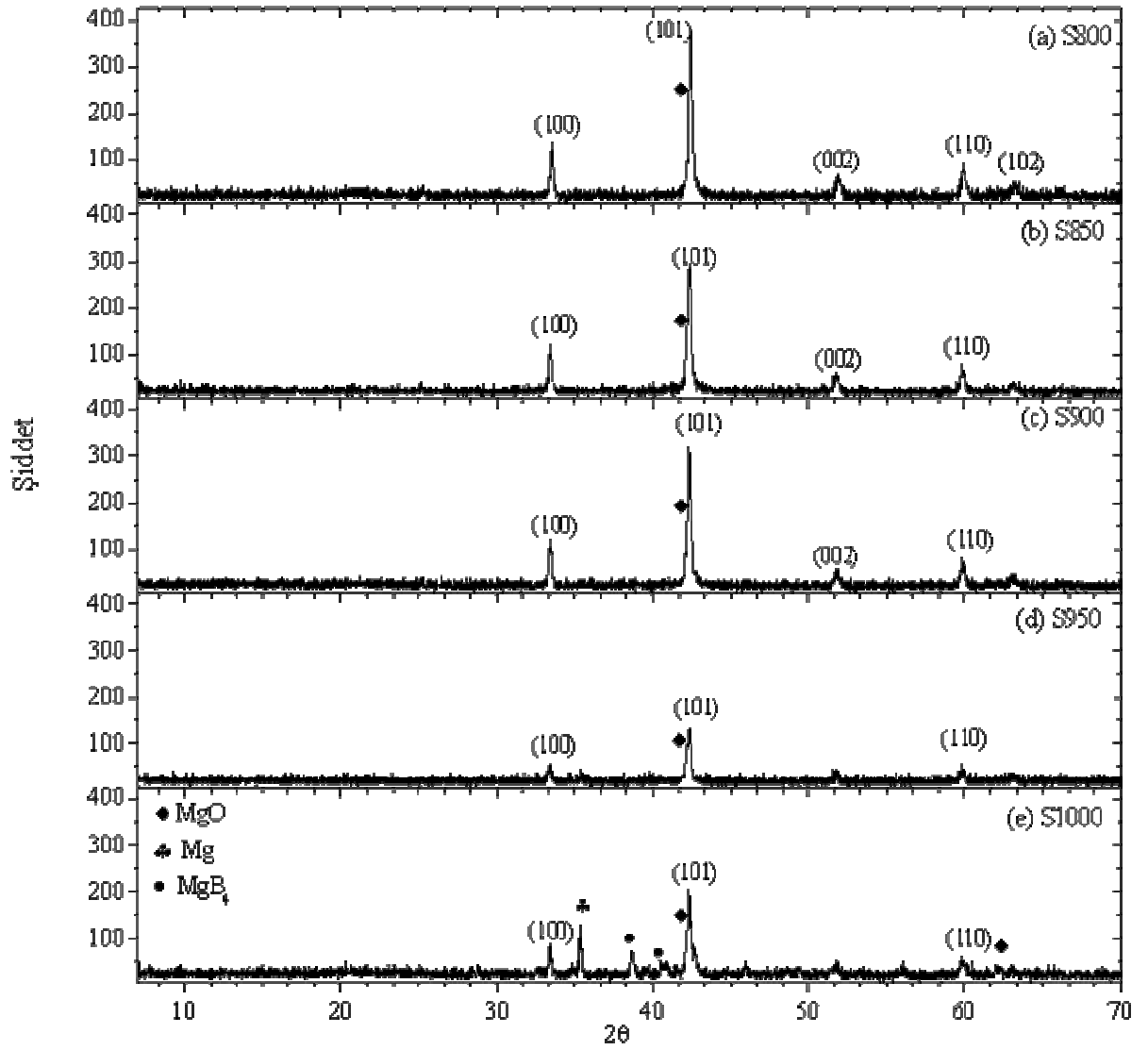
Sıcaklık serisi örneklerinin X-ışını kırınımı desenlerinden MgB_2 tozlarından tablet yapmak ve külçe özellik elde etmek için en iyi sıcaklık aralığının 800 °C ile 850 °C arasında olduğu sonucuna vardık. Feng ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, MgB_2 fazının oluşumu için en ideal sinterleme sıcaklığının 750-850 °C aralığında olduğunu ve 980 °C üstündeki sıcaklıklarda magnezyumun buharlaşmasından dolayı MgB_2 fazının yok olduğu sonucuna varmışlardır (Feng, 2004). Bu görüş çalışmamız ile uyum içindedir. Bu nedenle zaman serisini oluştururken magnezyumun buharlaşmasını önlemek dolayısıyla homojen örnekler elde etmek için en iyi sinterleme sıcaklığı olarak 800 °C seçilmiştir.

Şekil 3.5'te 8 bar Ar gazı atmosferinde 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sinterlenmiş MgB_2 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri görülmektedir. Tüm zaman serisi örneklerinde MgB_2 ana fazdır. Örneklerde çok az miktarda MgO safsızlık fazı oluşmuştur. Sinterleme süresinin değişmesi ile MgB_2 fazına ait (101), (100), (110), (002) ve (102) piklerinin şiddetlerinde ve sayısında belirgin bir değişiklik gözlenmedi. Sadece sıcaklık serisinde yer alan 800 °C de 180 dak sinterlenen örnekte (101) pikinin şiddetinin 120 dak sinterlenen örneğe göre biraz arttığı görüldü. Pik şiddetinin artması tane büyümesi ve yönelimin artması olarak düşünülebilir. Zaman serisi örneklerinin tamamında Mg ve MgB_4 safsızlık fazlarına ait pike rastlanmadı.

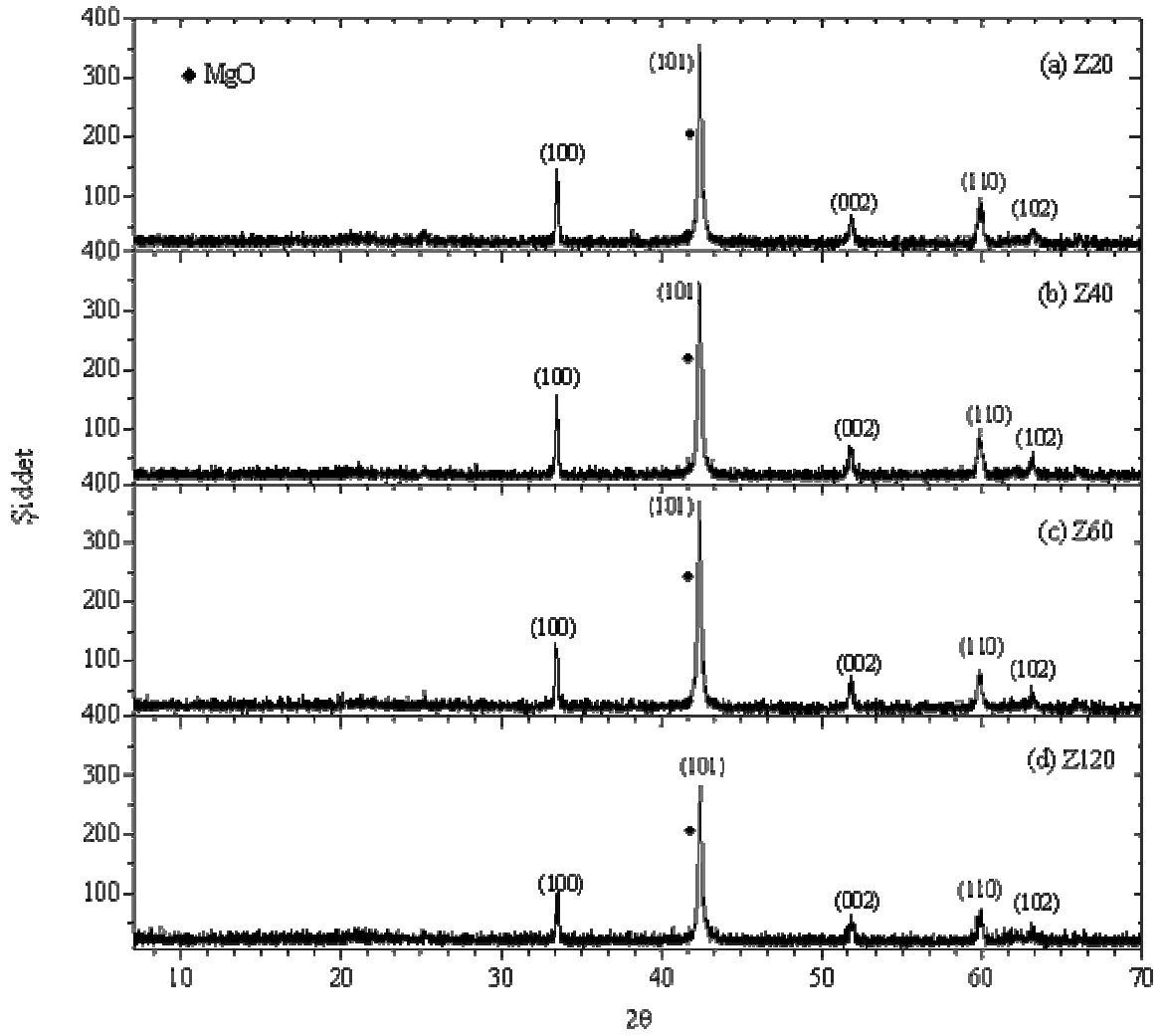
Hinks yaptığı çalışmada, reaksiyon kinetiklerini araştırmak için 850 °C'de farklı reaksiyon zamanlarında örnekler sentezledi. Üç saatin üstündeki reaksiyon zamanlarında örnekte MgB_4 fazının oluştuğu artan reaksiyon süresi ile örnekte MgB_4 fazı miktarının arttığı sonucuna vardı. Bununla birlikte sekiz saatten fazla reaksiyon süresinde sentezlenen örneklerin kırınım desenlerinde Mg fazı da gözlemlendi (Hinks, 2002). Xu yaptığı çalışmada, artan sinterleme sıcaklığı ve zamanı ile MgB_4 ün tane büyüklüğünün ve bu faza ait pik şiddetlerinin arttığını XRD ve TEM çalışmaları ile belirledi. Çalışmalarında ideal sinterleme sıcaklığının ve zamanının yaklaşık 800 °C ve 1-3 saat olduğunu ileri sürdüler (Xu, 2006). 800 °C'den daha düşük sinterleme sıcaklıklarının MgB_2 taneleri arasında zayıf iletkenlikle sonuçlanacağı düşünülmektedir.



Şekil 3.3. 1050 °C sıcaklıkta üç saat süresince 4 bar, 6 bar, 8 bar ve 10 bar Argon gazı basıncında sinterlenen (Basınç serisi) MgB_2 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.4. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat süresince 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş (Sıcaklık serisi) MgB₂ örneklerinin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.5. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta, 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenmiş (Zaman serisi) MgB_2 örneklerinin X-ışını kırınım desenleri

3.3. Fiziksel Analiz

3.3.1. M-T Ölçümleri

Sıcaklık ve zaman serisi örneklerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını hesaplamak ve uygulanan alanın geçiş sıcaklığına etkisini incelemek için FC (alan altında soğutma) rejiminde manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi ölçüldü. Elde edilen ham veriler kütleyle bölünerek normalize manyetizasyon değerleri (emu/g) elde edildi.

Sıcaklık serisi örnekleri için; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi ölçüldü. M-T eğrilerinde manyetik momentin

hızlı değişmeye başladığı andaki sıcaklık değeri örneğin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına (T_c başlangıç) karşılık gelir. Sıcaklık serisi örneklerinin 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T alan altında geçiş sıcaklığı değerleri Tablo 3.1’de verildi. Tüm sıcaklık serisi örneklerinde 0,1 T alan altında geçiş sıcaklığı veya diyamanyetizmaya geçiş sıcaklığının 38 K civarında olduğu, M-T eğrilerinden elde edildi. Tablo 3.1 incelendiğinde 0,1 T alan altında en yüksek geçiş sıcaklığının S800 örneğine ait olduğu, manyetik alan değeri artıkça diyamanyetik geçiş sıcaklığının nispeten daha düşük sıcaklıklara kaydığı görüldü. Tüm örneklerde manyetik alanın artmasıyla M-T eğrilerinin sola doğru kayması bu örneklerin taneli yapıya sahip olduğunu ve taneleri arasında zayıf bağlantının varlığını gösterir. Manyetik alan altında ısıtılan örneğe dış manyetik alan öncelikle zayıf bağlantı içeren tane sınırlarından nüfuz eder. Zayıf bağlı tane sınırlarında süperiletkenlik bozulacak bu durum süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının azalmasına sebep olacaktır. 0,5 T manyetik alan altında geçiş sıcaklığı en büyük olan S800 örneğinin dış manyetik alana karşı daha dayanıklı olduğunu gösterir.

Tüm sıcaklık serisine ait M-T grafikleri incelendiğinde sıcaklık serisi örneklerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıklarında çok belirgin bir değişiklik olmadığı fakat S800 ve S850 örneklerinde külçe özelliğinin diğer sıcaklık serisi örneklerine göre iyileştiği görüldü. S900, S950 ve S1000 örneklerinin daha geniş geçiş göstermesi bu örneklerin süperiletken taneleri arasında kirlilik fazının ve zayıf bağlantının S800 ve S850 örneklerine göre daha fazla olduğunu gösterir. M-T grafiklerinden elde edilen bu sonuç örneklerin X-ışını kırınımı desenleri ile tutarlıdır. Sıcaklık serisi örneklerinin M-T eğrilerinden, örneklerin tamamında MgB_2 fazından magnezyumun ayrışmasının engellenemediği, sinterleme sıcaklığı en düşük olan S800 ve S850 örneklerinde, bu ayrışmanın diğer sıcaklık serisi örneklerine göre en az olduğu ve bu örneklerde taneler arası bağın daha güçlü olduğu görüldü. 850 °C’den yüksek sinterleme sıcaklıkları MgB_2 fazının daha fazla ayrışmasına sebep olduğundan bu ayrışmanın azaltılması için sinterleme sürecinde 8 bar Ar gazı basıncından daha yüksek basınç değerlerine ihtiyaç olduğu sonucuna varıldı.

Serquis çalışmasında, MgB_2 örnekleri oluşturulurken biraz fazla magnezyumun, MgB_2 taneleri arasındaki bağlantıyı arttırmak, mikroçatlakları azaltmak ve iletkenliği yükseltmek için faydalı olduğunu rapor etti (Serquis, 2003).

Zaman serisi örnekleri için 0,1 T ve 0,5 T manyetik alan altında manyetizasyonunun (emu/g) sıcaklığa bağlı değişimi ölçüldü. M-T grafiklerinden elde edilen T_c başlangıç değerleri Tablo 3.2’de verildi. 0,1 T alan altında en yüksek geçiş sıcaklığı Z120 örneğinde

38,19 K ve benzer şekilde 0,5 T alan altında en yüksek geçiş sıcaklığının yine Z120 örneğinde 36,98 K olarak belirlendi. Manyetik alanın etkisi, artan alan ile geçiş sıcaklığının daha düşük değerlere düşmesi ile açıkça görülür. 0,1 T alan altında Z120, Z60, Z40 ve Z20 örneklerinde geçiş sıcaklıkları sırasıyla 38,19 K; 37,95 K; 37,88 K ve 37,75 K olarak belirlendi. Örneklerin sinterleme süresi arttıkça geçiş sıcaklığının nispeten daha yüksek sıcaklıklara kaydığı ve geçişin daha keskin olduğu görüldü (Tablo 3.2). Bu duruma örnek içerisindeki porozitenin ve kirlilik fazının azalmasının sebep olduğu düşünülmektedir. Zaman serisi örneklerinin T_c değerlerindeki bu tutarlılık örneklerde aynı stokiometriyi ve örneğin saflık seviyesini işaret eder. Örneklerin T_c değerlerindeki küçük değişimler stokiometredeki bir değişimden değil safsızlık etkilerinden ve gerilimden meydana gelir (Hinks, 2002).

800°C sıcaklıkta 8bar Ar gazı atmosferinde değişik sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerine ait M-T grafiklerinden sinterleme süresinin artmasıyla külçe özelliğinin iyileştiği ve kristalleşme oranının arttığı sonucuna varıldı (Yamamoto, 2005). Sıcaklık ve zaman serisi örneklerinin M-T grafiklerinden elde edilen sonuçlar, MgB_2 'nin sinterleme sürecinde magnezyumun uçuculuğundan dolayı örnek yüzeyinden kaçıışı, fırın içindeki safsızlıklar ile ikinci reaksiyonu gibi önemli problemleri doğrular.

Hinks çalışmasında, 50 bar Ar gazı basıncında, 850 °C de % 2 fazla Mg kullanarak 0, 1, 2 ve 8 saat reaksiyon zamanlarında dört örnekte oluşan bir seri üretti. Üretilen örneklerin T_c değerleri ac duyarlılık ölçümlerinden elde edildi. Örneklerin T_c değerlerini sırasıyla 39,21 K; 39,15 K; 39,23 K ve 39,08 K olarak belirlediler. Dört örneğin T_c değerlerinin hemen hemen aynı olduğu sadece en uzun reaksiyon zamanında sentezlenen bu nedenle en fazla MgB_4 fazına sahip örnek için T_c önemli sayılabilecek şekilde azaldığını rapor etti. Dört örnekte MgB_4 miktarının yaklaşık 1-3 saatte minimuma ulaştığı sonra, tekrar arttığı, 8saatte ise maksimuma ulaştığı dolayısıyla, en fazla MgB_4 olan örnekte T_c nin en düşük olduğu sonucuna vardılar (Hinks, 2002).

Mucha çalışmasında, elektriksel direnç ölçümünde süperiletkenliğe geçişin orta noktasını 38,5 K, süperiletkenliğe geçiş aralığını dıştan uygulanan manyetik alan bulunmadığı durumda 1,5 K'den daha az olarak belirledi. Artan manyetik alan süperiletkenliğe geçişi güçlü bir şekilde etkiledi ve 8T dış manyetik alanda $T_c=19$ K ve geçiş aralığını 7 K olarak belirledi. (Mucha, 2003).

Shigeta çalışmasında, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını (T_c) hesaplamak için FC (alan altında soğutma) rejiminde 1 mT alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlılığını

ölçtü. T_c başlangıç değeri 38,1 K olarak belirledi ve bu değerin, üretilen örneğin iyi nitelikte olduğunu işaret ettiğini rapor etti (Shigeta, 2003).

Kambara çalışmasında, katı hal tepkime metodu ile 850 °C de 4%H₂+Ar gazı atmosferinde 10 saat süresince sinterlenen külçe MgB₂ örneğinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını elektriksel direnç ölçümü ile 38 K olarak buldu. 15 T kadar çeşitli manyetik alanlarda direnç geçişlerinde manyetik alanın etkisi açıkça görüldü. 10 T kadar manyetik alanlarda geçiş sıcaklığı çok küçük bir değişme ile daha düşük sıcaklıklara kaydı. Bu durum artan alan ile dirençte belirgin bir genişleme gösteren yüksek sıcaklık süperiletkenleri ile zıttır (Kambara, 2001).

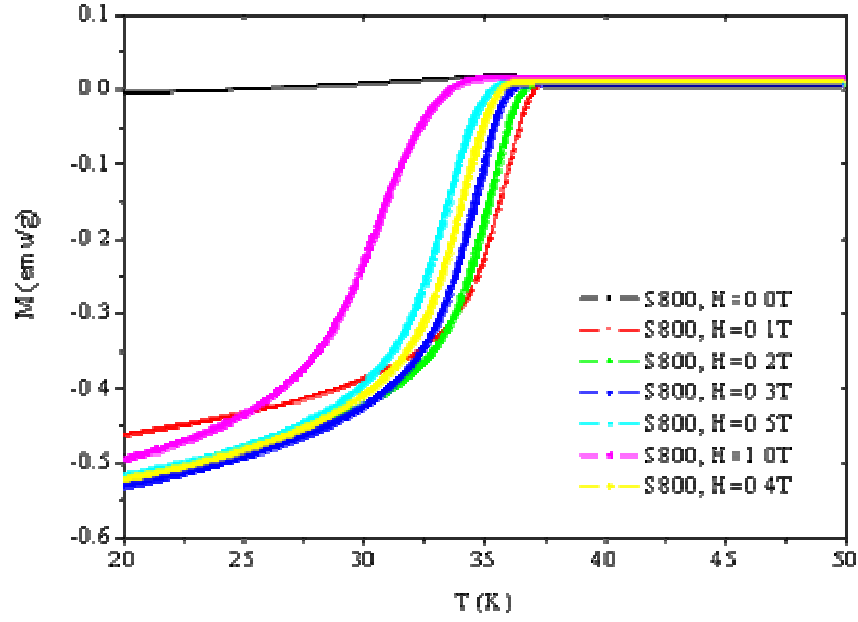
Sıcaklık ve zaman serisi örneklerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının literatürde bazı çalışmalarda elde edilen 39 K değerinden küçük olmasının ana sebebinin üretim koşullarının farklılığı olduğu düşünülmektedir. Bununla birlikte sinterleme süresince az miktarda da olsa, magnezyumun buharlaşmasının MgB₂ nin ayrışmasına neden olması, bunun sonucu olarak bileşiğin yapısında safsızlık fazlarının ortaya çıkması bu farklılığın nedenleri olarak düşünülmektedir.

Tablo 3.1. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen sıcaklık serisi örneklerinin M-T eğrilerinden elde edilen T_c değerleri

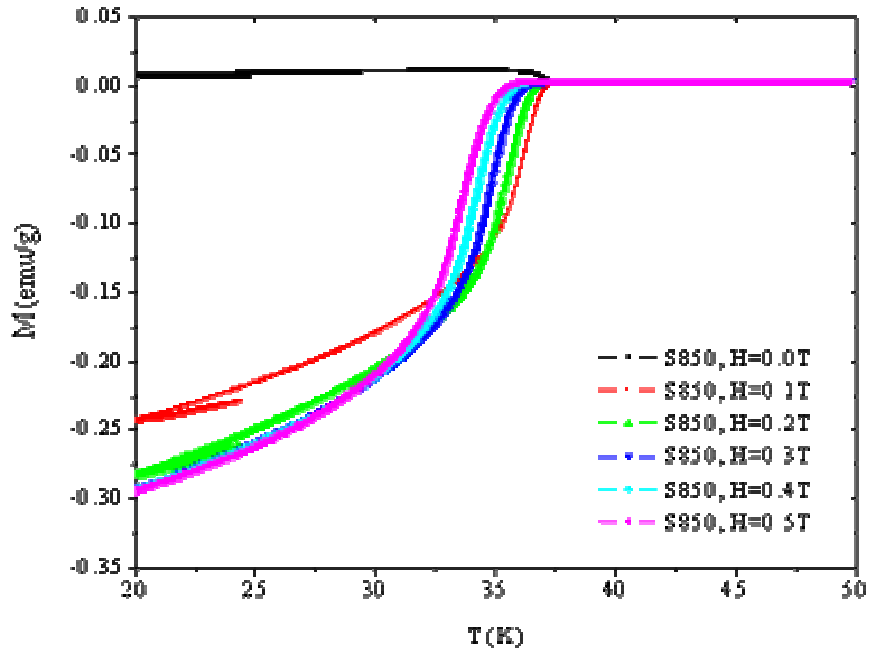
Örneğin Adı	H=0,1 T için T_c (K)	H=0,2 T için T_c (K)	H=0,3 T için T_c (K)	H=0,4 T için T_c (K)	H=0,5 T için T_c (K)
S800	38,02	37,66	37,36	37,20	36,91
S850	37,90	37,63	37,25	37,20	36,80
S900	37,87	37,63	37,25	37,10	36,84
S950	37,86	37,56	37,23	37,08	36,77
S1000	37,84	37,47	37,08	36,79	36,57

Tablo 3.2. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sinterlenen zaman serisi örneklerinin M-T eğrilerinden elde edilen T_c değerleri

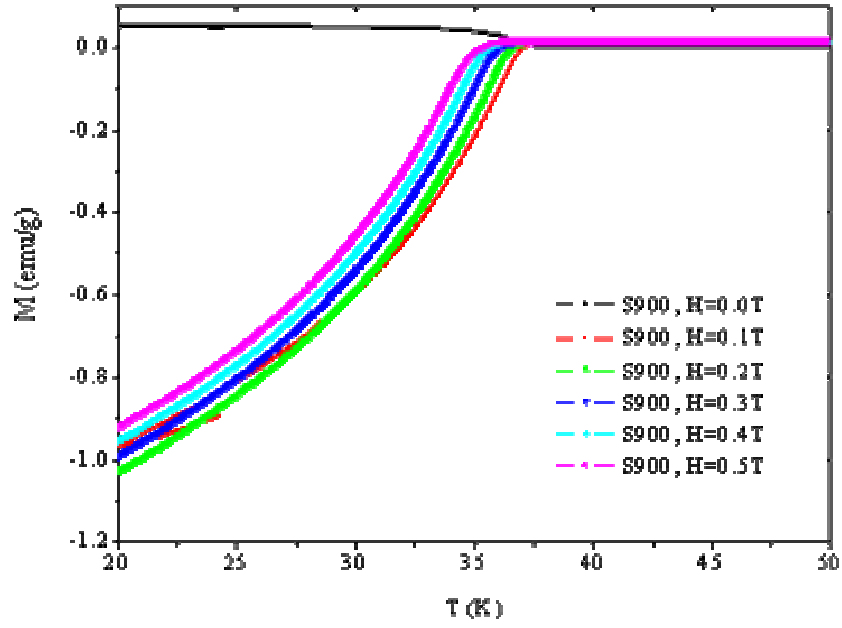
Örneğin Adı	H=0,1 T için T_c (K)	H=0,5 T için T_c (K)
Z120	38,19	36,98
Z60	37,95	36,83
Z40	37,88	36,79
Z20	37,75	36,66



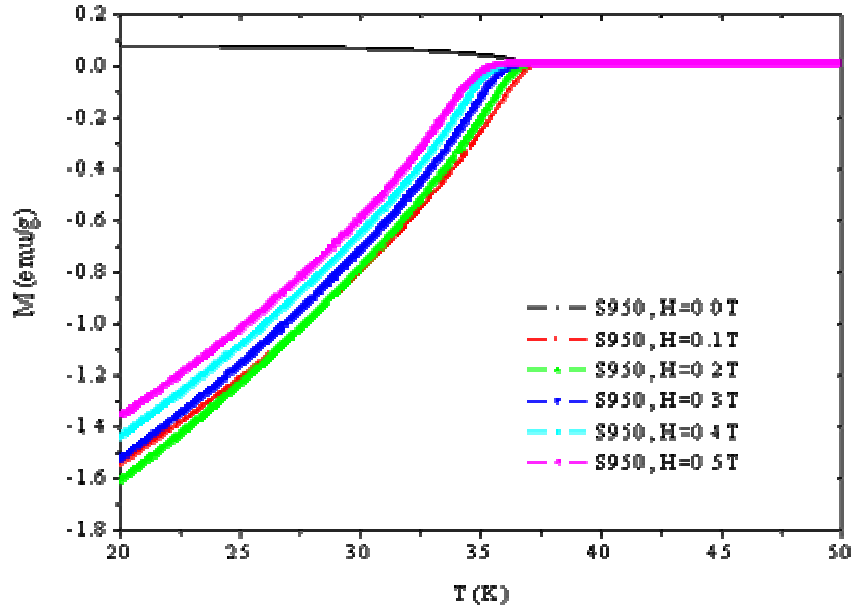
Şekil 3.6 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800 örneğinin 0 T ; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T; 0,5 T ve 1 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



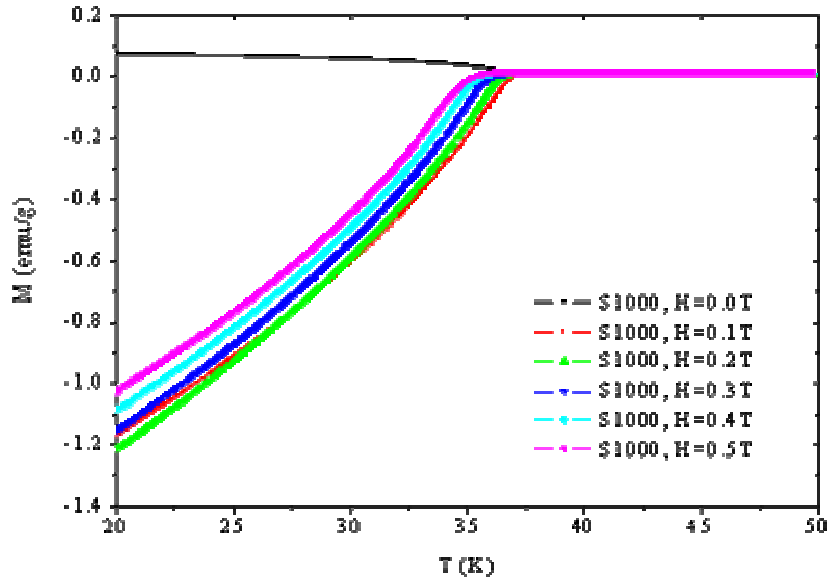
Şekil 3.7. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



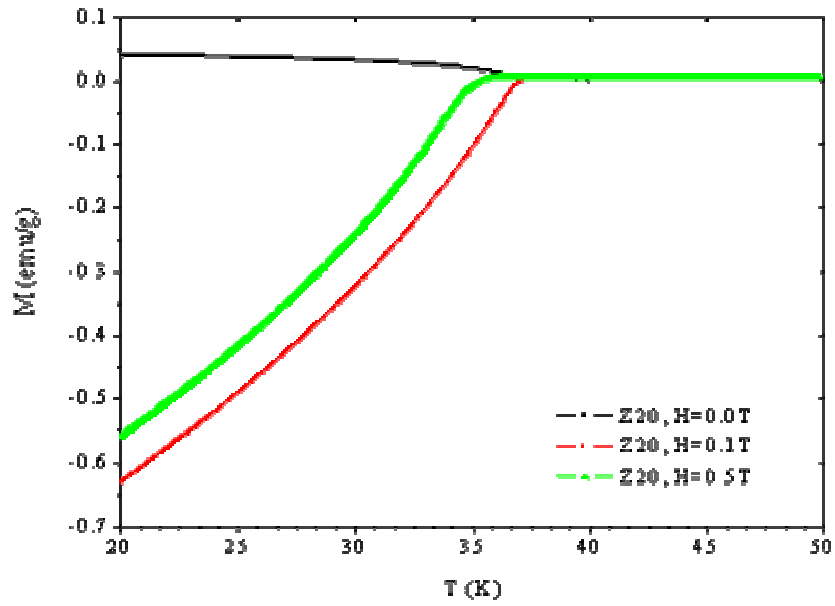
Şekil 3.8. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S900 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



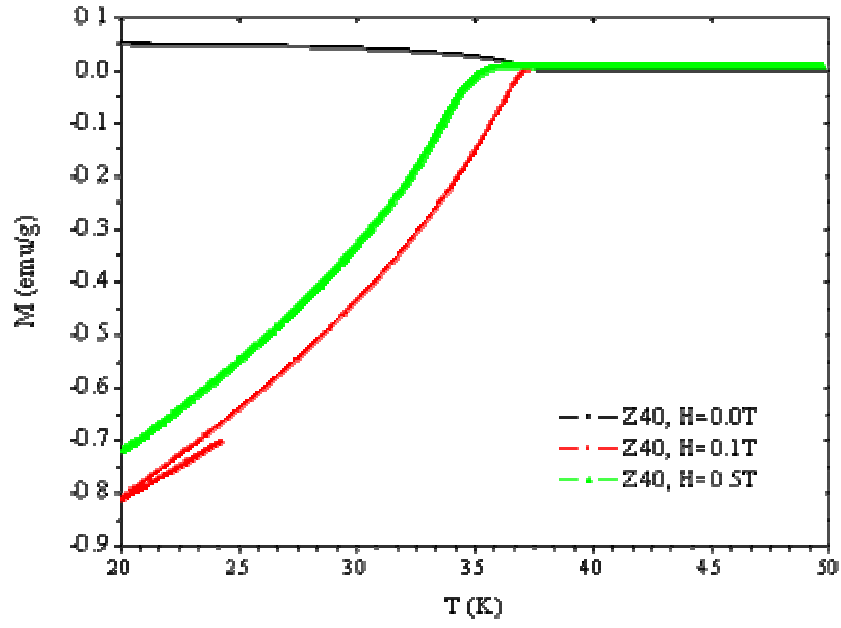
Şekil 3.9 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



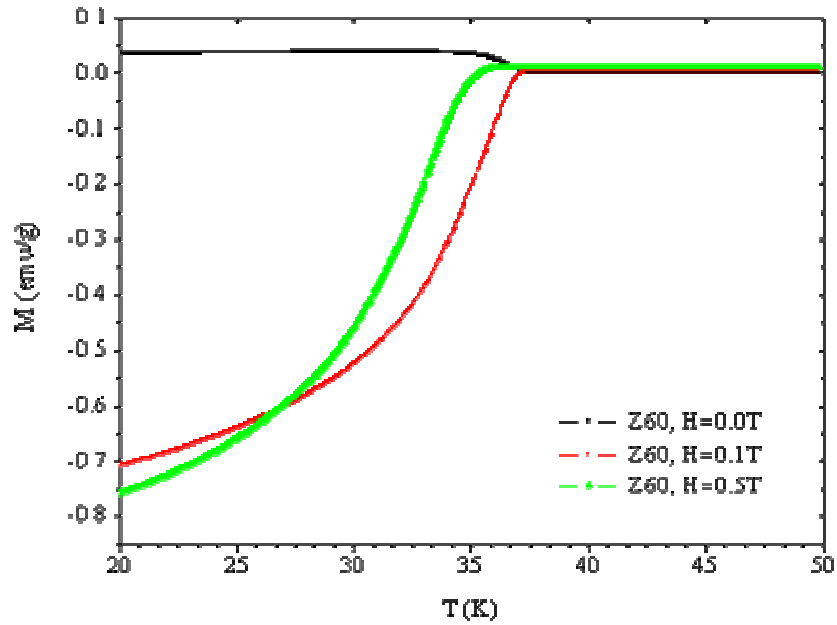
Şekil 3.10. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 0 T; 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



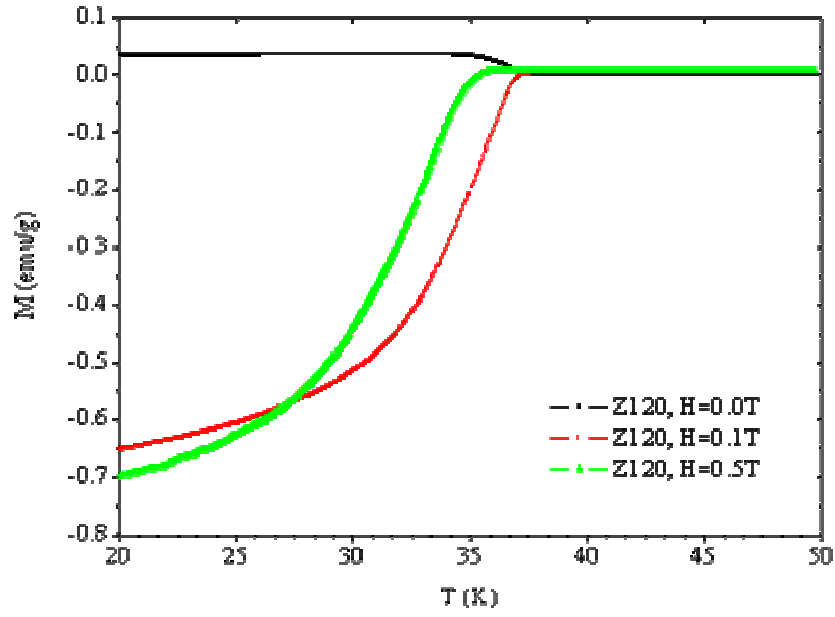
Şekil 3.11. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak sinterlenen Z20 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



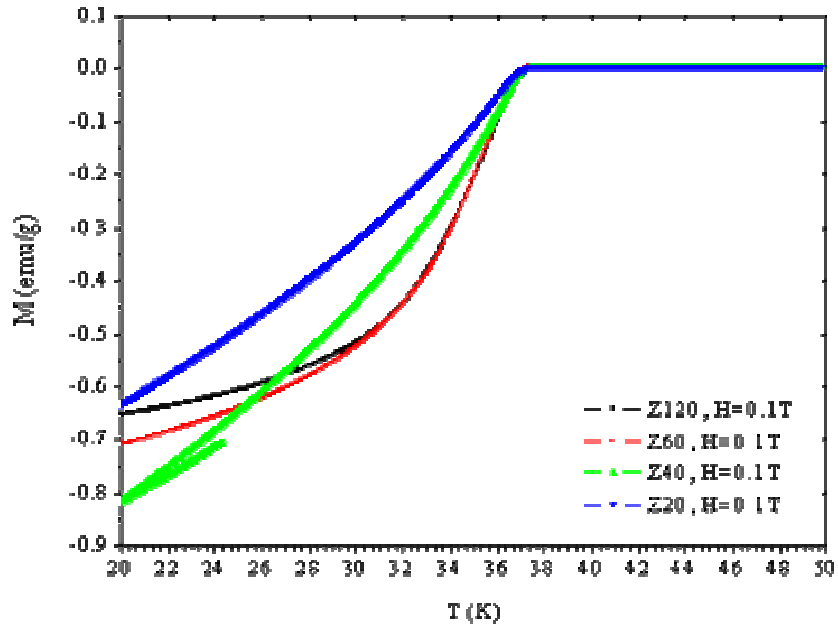
Şekil 3.12. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 40 dak sinterlenen Z40 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



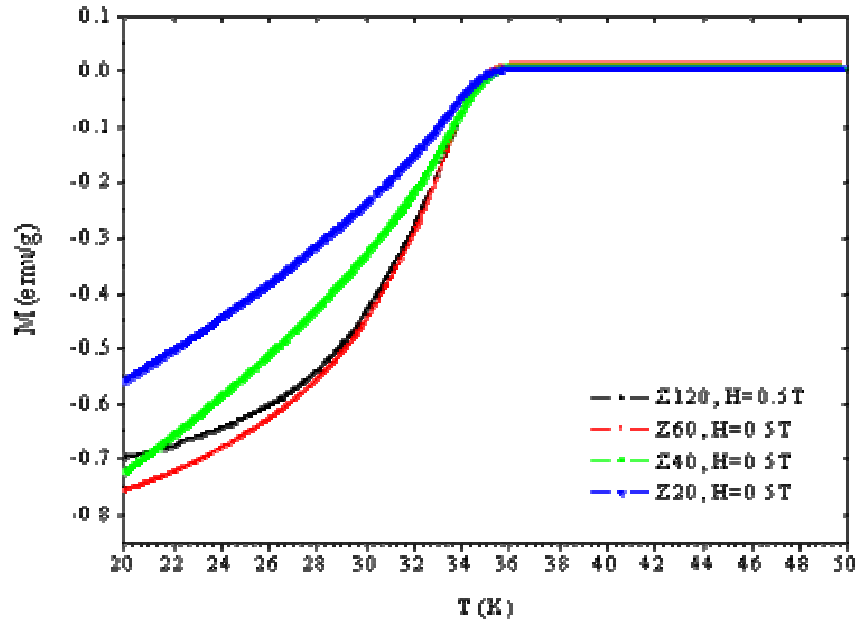
Şekil 3.13. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 60 dak sinterlenen Z60 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



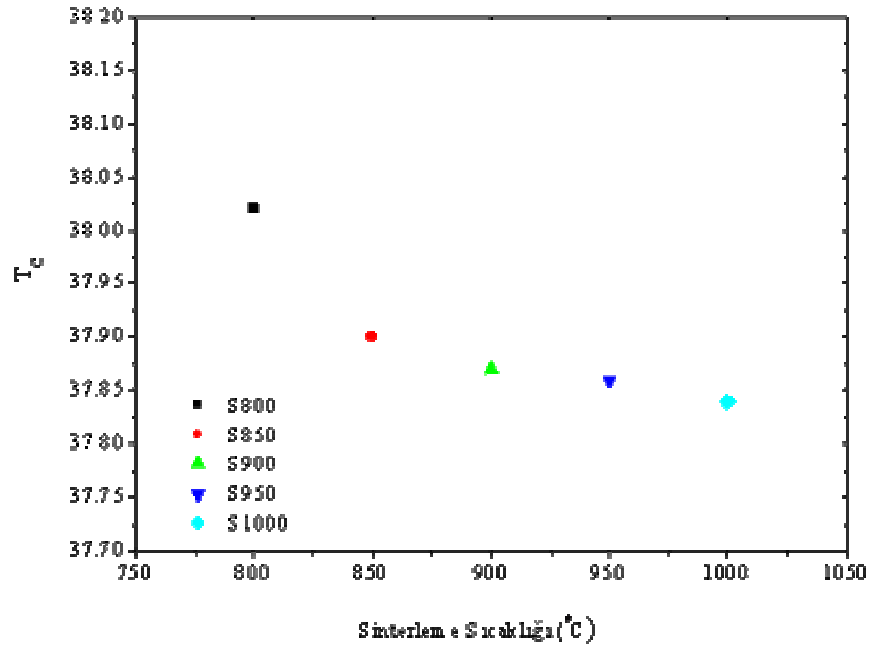
Şekil 3.14. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 120 dak sinterlenen Z120 örneğinin 0 T; 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



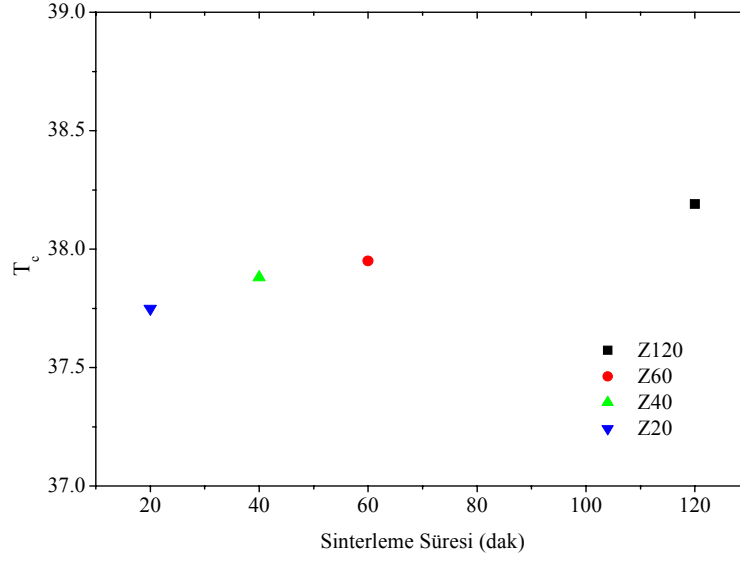
Şekil 3.15. 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin 0,1 T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 3.16. 8bar Ar gazı basıncında 800°C sıcaklıkta 20dak, 40dak, 60dak ve 120dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin 0.5T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 3.17. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda sinterlenen sıcaklık serisi örneklerinin M-T grafiklerinden elde edilen T_c başlangıç değerleri



Şekil 3.18. 8 bar Argon gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak ve 120 dak sürelerde sinterlenen zaman serisi örneklerinin M-T grafiklerinden elde edilen T_c başlangıç değerleri

3.3.2. M-H Ölçümleri

Çalışmada kullanılan örneklerin manyetizasyon ölçümleri, 15 ve 30 K'lık sabit sıcaklıklarda, 5 mT/s'lik süpürme hızında ve $-0.5T$ ile $+0.5T$ arasında manyetik alan uygulayarak alansız soğutma rejiminde 5 döngüde yapıldı. Örnek sıcaklığı 0,05 K hassasiyetinde düşünülen değere ulaştıktan sonra, ısıtma esnasında ölçümler alındı. Manyetizasyon ölçümlerinde, manyetik alan değişimleri beş aşamada gerçekleştirildi: 1. aşama (0) - ($+H_{maks}$), 2. aşama ($+H_{maks}$) - (0), 3. aşama (0) - ($-H_{maks}$), 4. aşama ($-H_{maks}$) - (0) ve 5. aşama (0) - ($+H_{maks}$) şeklindedir. Her iki aşama arasında beklenmeden bir sonraki aşamaya geçildi.

VSM sisteminde kullanılan manyetometre “emu” cinsinden manyetik moment ölçmekte olup ölçülen veriler ilk başta örneğin hacmine bölünerek manyetizasyon değeri olan A/cm birimine dönüştürüldü.

Sıcaklık serisi örneklerinin 15 K ve 30 K sıcaklıklarında 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alan altındaki M-H ilmekleri Şekil 3.19 - Şekil 3.28 arasında, zaman serisi

örneklerinin 30 K sıcaklığında 0,5 T manyetik alan altındaki M-H ilmekleri Şekil 3.30 da verilmektedir.

Sıcaklık serisi örneklerinin M-H ilmekleri incelendiğinde 15 K de ölçülen manyetizasyon eğri genişliğinin 30 K'e göre daha büyük olduğu görülmektedir. Ölçüm sıcaklığı azaldıkça manyetizasyon eğri genişliğinin artması, örnek içerisinde süperiletken taneler arasındaki temasın iyileştiğini gösterir. Manyetizasyon ilmek genişliği ile örnek içerisindeki akı çivileme merkezi sayısının orantılı olduğu birçok çalışmada rapor edilmiştir (Feng, 1998).

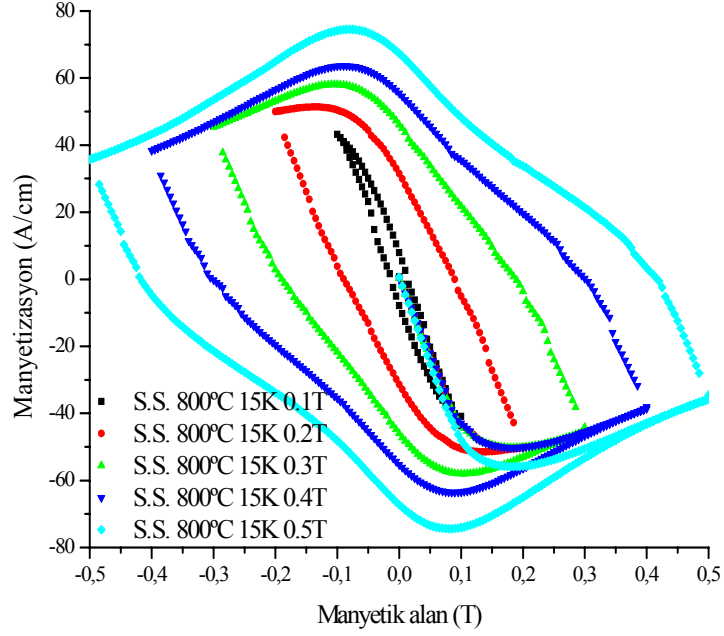
Şekil 3.29 da sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 15 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri, Şekil 3.30 da sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 30 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri görülmektedir. Her iki şekil incelendiğinde S800 örneğinin M-H ilmeklerinin genişliğinin en fazla olduğu görülüyor. Şekillerde S850, S900 S950 ve S1000 örneklerinde ise manyetizasyon ilmek genişliğinin artan sinterleme sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir.

Şekil 3.31 de zaman serisi örneklerinin 30 K sıcaklığında 0,5 T manyetik alan altında M-H ilmekleri görülüyor. Z20 ve Z40 örneklerinin ilmek genişliğinin hemen hemen aynı olduğu, Z60, Z120 ve S800 örneklerinde ilmek genişliğinin arttığı görülmektedir. Sinterleme süresi arttıkça M-H ilmeklerinin genişliğinin arttığı ve dolayısıyla örneklerin manyetizasyon özelliklerinin iyileştiği söylenebilir.

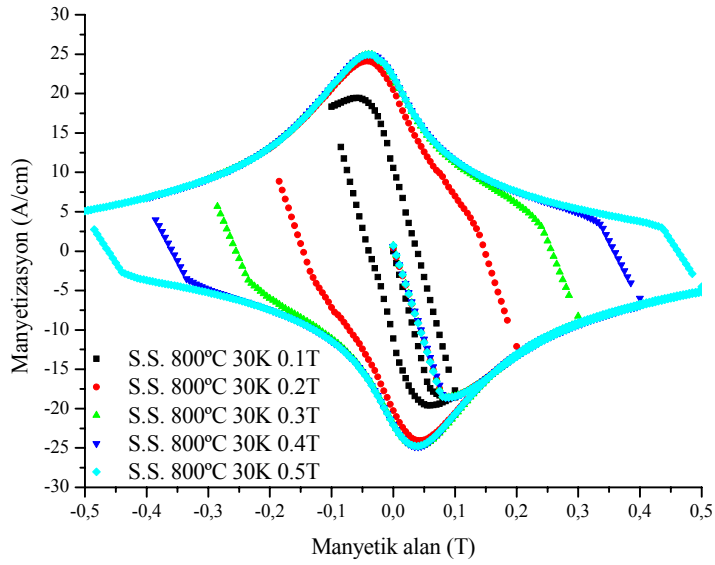
Şekil 3.32 de basınç serisi örneklerinden B4 örneğinin 30 K sıcaklığında 0,1T ve 0,5T manyetik alan altındaki M-H eğrisi görülüyor. Şekilden görüldüğü gibi örnek diyamanyetik davranış göstermemekte tipik ferromanyetik davranış göstermektedir. Bu sonuç B4 örneğinin X-ışını kırınımı deseni sonuçları ile tutarlıdır. B4 örneğinin X-ışını kırınımı deseninde MgB_2 fazına ait pik gözlenmedi, yapıda sadece az miktar MgB_4 fazına ait pikler görüldü. B4 örneği için hem X-ışını kırınımı hem de M-H ölçüm sonuçları sinterleme sürecinde 4 bar Ar gazının örnekten magnezyumun buharlaşarak MgB_2 nin ayrışmasını engelleyemediği ve 1050 °C MgB_2 nin ayrışması için çok yüksek bir sıcaklık değeri olduğu sonucuna varıldı.

Sıcaklık ve zaman serisine ait M-H ilmeklerinde belirli bir manyetik alan değerine kadar ΔM değeri artmakta ve belli bir tepe değerinden sonra uygulanan manyetik alan arttıkça ΔM değeri düşmektedir. Bunun nedeni, taneli yapıya sahip örneğin içindeki taneler arası etkileşimin zayıf olması ve düşük manyetik alanın ise bu etkileşimi bir dereceye kadar arttırdığı düşünülmektedir. Manyetik alan değeri belli bir değerden daha yüksek

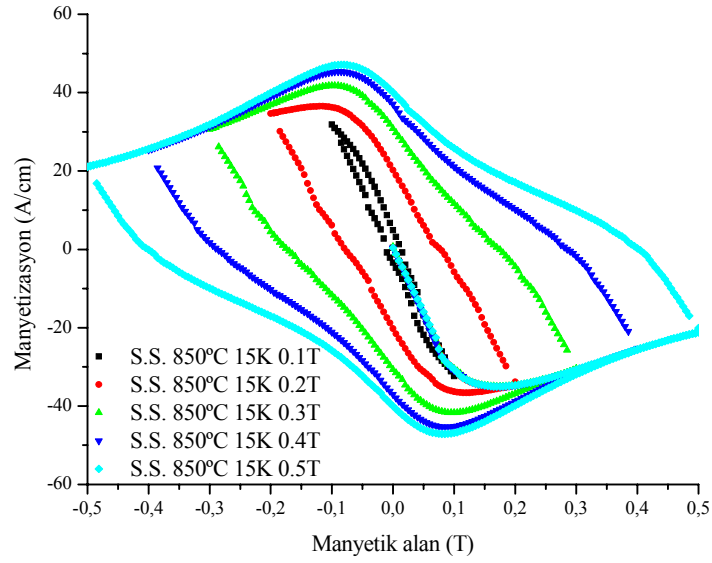
olduğunda ise taneler arası etkileşim ortadan kalkmakta ve artan manyetik alanla manyetizasyon tekrar azalmaktadır.



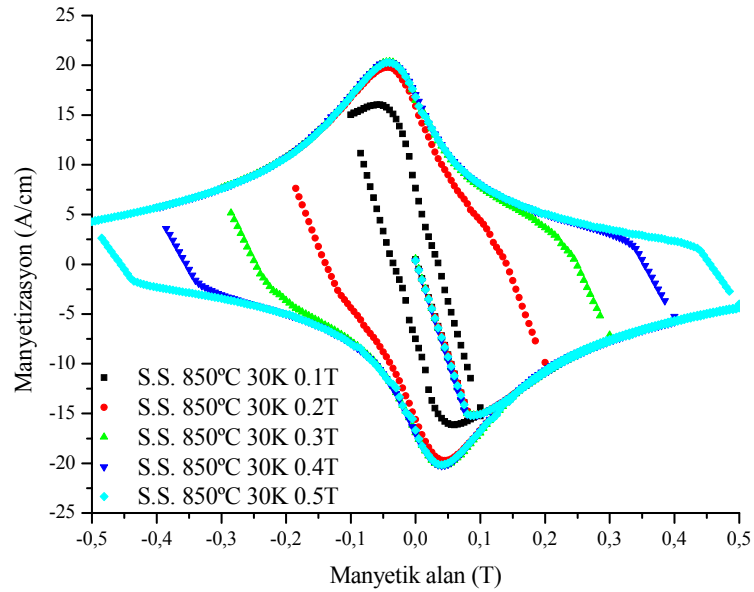
Şekil 3.19. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



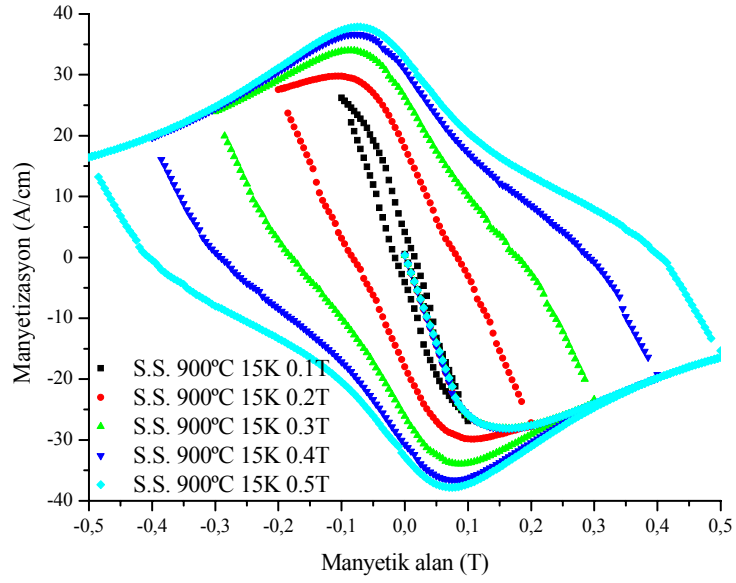
Şekil 3.20. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 800 °C sıcaklıkta sinterlenen S800örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



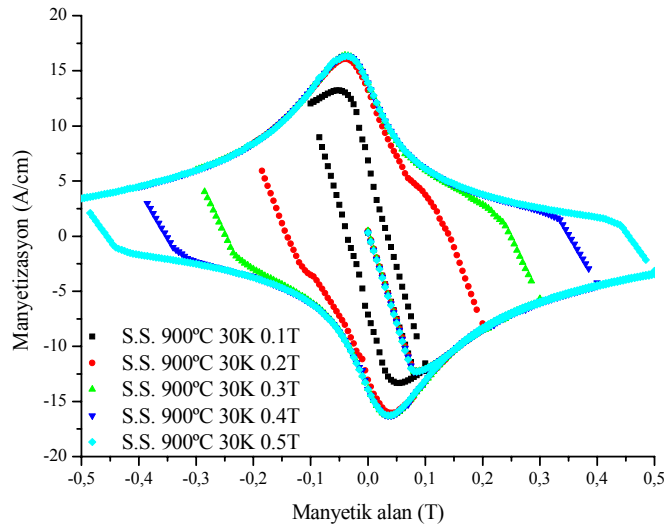
Şekil 3.21. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



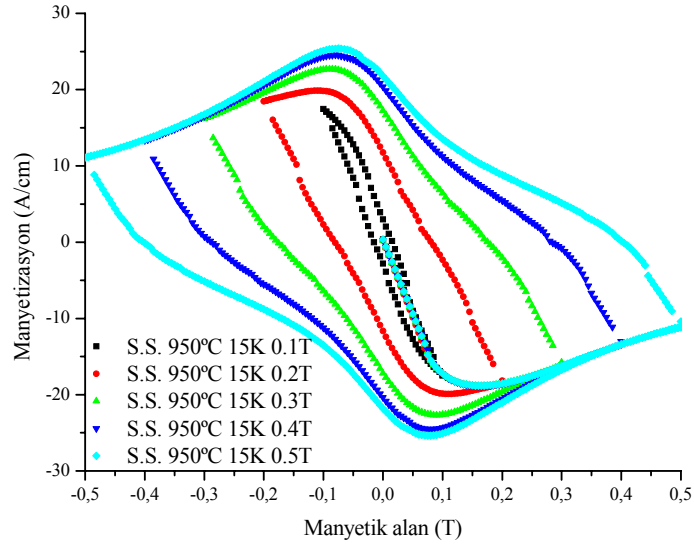
Şekil 3.22. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 850 °C sıcaklıkta sinterlenen S850 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



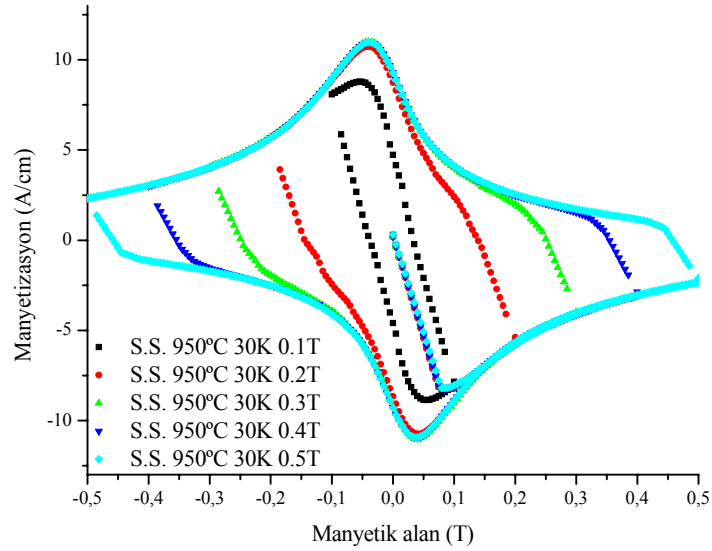
Şekil 3.23. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S900 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



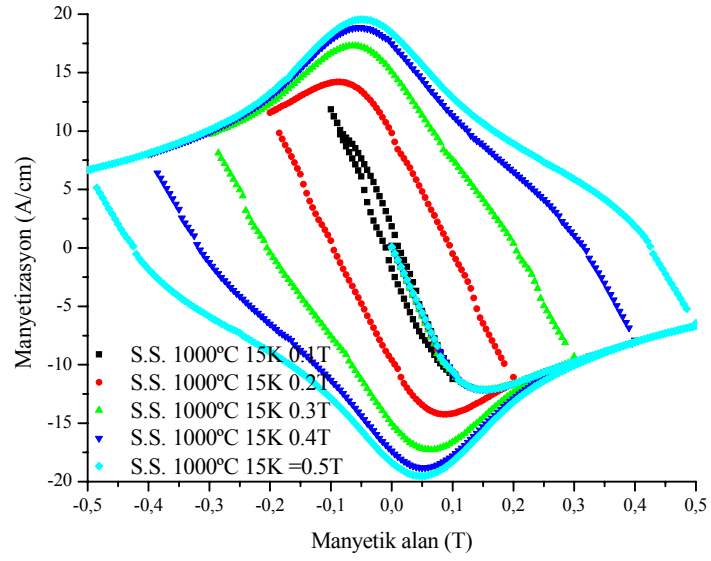
Şekil 3.24. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 900 °C sıcaklıkta sinterlenen S900 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



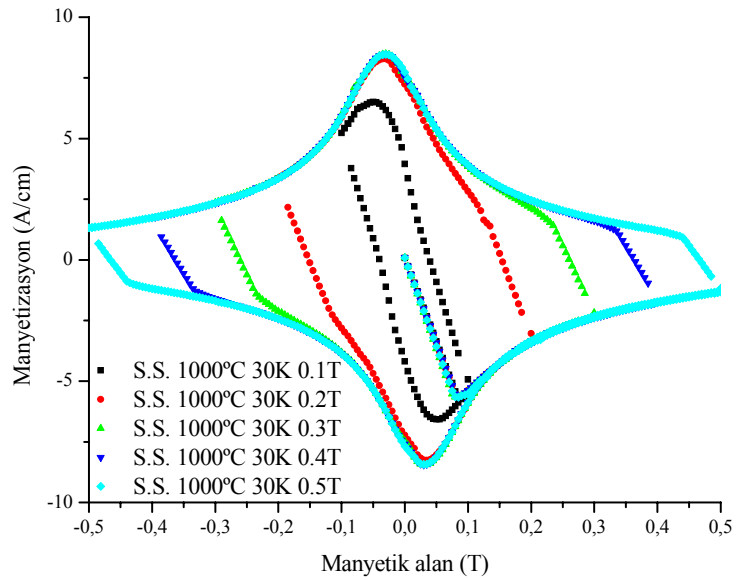
Şekil 3.25. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



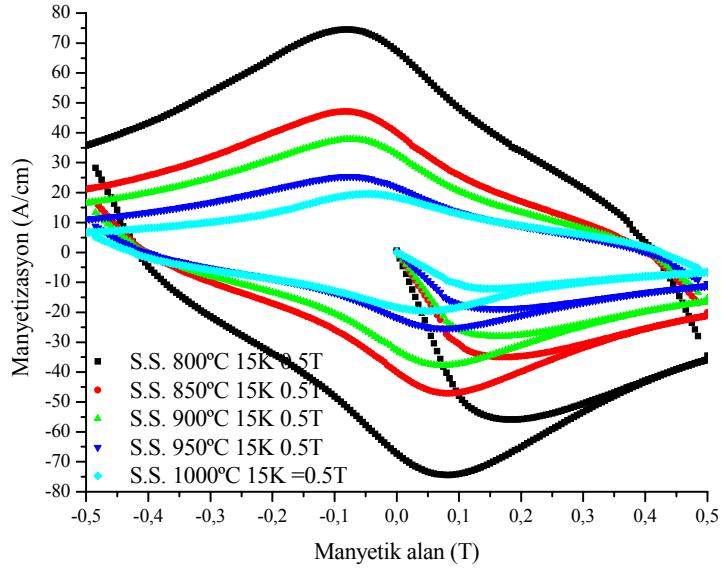
Şekil 3.26. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 950 °C sıcaklıkta sinterlenen S950 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



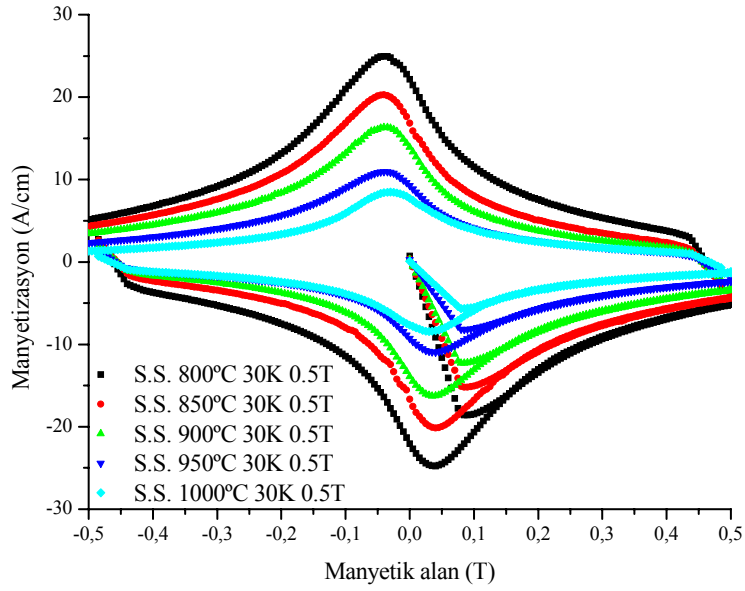
Şekil 3.27. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 15 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



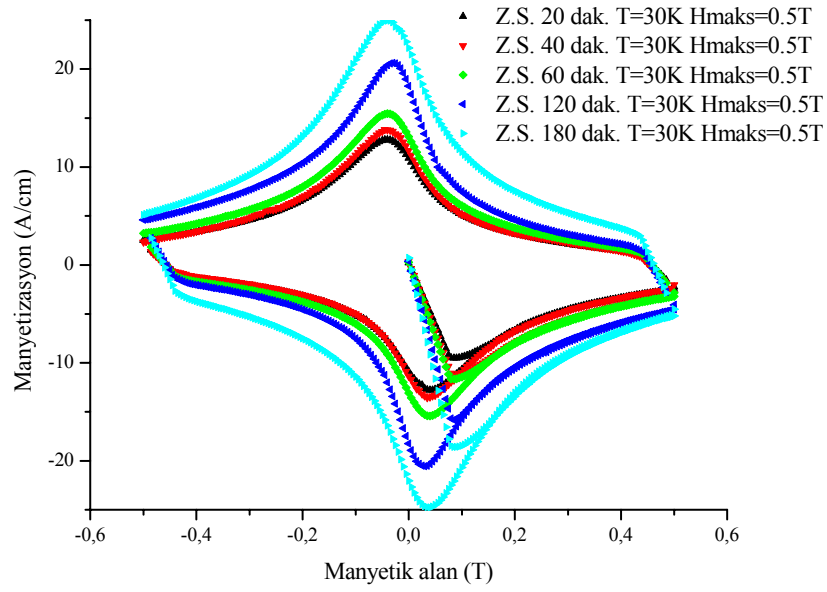
Şekil 3.28. 8 bar Argon gazı basıncında üç saat 1000 °C sıcaklıkta sinterlenen S1000 örneğinin 30 K sıcaklıkta 0,1 T; 0,2 T; 0,3 T; 0,4 T ve 0,5 T manyetik alanlar altında M-H ilmekleri



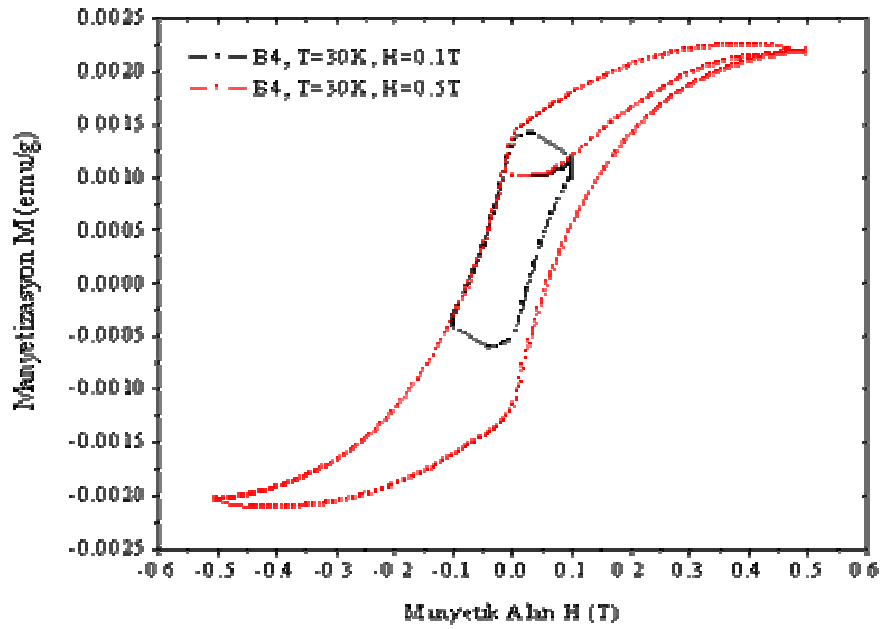
Şekil 3.29. Sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 15 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri.



Şekil 3.30. Sıcaklık serisi örneklerinin 0,5 T manyetik alan altında 30 K sıcaklığındaki M-H ilmekleri.



Şekil 3.31. 800 °C sıcaklıkta 8 bar Argon gazı basıncında 180 dak, 120 dak, 60 dak, 40 dak ve 20 dak süresince sinterlenen MgB_2 örneklerinin 30 K sıcaklığında 0,5 T manyetik alan altındaki M-H ilmekleri



Şekil 3.32. 1050 °C sıcaklıkta 4 bar Ar gazı basıncında üç saat sinterlenen B4 örneğinin 30 K sıcaklığında 0,1 T ve 0,5 T manyetik alanlar altındaki M-H ilmekleri

3.3.3. Kritik Akım Yoğunluğunun Belirlenmesi

Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiş MgB_2 örneklerinin kritik akım yoğunlukları (J_c), manyetizasyon ölçümlerinden hesaplandı. Bunun için M-H ilmeğinde manyetik alan artırılırken ve azaltılırken örneğin sahip olduğu pozitif ve negatif manyetizasyon değerleri ele alındı. M-H ilmeğinin I. aşamadaki manyetik alan uygulamasında ((0) - (+ H_{maks}) aralığı) ölçülen manyetizasyon değerleri hesaba katılmadı. Manyetizasyon ölçüm şekillerinden örneklerin kritik akım yoğunluğu aşağıda (3.1) ifadesiyle verilen genişletilmiş 'Bean modelinden' yararlanılarak hesaplandı (Campbell ve Evetts, 1972).

$$J_c(H,T) = 20 \frac{\Delta M}{L_1} \left(1 - \frac{L_1}{3L_2} \right)^{-1} \quad (3.1)$$

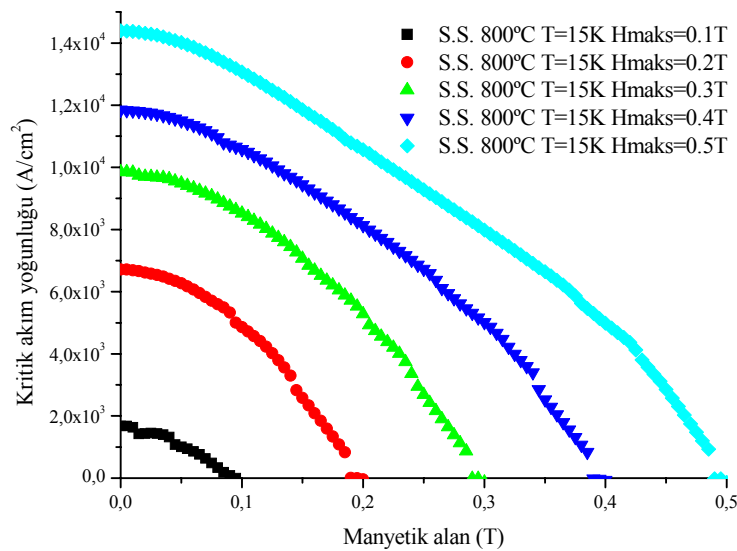
Bu ifadedeki ΔM manyetizasyon farkını (M-H ilmeğinde H_{maks} manyetik alanından düşerken belli manyetik alandaki manyetizasyon ile $-H_{maks}$ 'dan H_{maks} 'a artarken aynı manyetik alandaki manyetizasyon değerleri arasındaki fark), L_1, L_2 ise sırasıyla uygulanan manyetik alana dik doğrultudaki kısa ve uzun kenarı ($L_2 > L_1$) temsil etmektedir. Böylece kritik akım yoğunluğu yukarıdaki formül kullanılarak hesaplandı ve sonuçlar grafiklerle gösterildi.

Şekil 3.43 ve Şekil 3.44, 8 bar Argon gazı basıncında üç saat süre ile 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C ve 1000 °C de sinterlenen sıcaklık serisi örneklerinin sırasıyla 15 K ve 30 K sıcaklıklarında kritik akım yoğunluğunun manyetik alana göre değişimini göstermektedirler. 15 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri S800, S850, S900, S950 ve S1000 örnekleri için sırasıyla $1,5 \times 10^4$; $9,0 \times 10^3$; $6,5 \times 10^3$; $5,0 \times 10^3$ ve $3,5 \times 10^3$ A/cm² olarak belirlendi. 30 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri S800, S850, S900, S950 ve S1000 örnekleri için sırasıyla $4,8 \times 10^3$; $3,7 \times 10^3$; $2,9 \times 10^3$; $2,2 \times 10^3$ ve $1,5 \times 10^3$ A/cm² olarak belirlendi. Artan sinterleme sıcaklığı ile sıcaklık serisi örneklerinin kritik akım yoğunluğunun azaldığı belirlendi. Azalan sinterleme sıcaklığı ile J_c değerinin artmasına aşağıdaki etkenler neden olabilir:

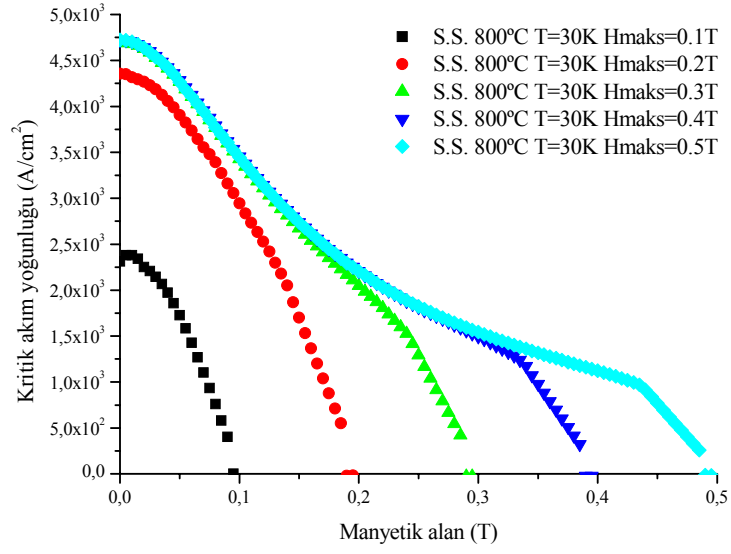
Yüksek sinterleme sıcaklıklarında oluşan MgB_4 fazının tane içi ve genellikle tane sınırlarında dağılımı transport akımlarda azalmaya neden olur. Bu durum MgB_2 tanelerinin arasındaki etkileşimi azaltarak J_c nin azalmasına neden olabilir (Chen, 2005). 900 °C'den yüksek sinterleme sıcaklıkları nano boyutlu parçacıkların akı çivileme merkezi olarak

görev yapmasını engeller. Akı çivileme merkezi sayısının azalması kritik akım yoğunluğunun azalmasına neden olabilir. MgB_4 nano boyutlu parçacıkların varlığı J_c nin azalması için ana neden olarak görülebilir (Xu, 2006). Sıcaklık arttıkça MgB_2 fazı daha çok ayrışacak örnek içinde magnezyum miktarı azalacaktır. Magnezyum eksik örneklerin J_c değerleri magnezyum zengin örneklerden daha düşüktür (Xu, 2006). Örnek içinden magnezyumun kaçıışı J_c nin azalmasına neden olabilir. Bu nedenle başlangıç kompozisyonunda biraz fazla magnezyum kullanmanın J_c yi arttıracakları literatürde birçok çalışmada rapor edilmiştir.

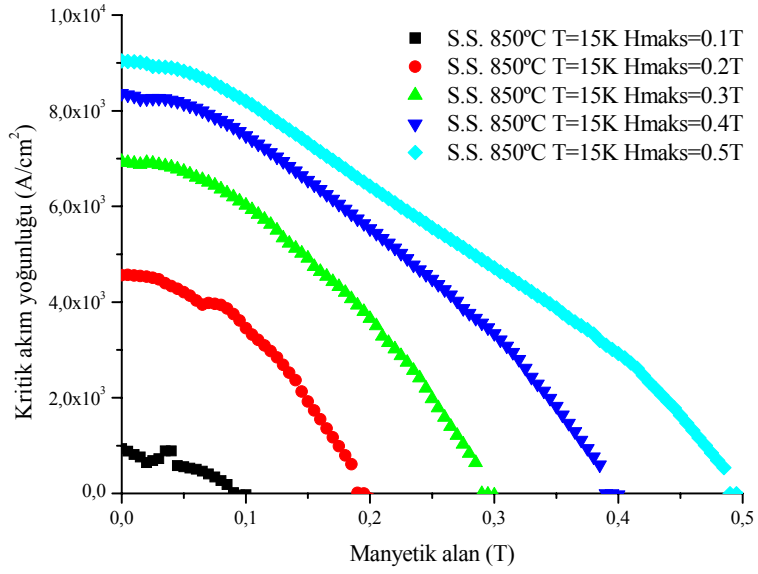
Şekil 3.45 de 8 bar Ar gazı basıncında 800 °C sıcaklıkta 20 dak, 40 dak, 60 dak, 120 dak ve 180 dak sürelerde sinterlenen MgB_2 örneklerinin 30 K sıcaklıkta kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı değişimi görülmektedir. 30 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri Z20, Z40, Z60, Z120 ve S800 örnekleri için sırasıyla $2,7 \times 10^3$; $3,0 \times 10^3$; $3,3 \times 10^3$; $3,8 \times 10^3$ ve $4,8 \times 10^3$ A/cm² olarak belirlendi. Artan sinterleme süresi ile kritik akım yoğunluğunun arttığı belirlendi. Sinterleme süresinin artması MgB_2 taneleri arasındaki teması arttırarak süperiletken yapıyı iyileştirdiği sonucuna varıldı. Zaman serisinin tamamı 800°C sıcaklıkta sinterlendiğinden bu sıcaklık değerinin örnek içinde MgB_4 fazı miktarını minimuma indirmek için yeterli bir sıcaklık değeri olduğu görüldü. Zaman serisi örneklerinin X-ışını kırınımı desenlerinde MgB_4 veya herhangi başka kirlilik fazlarına rastlanmaması bu sonucu doğrular.



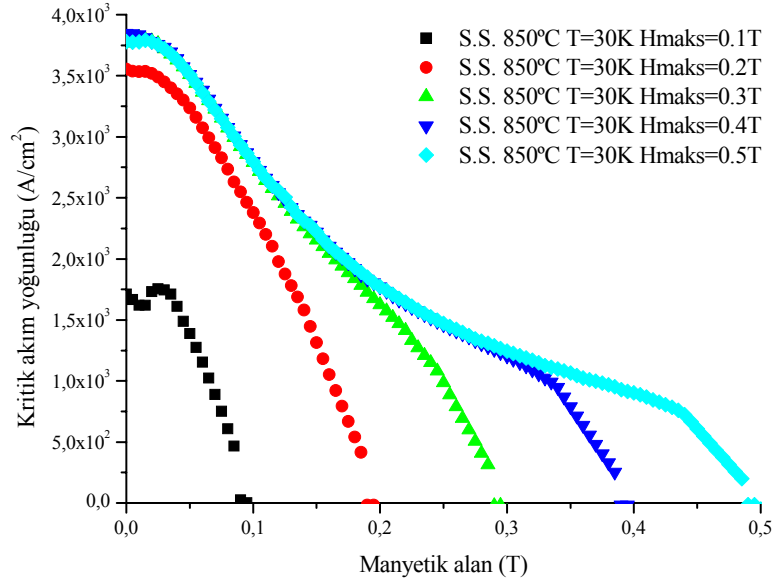
Şekil 3.33. S800 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



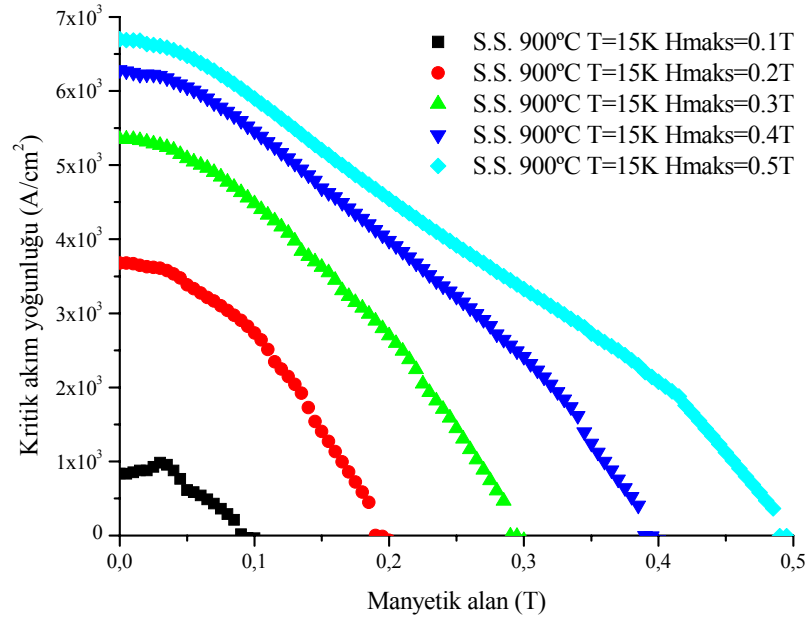
Şekil 3.34. S800 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



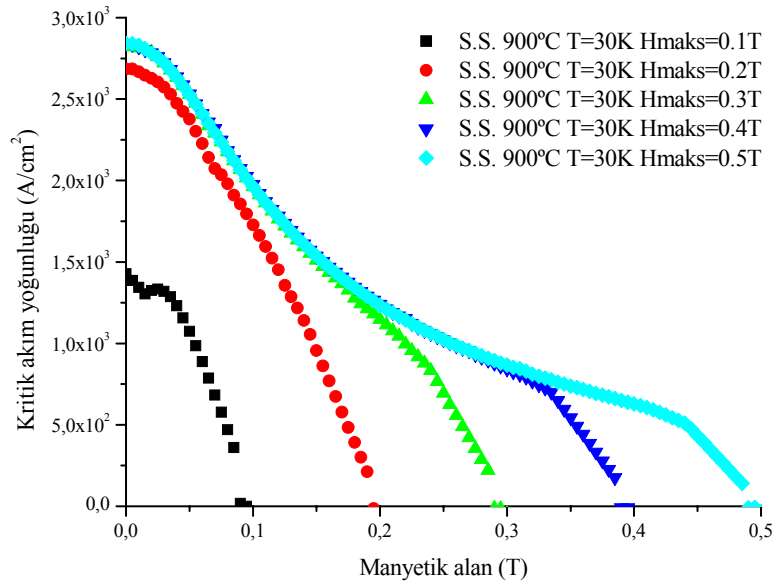
Şekil 3.35. S850 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



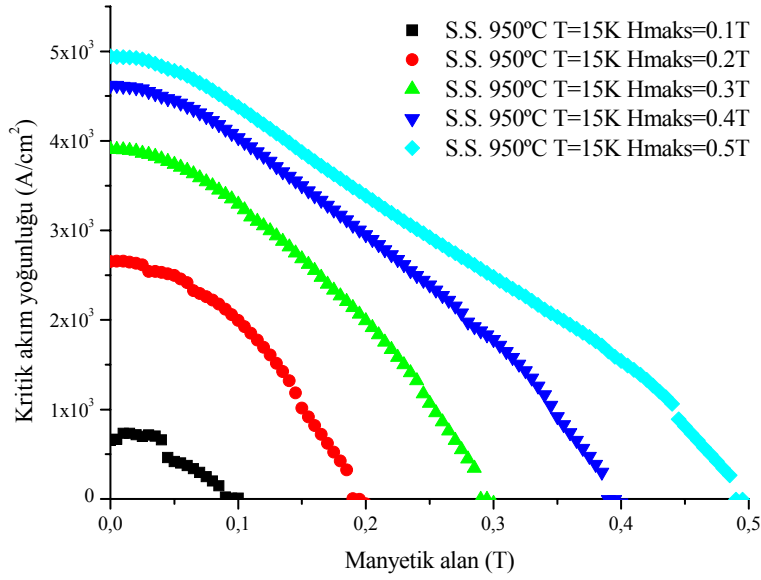
Şekil 3.36. S850 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



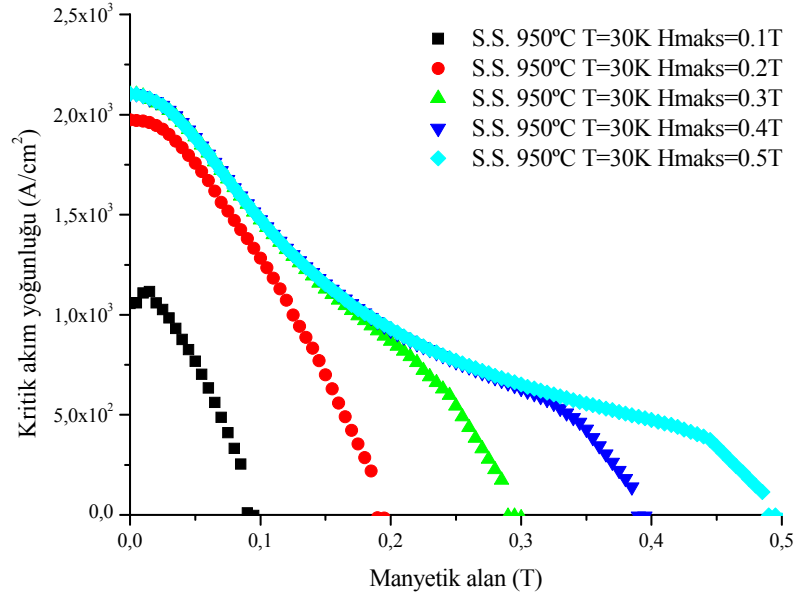
Şekil 3.37. S900 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



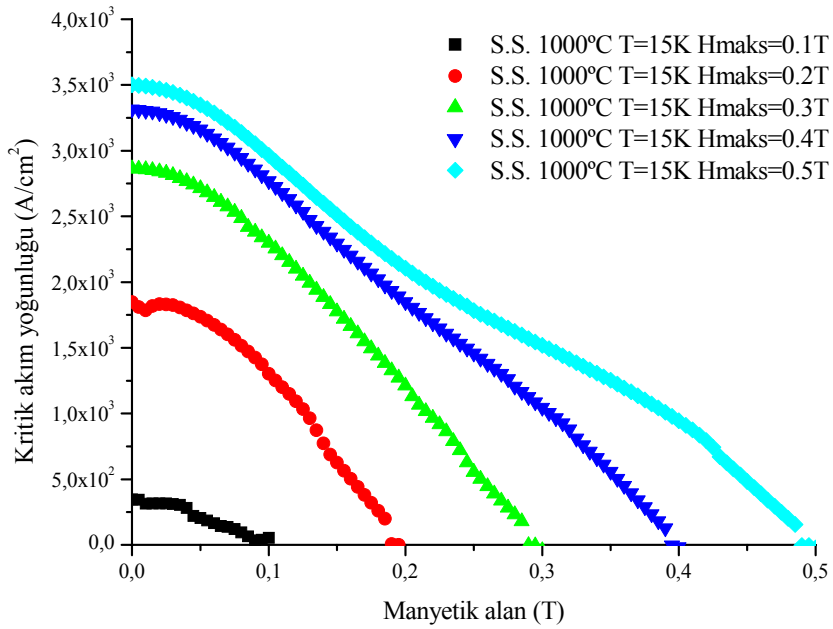
Şekil 3.38. S900 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



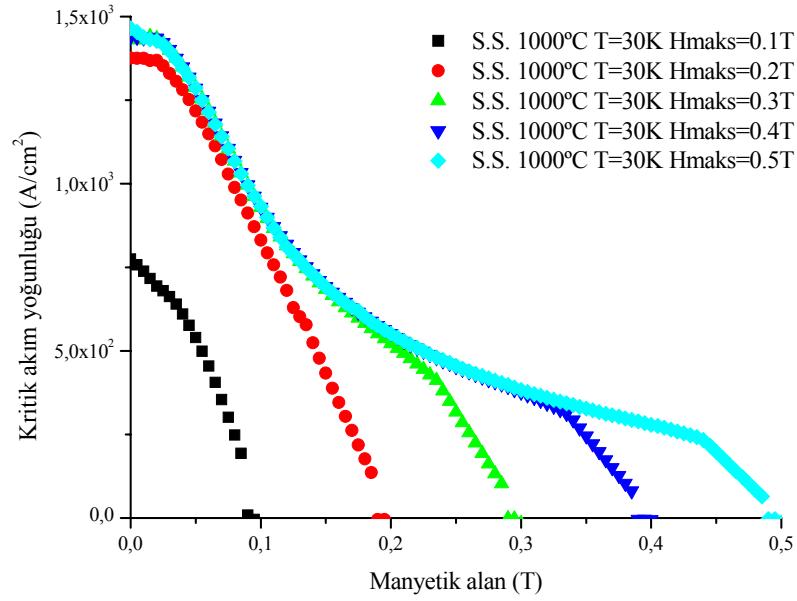
Şekil 3.39. S950 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



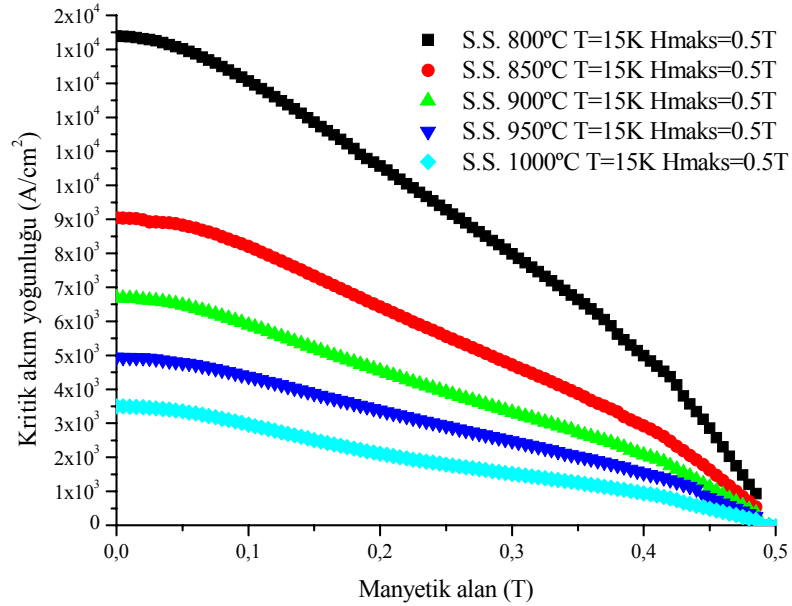
Şekil 3.40. S950 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



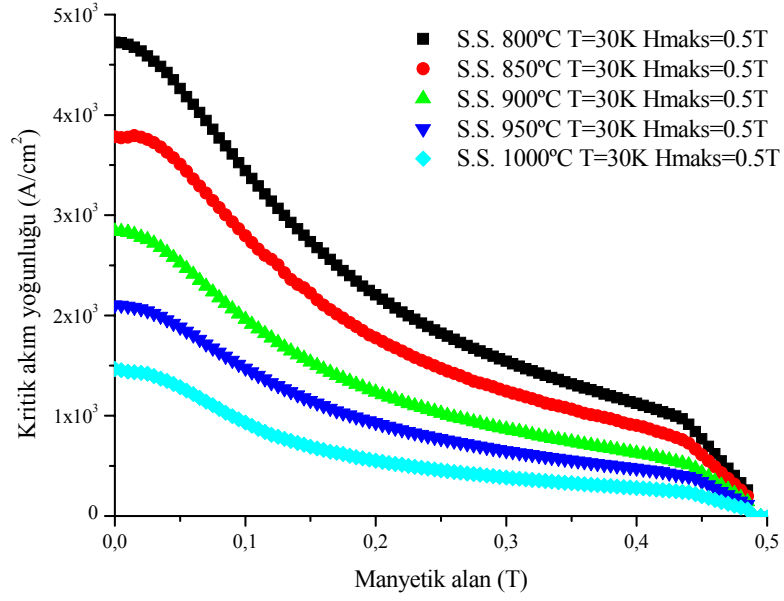
Şekil 3.41. S1000 örneğinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



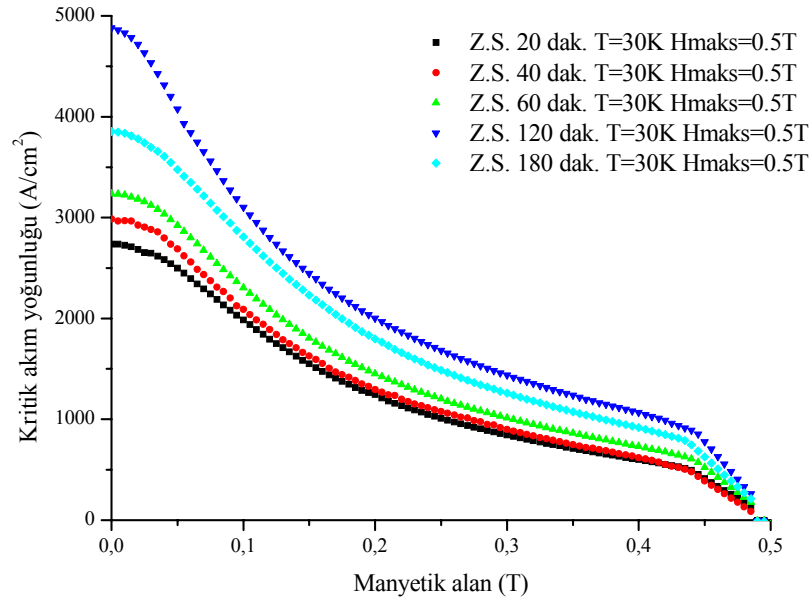
Şekil 3.42. S1000 örneğinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



Şekil 3.43. Sıcaklık serisi örneklerinin 15 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



Şekil 3.44. Sıcaklık serisi örneklerinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri



Şekil 3.45. Zaman serisi örneklerinin 30 K sıcaklığındaki J_c -H grafikleri

3.4. Mekaniksel Analiz

3.4.1. Vickers Mikrosertlik Ölçümleri

Sinterleme sürecinde uygulanan Argon gazı basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin külçe MgB_2 örneklerinin mekaniksel özellikleri üzerine etkisini araştırmak için Vickers Mikrosertlik Analizi, derinlik duyarlı mikroçentik (DDM) cihazıyla yapıldı. Her bir örneğe 1200 mN'luk maksimum yük uygulanarak yük-yerdeğiştirme eğrileri elde edildi. Oda sıcaklığında elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden, örneklerin dinamik sertlik ve elastite modülü değerleri Oliver-Parr metoduyla hesaplandı.

Yükün artırılıp azaltılması ile elde edilen, MgB_2 örneklerinin yükleme-boşaltma eğrileri sıcaklık, zaman ve basınç serileri için sırasıyla şekil 3.46, 3.48 ve 3.50 de verilmiştir. Şekillerden açık bir şekilde görüldüğü gibi tüm MgB_2 örnekleri oda sıcaklığında elasto-plastik bir davranış göstermektedir. Bu karakter örneğin kırılğan veya süneklik özelliğine sahip olup olmadığını tam olarak açıklamayabilir.

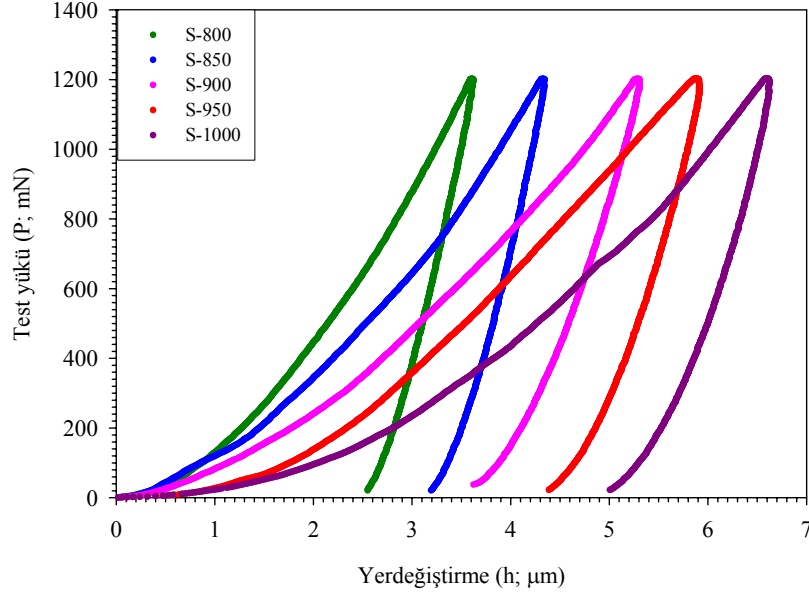
Şekil 3.47 de sıcaklık serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme sıcaklığı ile değişimi görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi sinterleme sıcaklığının artması ile dinamik mikro sertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı görüldü. Teorik olarak sertliğin düşmesinin iki nedeni vardır: Birincisi, tane büyümesi, ikincisi ise preslerken soğuk deformasyon sırasında kalıntı gerilme sertliğinin zamanla birlikte azalmasıdır. Yüksek sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma işlemlerinde tanelerde hızlı büyüme meydana gelir. Aynı zamanda, tanelerin hızlı büyümesi sonucunda da yaşlandırılan örneklerde daha düşük sertlik ve mukavemet meydana gelir. Bir başka deyişle yaşlandırma işlemi sırasında elde edilen en yüksek sertlik artan sıcaklıkla azalır.

Şekil 3.49 da zaman serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi sinterleme süresinin artması ile dinamik mikro sertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı görüldü. Sinterleme süresinin artmasıyla kalıntı gerilme sertliğinin zamanla birlikte dengeye doğru gitmesi örneklerin sertlik değerlerinin azalmasının nedeni olabilir.

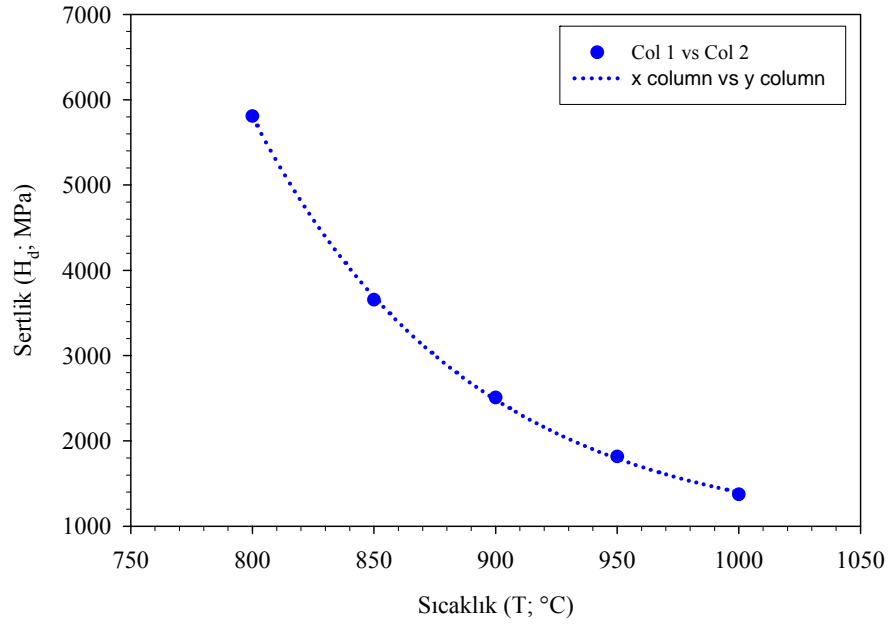
Şekil 3.51 de basınç serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme sürecinde uygulanan Ar gazı basıncı ile değişimi görülmektedir. Ar gazı basıncının artması ile dinamik mikro sertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde arttığı görüldü. Teorik

olarak noktasal kusurlardan bazıları malzemelerin kafes düzlemlerini çarpıtarak dislokasyon hareketinin zorlaşmasına yol açar. Dislokasyon hareketinin engellenmesi de malzemenin sertliğinin artmasına neden olur.

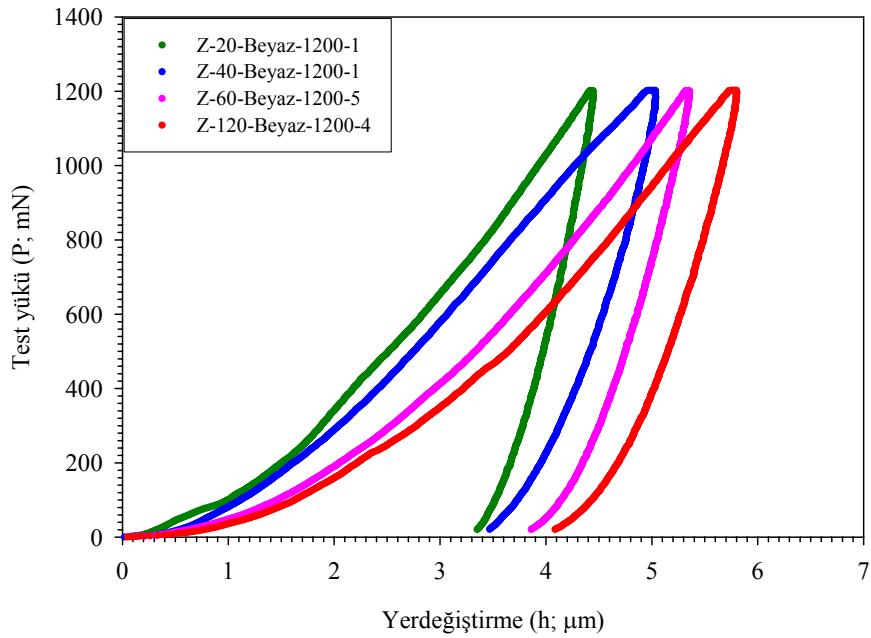
Basınç, sıcaklık ve zaman serisi örneklerine ait yük-yerdeğiştirme eğrilerinden örneklerin elastite modülü (E_r) değerleri hesaplandı. Elde edilen sonuçlar Tablo 3.3 de verildi. Literatürde bilindiği gibi, sertliğin yük ile değişimi ve elastite modülünün yük ile değişimi genellikle benzer davranış göstermektedir (Kölemen, 2005). Basınç, sıcaklık ve zaman serisi örneklerine ait dinamik mikro sertlik verilerinin davranışı ile örneklerin elastite modülü verilerinin davranışları da birbirine benzemektedir.



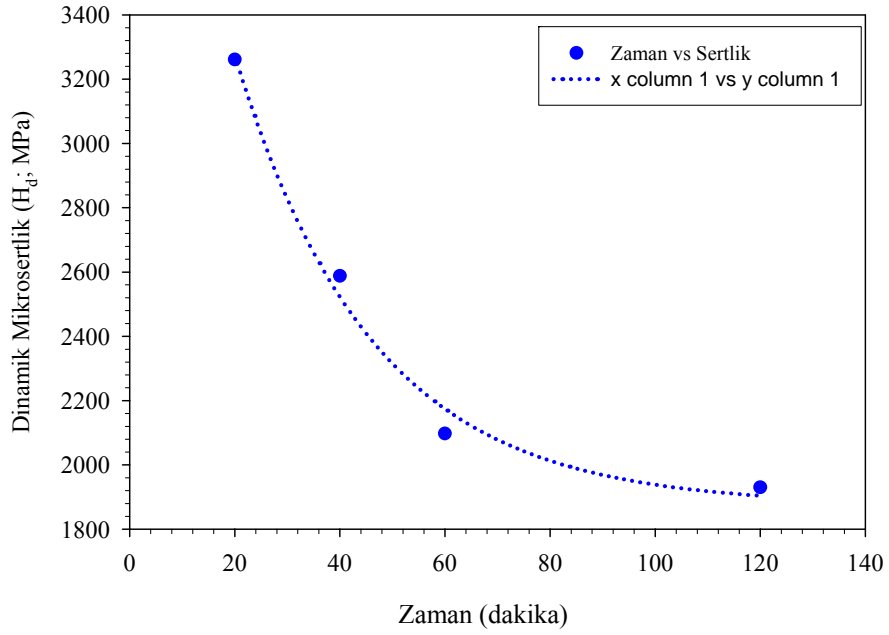
Şekil 3.46. Sıcaklık serisi örneklerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi



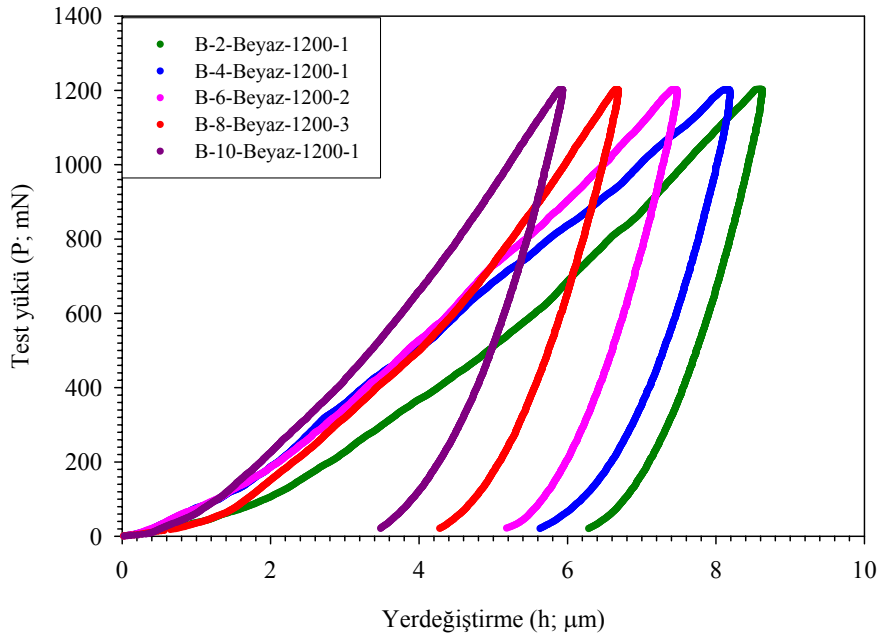
Şekil 3.47. Sıcaklık serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme sıcaklığı ile değişimi



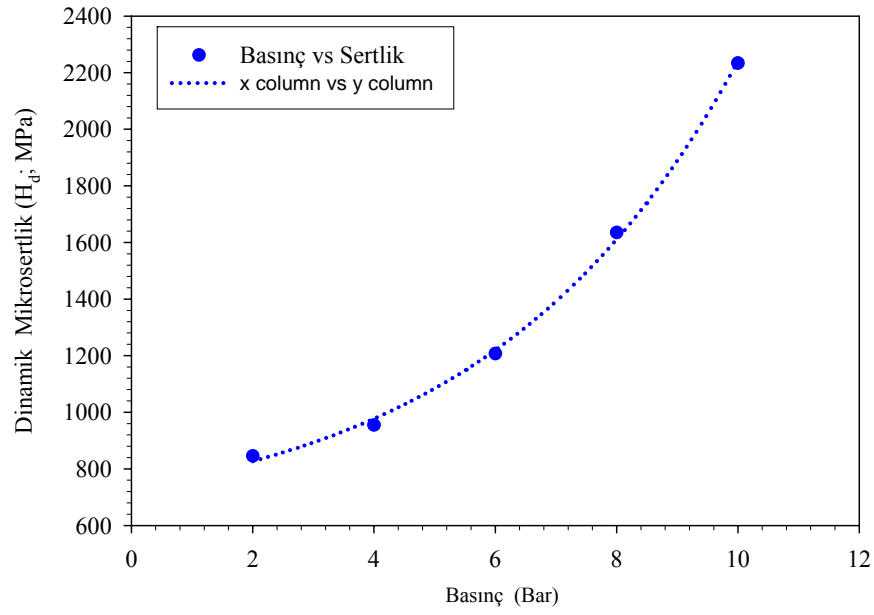
Şekil 3.48. Zaman serisi örneklerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi



Şekil 3.49. Zaman serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi



Şekil 3.50. Basınç serisi örneklerinin yük-yerdeğiştirme eğrisi



Şekil 3.51. Basınç serisi örneklerinin dinamik mikro sertlik değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi

Tablo 3.3. Sıcaklık, zaman ve basınç serisi örneklerine ait yük-yerdeğiştirme eğrilerinden elde edilen elastite modülü değerleri

Örnek Adı	Elastite Modülü değeri (GPa)	Örnek Adı	Elastite Modülü değeri (GPa)	Örnek Adı	Elastite Modülü değeri (GPa)
S800	92,8	Z20	80,9	B2	21,8
S850	73,8	Z40	59	B4	22,9
S900	46	Z60	51,6	B6	24,7
S950	45,4	Z120	45,3	B8	27,2
S1000	41,7			B10	31,4

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, ticari olarak satılan MgB_2 tozundan basınç serisi, sıcaklık serisi ve zaman serisi olmak üzere üç seri ondört tane MgB_2 külçe örneği üretildi. Külçe üretimi için yapılan sinterleme işleminde sinterleme süresince uygulanan Ar gazı basıncının, sinterleme sıcaklığının ve sinterleme süresinin örneklerin yapısal, manyetik ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Araştırmada, örneklerin yapısal analizi X-ışını kırınımı ölçümü ile, manyetik özellikleri PPMS sistemi kullanılarak M-T ve M-H ölçümleri ile incelendi. Örneklerin mekaniksel özelliklerini incelemek için Vickers Mikrosertlik Analizi, derinlik duyarlı mikro sertlik yöntemi ile yapıldı. Elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrilerinden, örneklerin dinamik mikro sertlik (H_d) değerleri ve elastite modülü değerleri (E_r) Oliver-Parr metoduyla hesaplandı. Örneklerin X-ışını kırınımı desenlerinden örneklerdeki ana faz ve safsızlık fazları belirlendi. M-T ölçümlerinden örneklerin kritik sıcaklık değerleri (T_c) ve M-H ölçümlerinden kritik akım yoğunluğu (J_c) değerleri hesaplandı.

Yapılan çalışmada ortaya çıkan sonuçlar aşağıdaki gibi sıralanabilir:

1-) Sinterleme süresince uygulanan gaz basıncının MgB_2 örnekleri üzerinde etkili olduğu artan Ar gazı basıncıyla MgB_2 fazının ayrışmasının kısmen engellenebileceği tespit edildi.

2-) Sinterleme sıcaklığının ve süresinin faz oluşumunu ve faz içeriğini belirlediği görüldü. Artan sinterleme sıcaklığı ile magnezyumun yüksek uçuculuğu nedeniyle MgB_2 fazının ayrışarak örnek içerisinde safsızlık fazlarının oluştuğu görüldü. 850 °C nin üstündeki sıcaklıklarda MgB_4 fazının dominant safsızlık fazı olduğu aynı zamanda 950 °C nin üstündeki sıcaklıklarda örnek içinde MgO ve MgB_4 fazının miktarının arttığı, magnezyum safsızlık fazının oluştuğu gözlemlendi. Bu nedenle MgB_2 fazı için en ideal sinterleme sıcaklık aralığının 800 °C ile 850 °C arasında olduğu sonucuna varıldı.

3-) Sinterleme sıcaklığı gibi sinterleme süresinde faz oluşumunu ve faz içeriğini belirlediği görüldü. Artan sinterleme süresi ile MgB_2 taneleri arasındaki temasın artarak süperiletken yapının iyileştiği görüldü.

4-) Tüm sıcaklık serisi örneklerinin 0,1T manyetik alan altında süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının 38K civarında olduğu artan sinterleme sıcaklığı ile geçiş sıcaklığının küçük bir miktar azaldığı görüldü. Bununla birlikte 850 °C den yüksek sıcaklıklarda sinterlenen

örneklerde artan sinterleme sıcaklığı ile geçiş genişliğinin büyük ölçüde arttığı gözlemlendi. Bu sonuç 850 °C den yüksek sıcaklıklarda külçe yapının bozulduğunu doğrular.

5-) Zaman serisi örneklerinin 0,1 T manyetik alan altında süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının artan sinterleme süresi ile arttığı görüldü. Z20 ve Z40 örneklerinde geçiş genişliğinin oldukça geniş olması 20 dak ve 40 dak sinterleme sürelerinin külçe yapının iyi bir şekilde oluşması için yeterli bir süre olmadığını gösterdi. 800 °C de 120 dak ve 180 dak sinterlenen örneklerin geçiş genişliğinin diğer örneklere göre keskin olduğu tespit edildi. Bu nedenle MgB₂ fazı için en ideal sinterleme süresinin 1 ile 3 saat arasında olduğu sonucuna varıldı.

6-) Sıcaklık ve zaman serisi örneklerinin M-H eğrileri incelendiğinde her örneğin ölçüm sıcaklığı azaldıkça manyetizasyon eğri genişliğinin arttığı görüldü. Bu durum, örnek içerisinde süperiletken taneler arasındaki temasın dereceli olarak iyileştiğini gösterir. Manyetizasyon ölçümlerinden, sinterleme sıcaklığı azaldıkça ve sinterleme süresi arttıkça M-H ilmeklerinin genişliğinin arttığı dolayısıyla örneklerin manyetizasyon özelliklerinin iyileştiği tespit edildi.

7-) 15 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri S800, S850, S900, S950 ve S1000 örnekleri için sırasıyla 1,5x10⁴; 9,0x10³; 6,5x10³; 5,0x10³ ve 3,5x10³ A/cm² olarak belirlendi. 30 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri S800, S850, S900, S950 ve S1000 örnekleri için sırasıyla 4,8x10³; 3,7x10³; 2,9x10³; 2,2x10³ ve 1,5x10³ A/cm² olarak belirlendi. Tüm örneklerde ölçüm sıcaklığı arttıkça kritik akım yoğunluğunda azalma meydana geldiği görüldü. Artan sinterleme sıcaklığı ile sıcaklık serisi örneklerinin kritik akım yoğunluğunun azaldığı belirlendi. 800 °C'de sinterlenen örneğinin diğer sıcaklık serisi örnekleri ile karşılaştırıldığında maksimum kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu bulundu.

8-) 30 K sıcaklığında hesaplanan J_c değerleri Z20, Z40, Z60, Z120 ve S800 örnekleri için sırasıyla 2,7x10³; 3,0x10³; 3,3x10³; 3,8x10³ ve 4,8x10³ A/cm² olarak belirlendi. Artan sinterleme süresi ile kritik akım yoğunluğunun arttığı belirlendi. 800 °C'de 180 dak sinterlenen örneğinin diğer örnekler ile karşılaştırıldığında maksimum kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu görüldü.

9-) Artan sinterleme sıcaklığı ile kritik akım yoğunluğunun azalmasının ana nedeni MgB₂ fazının ayrışması ve genellikle tane sınırlarında oluşan MgB₄ fazının MgB₂ taneleri arasındaki etkileşimi azaltmasıdır. Bu nedenle MgB₂ fazı için en ideal sinterleme sürecinin

MgB₄ fazı miktarını en aza indirecek sıcaklıkta ve külçe yapının oluşması için yeterli sürede olması gerektiği sonucuna varıldı.

10-) Basınç, sıcaklık ve zaman serisi örneklerinin yükleme-boşaltma eğrilerinden tüm MgB₂ örneklerinin oda sıcaklığında elasto-plastik bir davranış gösterdiği görüldü.

11-) Sinterleme sıcaklığı ve süresi arttıkça MgB₂ örneklerinin dinamik mikro sertlik ve elastite modülü değerlerinin azaldığı tespit edildi.

12-) Sinterleme sürecinde uygulanan Ar gazı basıncı arttıkça dinamik mikro sertlik ve elastite modülü değerlerinin arttığı tespit edildi.

5. ÖNERİLER

Sinterleme sıcaklığının külçe MgB_2 örnekleri üzerine etkisi 800-1000°C sıcaklık aralığında incelendi. 800 °C den küçük sıcaklıklarda ve özellikle magnezyumun erime sıcaklığından daha düşük sıcaklıklarda sinterleme yapılarak örnek üzerindeki etkileri araştırılabilir.

Bu çalışmada sinterleme süresinin külçe MgB_2 örneği üzerine etkisini incelemek için 20dak ile 180dak arasında değişen sinterleme süreleri seçildi. Artan sinterleme süresinin süperiletken yapıyı iyileştirdiği görüldü. İzleyen çalışmalarda 180 dak dan daha uzun sürelerde sinterleme işlemi yapılarak iyileşmenin hangi süreye kadar devam edeceği araştırılabilir.

Sıcaklık ve zaman serisi örnekleri üretilirken sinterleme işlemi 8 bar Ar basıncında gerçekleştirildi. Daha yüksek gaz basıncına izin veren kapalı sistemler geliştirilerek yüksek gaz basıncının MgB_2 örnekleri üzerine etkisi araştırılabilir.

Bu çalışmada MgB_2 örneklerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı M-T eğrilerinden belirlendi. İzleyen çalışmalarda geçiş sıcaklığını belirlemek için direnç ölçümleri yapılabilir.

6. KAYNAKLAR

- Çelik, Ş., 2006. $(Y_{1-x}Yb_{x/2}Gd_{x/2})Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ve $(Yb_{1-x}Gd_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ Süperiletkenlerinin Yapısal ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü. Fen-Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- S.X. Dou, X.L. Wang, J. Horvat, D. Milliken, A.H. Li, K. Konstantinov, E. Collings, M.D. Sumption, H.K. Liu, 2001. Flux Jumping and a Bulk-to-Granular Transition in the Magnetization of a Compacted and Sintered MgB_2 Superconductor, Physica C, 361, 79-83
- Y. Feng, G. Yan, Y. Zhao, C. Liu, B.Q. Fu, L. Zhou, L.Z. Cao, K.Q. Ruan, 2003. Superconducting Properties of MgB_2 Wires and Tapes with Different Metal Sheaths, Physica C, 368, 598-602
- Y. Zhao, Y. Feng, D.X. Huang, T. Machi, C.H. Cheng, K. Nakao, N. Chikumoto, Y. Fudamoto, N. Koshizuka, 2002. Doping Effect of Zr and Ti on the Critical Current Density of MgB_2 Bulk Superconductors Prepared Under Ambient Pressure, Physica C, 378-381, 122-126
- Zhu, Wu, Volkov, Li, 2001. Microstructure and Structural Defects in MgB_2 Superconductor, Physica C, 356, 239-253
- Cristina Buzea and Tsutomu Yamashita, 2001. Review of Superconducting Properties of MgB_2 , Topical Review
- D.G. Hinks, J.D. Jorgensen, H. Zheng, S. Short, 2002. Synthesis and Stoichiometry of MgB_2 , Physica C, 382, 166-176
- Chen, Glowacki, 2006. The Influence of Unidirectional Copper Alloying on the Critical Current Density of MgB_2 , Supercond. Sci. Technol., 19, 116-121
- A.D. Caplin, Y. Bugoslavsky, L.F. Cohen, G.K. Perkins, 2004. The Current-Voltage Relationship in Crystals and Conductors, Physica C, 401, 1-6
- Yanwei Ma, Xianping Zhang and G. Nishijima, K. Watanabe and S. Awaji, 2006. Applied Physics Letters, 88, 072502
- G.J. Xu, R. Pinholt, J. Grivel, A.B. Abrahamsen, N. H. Andersen, 2006. Effect of Starting Composition and Annealing Temperature on Irreversibility Field and Critical Current Density in Mg_xB_2 , Physica C, 434, 67-70
- A. Yamamoto, J. Shimoyama, S. Ueda, Y. Katsura, S. Horri, K. Kishio, 2005. Improved Critical Current Properties Observed in MgB_2 Bulks Synthesized by Low-temperature Solid-state Reaction, Supercond. Sci. Technol., 18, 116-121

- I. Shigeta, T. Abiru, K. Abe, A. Nishida, Y. Matsumoto, 2003. Temperature and Field Dependence of T. Magnetization of MgB₂ Polycrystals, Physica C, 392-396, 359-363
- Jan Mucha, Marek Pekala, J. Syzdlowska, W. Gadomski, Jun Akimitsu, 2003. Magnetotransport Study of MgB₂ Superconductor, Supercond. Sci. Technol., 16, 1167-1172
- Prikhna, Gawalek, Savchuk, 2003. High Pressure Synthesis of a Bulk Superconductive MgB₂-based Material, Physica C, 386, 565-568
- Asthana, Shekhar, Giri, 2003. Improved Superconducting Properties of MgB₂ Bulk Materials Prepared by Sintering, Journal of Physics, 36, 2165-2169
- K. Przybylski, L. Stobierski, J. Chmista, A. Kolodziejczyk, 2003. Synthesis and Properties of MgB₂ Obtained by SHS Method, Physica C, 387, 148-152
- S. Balamurugan, T. Nakamura, K. Osamura, I. Muta, T. Hoshino, 2004. Structural and Superconducting Properties of PIT Processed Sintered MgB₂/Fe Wires, Physica C, 412-414, 1184-1188
- B.A Glowacki, M Majoros, M Vickers, J E Evetts, Y Shi and McDougall, 2001. Superconductivity of Powder-in-tube MgB₂ Wires, Supercond. Sci. Technol., 14, 193-199
- U.Kölemen, O.Uzun, M.Yılmazlar, N.Güçlü, E.Yanmaz, 2005. Hardness and Microstructure Analysis of Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y Polycrystalline Superconductors, Alloys And Compounds
- U.Kölemen, O.Uzun, M.A.Aksan, N.Güçlü, E.Yakıncı, 2005. An Analysis of Load-depth Data in Depth-sensing Microindentation Experiments for Intermetallic MgB₂, Alloys And Compounds
- Kittel C., 1996. Introduction to Solid State Physics, 7th Edition, New York
- Akimitsu J, 2001. Symposium on Transition Metal Oxides, Sendai, Japan
- S. Shimura, T. Machi, M. Murakami, N. Koshizuka, K. Mochizuki, I. Ishikawa, N. Shibata, 2004. Copper Sheath MgB₂ Wires Fabricated by an In Situ PIT Method, Physica C, 412-414, 1179-1183
- T.A. Prikhna, W. Gawalek, Ya. M. Savchuk, V.E. Moshchil, N.V. Sergienko, T. Habisreuther, M. Wendt, 2004. High-Pressure Synthesis of MgB₂ with Addition of Ti, Physica C, 402, 223-233
- B.A. Glowacki, M. Majoros, M. Eisterer, S. Toenies, H.W. Weber, 2003. MgB₂ Superconductors for Application, Physica C, 387, 153-161
- Jing-qin Shen, Ming-hu Fang, Yi Zheng, Hong-tao Wang, Yi Lu, Zhu-an Xu, 2003. Study of High Temperature Resistivity and Thermal Stability of Superconductor MgB₂, Physica C, 386, 663-666

- Morawski, Lada, Przybylski, 2003. High Gas Pressure Treatment of MgB_2 Material, Physica C, 387, 143-147
- S. Sen, D. Aswal, A. Sing, 2002. Preparation and Characterization of MgB_2 Superconductor, Journal of Physics, 867-870
- R. Bruce King, 2002. The Similarities Between Magnesium Diboride and Cuprate Superconductors and the Role of Subvalent Magnesium, Polyhedron, 21, 2347-2350
- Feng, Y., Zhou, L., Wen, J.G., Koshizuka, N., Sulpice, A., Tholence, J.L., Vallier, J.C. ve Monceau, P., 1998. Fishtail Effect, Magnetic Properties and Critical Current Density of Gd-Added PMP YBCO, Physica C, 297, 75-84
- C. Liu, G. Yan, S. Du, W. Xi, Y. Feng, P.X. Zhang, X.Z. Wu, 2003, Effect of Heat-Treatment Temperatures on Density and Porosity in MgB_2 Superconductor, Physica C 386, 603-606
- S. Agrestini, C. Metallo, M. Filippi, G. Campi, C. Sanipili, S. De Negri, 2004. Sc Doping of MgB_2 : The Structural and Electronic Properties of $Mg_{1-x}Sc_xB_2$, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 65, 1479, 1484
- M. Maple, B. Taylor, S. Li, N. Frederick, 2003. Vortex- and Bragg-Glass in Bulk MgB_2 , Physica C 387, 131-136
- T. Savaşkan, Malzeme bilgisi ve Muayenesi , Derya Kitabevi, Kardeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, 1999
- Rose-Innes, A.C. ve Rhoderick, E.H., 1980. Introduction to Superconductivity, İkinci baskı, Pergamon Press Ltd., England
- Cullity B.D. "Introduction to Magnetic Materials", Univ. of Notre Dame, 1972
- Çelebi, S., Öztürk, A., Yanmaz, E. ve Kopya, A.İ., 2000. Determination of the Material Parameters of a Melt-Textured YBCO Superconductor by DC Magnetization Analysis, J. Alloy and Compounds, 298, 285-290
- Çevik, U., 1998. Demir ve Kobalt Difüzyonunun $YBa_2Cu_3O_7$ Süperiletkeninin Yapısal ve Süperiletken Özellikleri Üzerine Etkisi, Doktora Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon
- Sneddon, I.N., 1965, Int. Eng. Sci., 3, 47-57
- P. Franck, J. Jung, M. Abdelhadi, 2003. Persistent Supercurrents in MgB_2 , Physica C 388-389, 151-152
- K. Lee, H. Kang, J. Mean, M. Lee, B. Cho, Penetration Depth and H_{c2} Anisotropy of MgB_2 by ^{11}B NMR, Journal of Magnetism and Magnetic Materials
- R. Flükiger, H. Suo, N. Musolino, C. Beneduce, 2003. Superconducting Properties of MgB_2 Tapes and Wires, Physica C 385, 286-305

- Çelebi, 2004. II.tip Süperiletkenlerde Pinning Mekanizması ve Girdap Dinamiği, 11. Yoğun Madde Fiziği Ankara Toplantısı, Ankara, Özet Kitapçığı, Ç01, 10
- S. M. Kazakov, M. Angst, J. Karpinski, I.M. Fita, 2001. Substitution Effect of Zn and Cu in MgB_2 on T_c and Structure, Solid State Communications 119, 1-5
- Campbell, A.M. ve Evetts, J.E., 1972. Flux Vortices and Transport Currents in Typ II Superconductors, Advances in Physics, 21, 90, 199-428
- Baker, S. P., ve Burnham, N. 2000. Measuring Mechanical Properties in the Nanometer Range. In Materials Research Society- Tutorial, Boston.
- Cripps-Fischer, A. C. 2001. Study of analysis methods of depth-sensing indentation test data for spherical indenters. Journal of Materials Research, 16 (6), 1579-1584.
- Franco, A. R., Pintaúde G., Sinatora, A., Pinedo, C. E., Tschiptschin, A. P.,2004. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and vickers hardness. Materials Research, 7 (3), 483–491.
- Oliver, W. C., Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J. Mater. Res, 7 (6), 1564–1583.
- Sneddon, I. N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. International Journal of Science Engineering, 3, 47-57.

ÖZGEÇMİŞ

21 Mart 1975 yılında Trabzon'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Trabzon'da tamamladı. 1991 yılında, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fatih Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği Bölümü'nde başladığı lisans eğitimi programından 1995 yılında mezun oldu. Eylül 1995- Eylül 1996 tarihleri arasında Van İli Lütfiye Binnaz Saçlı İlköğretim Okulu'nda fen bilgisi öğretmeni olarak görev yaptı. Eylül 1996 yılında Trabzon ili Yomra İlçesi Özdil Çok Programlı Lisesine fizik öğretmeni olarak tayin oldu. Aynı yıl Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Eğitimi Anabilim Dalı'nda yüksek lisansa başladı. 1999 yılında Pelitli Lisesine tayin oldu. 30.03.2000 tarihinde yüksek lisansını tamamladı. 2000 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda doktora yapmaktadır. 2001 yılından itibaren Trabzon İli Kanuni Anadolu Lisesine fizik öğretmeni olarak çalışan Burcu Savaşkan evli olup, İngilizce bilmektedir.