

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

**FARKLI ALTLIKLAR ÜZERİNE ÇÖKELTİLMİŞ FERROMANYETİK
ÇİVİLEME MERKEZLERİ TAŞIYAN MgB₂ İNCE FİLMLEİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

Ezgi TAYLAN KOPARAN

KASIM 2012
TRABZON

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

FARKLI ALTLIKLAR ÜZERİNE ÇÖKELTİLMİŞ FERROMANYETİK
ÇİVİLEME MERKEZLERİ TAŞIYAN MgB₂ İNCE FİLMLEİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU

Ezgi TAYLAN KOPARAN

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"DOKTOR (FİZİK)"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 15.10.2012
Tezin Savunma Tarihi : 30.11.2012

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

Trabzon 2012

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Ana Bilim Dalında

Ezgi TAYLAN KOPARAN Tarafından Hazırlanan

FARKLI ALTLIKLAR ÜZERİNE ÇÖKELTİLMİŞ FERROMANYETİK
ÇİVİLEME MERKEZLERİ TAŞIYAN MgB₂ İNCE FİLMLEİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 16 / 10 / 2012 gün ve 1478 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
DOKTORA TEZİ
olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ



Üye : Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ



Üye : Prof. Dr. Anatolie SIDORENKO



Üye : Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU



Üye : Doç. Dr. Kemal ÖZTÜRK



Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Doktora tez çalışmam boyunca bana her konuda yol gösteren, bilgi ve birikimlerini içtenlikle paylaşan ve bana çok emek veren değerli hocam ve danışmanım Sayın Prof. Dr. Ekrem YANMAZ'a,

Moldova'da, Moldova Bilimler Akademisi, Elektronik Mühendisliği ve Endüstriyel Teknolojileri Enstitüsü'nde bulunduğum süre içerisinde bana her konuda yardımcı olan ve laboratuvarını açan Sayın Prof. Dr. Anatoli SIDORENKO'ya ve laboratuvarında bana yardımcı olan Andrey SURDU'ya, Dr. Adnan AWAWDEH'e ve Dr. Elena SCUTELNIC'e,

Çalışmalarım sırasında görüş ve yardımlarını esirgemeyen Fizik Bölümü'ndeki çok değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ'a, Doç. Dr. Kemal ÖZTÜRK'e, Doç. Dr. Ali ÖZTÜRK'e ve değerli arkadaşlarım Arş. Gör. Salih YILMAZ'a, Arş. Gör. Mehmet BAŞOĞLU'na, Arş. Gör. Dr. İsmail POLAT'a ve Arş. Gör. Bakiye ÇAKIR'a,

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ölçümü almamı sağlayan Gazi Üniversitesi Fizik Bölümü'nden değerli hocam Sayın Prof. Dr. Süleyman ÖZÇELİK'e ve AFM analizlerini yapan Kürşad Kızılkaya'ya,

Yurt dışında tezime ilgili inceleme ve araştırma yapmak üzere burs imkânı sağlayan Yüksek Öğretim Kurumu'na,

Maddi ve manevi destekleriyle bu günlere gelmemi sağlayan anneme, babama ve anneanneme, tez süresince sabırla her konuda destek olan sevgili eşim Timur KOPARAN'a ve en büyük moral kaynağım biricik oğlum Tolga KOPARAN'a

Teşekkür ederim.

Bu çalışma 2010.111.001.2 nolu Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) birimince desteklenmiştir.

Ezgi TAYLAN KOPARAN

Trabzon 2012

TEZ BEYANNAMESİ

Doktora Tezi olarak sunduđum “Farklı Altlıklar Üzerine Çökeltilmiş Ferromanyetik Çivileme Merkezleri Taşıyan MgB₂ İnce Filmlerin Üretimi ve Karakterizasyonu” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Ekrem YANMAZ'ın sorumluluğunda tamamladığımı, deneyleri ve analizleri ilgili laboratuarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.
15/10/2012

Ezgi TAYLAN KOPARAN

İÇİNDEKİLER

Sayfa No:

ÖNSÖZ.....	III
TEZ BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET.....	VIII
SUMMARY.....	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIV
SEMBOLLER DİZİNİ.....	XV
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. MgB ₂ Süperiletken Sistemi.....	7
1.2.1. MgB ₂ Süperiletkeninin Kristal Yapısı.....	7
1.2.2. MgB ₂ Süperiletkeninin Band Yapısı ve Fermi Yüzeyi.....	8
1.2.3. MgB ₂ Süperiletkeninin Geçiş Sıcaklığı.....	11
1.2.4. MgB ₂ Fazının Oluşumu ve Kararlılığı.....	13
1.2.5. MgB ₂ Sisteminde İzotop Etkisi.....	18
1.2.6. MgB ₂ Sisteminde Anizotropi.....	19
1.2.7. MgB ₂ Sisteminde Koherens (Uyum) Uzunluğu.....	20
1.2.8. MgB ₂ Sisteminde Zayıf Bağın Yokluğu.....	21
1.2.9. MgB ₂ Sisteminin Temel Parametreleri.....	22
1.3. İnce Film Kaplama Teknikleri.....	24
1.3.1. Fiziksel Buharda Çökeltme (PVD).....	24
1.3.1.1. Manyetron Püskürtme.....	25
1.3.1.1.1. Püskürtme Parametreleri.....	28
1.4. MgB ₂ Filmin Sentezlenmesi.....	29
1.4.1. MgB ₂ Film Sentezleme Yöntemleri.....	29
1.4.1.1. Ek İşlemsiz (as-grown) Film Büyütme Yöntemleri.....	29
1.4.1.2. In-situ ve Ex-situ Tavlama Yöntemleri.....	30
1.4.1.3. Diğer MgB ₂ Film Oluşturma Yöntemleri.....	32
1.4.2. Farklı Hazırlama Yöntemlerine Göre MgB ₂ Filmlerin Mikroyapıları.....	33

1.5.	MgB ₂ Film İçin Altlık Seçimi	34
1.6.	MgB ₂ Filimlerin Uygulama Alanları	37
1.6.1.	MgB ₂ Josephson Eklemleri ve Aygıtlar	37
1.6.2.	RF Boşlukları İçin MgB ₂ Filmler	38
1.7.	Literatür Özeti	39
1.7.1.	MgB ₂ Süperiletken Sistemine Yapılan Katkılamalar	39
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	43
2.1.	Altlıkların Hazırlanması	43
2.2.	Püskürtülen Hedef Malzeme (Target)	43
2.3.	Manyetron Püskürtme Sistemi	44
2.4.	Tavlama Adımı	46
2.5.	Örneklerin Nanopartikül ile Kaplanması.....	48
2.6.	Yapılan Ölçümler	49
2.6.1.	X-Işını Kırınım Analizi	49
2.6.2.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri	50
2.6.3.	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Ölçümleri	51
2.6.4.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümü.....	53
2.6.5.	Manyetizasyon Ölçümleri	54
2.6.6.	AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri	57
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	58
3.1.	Giriş	58
3.2.	MgB ₂ İnce Filmlerin Yapısal Özellikleri	59
3.2.1.	X-Işını Kırınım Desenleri	59
3.2.2.	Metalografik Analiz.....	61
3.2.3.	Atomik Kuvvet Mikroskobu Analizi.....	65
3.3.	MgB ₂ İnce Filmlerin Fiziksel Özellikleri	67
3.3.1.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	67
3.3.1.1.	MgB ₂ İnce Filmlerin Üst Kritik Manyetik Alan (H _{c2}) Değerlerinin ve Mikroskobik Parametrelerinin Belirlenmesi.....	73
3.3.1.2.	MgB ₂ İnce Filmlerin Aktivasyon Enerjilerinin Belirlenmesi.....	76
3.3.2.	Uygulanan Alanın Fonksiyonu Olarak Manyetizasyon Ölçümleri	80
3.3.3.	Kritik Akım Yoğunluğu Hesapları	86
3.3.4.	Çivileme Kuvvet Yoğunluğu Hesapları	95
3.3.5.	Sıcaklığın Fonksiyonu Olarak Manyetizasyon Ölçümleri	100
3.3.6.	AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri	103

4.	SONUÇLAR.....	107
5.	ÖNERİLER	113
6.	KAYNAKLAR.....	114

ÖZGEÇMİŞ

Doktora Tezi

ÖZET

FARKLI ALTLIKLAR ÜZERİNE ÇÖKELTİLMİŞ FERROMANYETİK ÇİVİLEME
MERKEZLERİ TAŞIYAN MgB₂ İNCE FİMLERİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU

Ezgi TAYLAN KOPARAN

Karadeniz Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

2012, 128 Sayfa

Bu çalışmada, yaklaşık 600 nm kalınlıklı MgB₂ ince filmler “iki-adım” sentezleme tekniği kullanılarak MgO (100) and r-plane Al₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02) altlıklar üzerine çökeltildi. İlk olarak, altlıklar üzerine borun çökertilmesi rf manyetron püskürtme ile gerçekleştirildi ve bu aşamayı 850 °C’de magnezyum buharında tavlama takip etti. Filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerinde Fe₂O₃ nanopartiküllerin etkisini araştırmak için, MgB₂ filmler döndürmeli kaplama yöntemiyle Fe₂O₃ nanopartiküllerinin farklı konsantrasyonlarıyla kaplandı. Elde edilmiş filmlerin süperiletken özellikleri üzerinde ferromanyetik Fe₂O₃ nanopartiküllerinin farklı konsantrasyonlarının etkisi, yapısal (XRD, SEM, AFM), elektriksel (R-T) ve manyetizasyon (M-H, M-T ve AC Alınganlık) ölçümleri yapılarak incelendi. Her iki altlık için, anizotropi katsayıları yaklaşık $\gamma=1,2$ ve koherens uzunlukları yaklaşık $\xi_{ab} \cong 5$ nm hesaplandı. Koherens uzunluğunun bir sonucu olarak, Fe₂O₃ nanopartiküllerinin yaklaşık çapının 10 nm olması gerektiği bulundu. Bu sonuç, Fe₂O₃ nanopartiküllerinin çivileme merkezleri olarak görev yaptığını belirledi. Bu çalışmadan elde edilen verilere dayanarak, kaplanmış filmlerde Fe₂O₃ nanopartikülleri tarafından oluşturulmuş yapay çivileme merkezlerinin varlığı görüldü. Bütün sonuçlar, MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmlerin r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş filmlerden daha iyi süperiletken özellik sergilediğini gösterdi.

Anahtar Kelimeler: MgB₂ ince film, MgO altlık, r-düzlem Al₂O₃ altlık, Fe₂O₃ nanopartikülleri, Kritik akım yoğunluğu, Üst kritik manyetik alan, Koherens uzunluğu, Aktivasyon enerjisi.

PhD. Thesis

SUMMARY

THE FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF MgB₂ THIN FILMS
CARRYING FERROMAGNETIC PINNING CENTERS DEPOSITED ON DIFFERENT
SUBSTRATES

Ezgi TAYLAN KOPARAN

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Physics Graduate Program
Supervisor: Prof. Ekrem YANMAZ
2012, 128 Pages

In this study, MgB₂ thin films with a thickness of about 600 nm were deposited on the MgO (100) and r-plane Al₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02) substrates using a “two-step” synthesis technique. Firstly, deposition of boron was performed by rf magnetron sputtering on substrates and followed by a post deposition annealing at 850 °C in magnesium vapour. In order to investigate the effect of Fe₂O₃ nanoparticles on the structural and magnetic properties of films, MgB₂ films were coated with different concentrations of Fe₂O₃ nanoparticles by a spin coating process. The effects of different concentrations of ferromagnetic Fe₂O₃ nanoparticles on superconducting properties of obtained films were carried out by using structural (XRD, SEM, AFM), electrical (R-T) and magnetization (M-H, M-T and AC Susceptibility) measurements. It was calculated that anisotropic coefficients were about $\gamma = 1.2$ and coherence lengths of $\xi_{ab} \cong 5$ nm for the uncoated films on both substrates. As a result of coherence length, the appropriate diameters of Fe₂O₃ nanoparticles were found to be 10 nm, indicating that these nanoparticles served as the pinning centers. Based on the data obtained from this study, it can be said that the coated films indicated the presence of artificial pinning centers created by Fe₂O₃ nanoparticles. All the results demonstrated that the films deposited on MgO substrates exhibited better superconducting properties than that of films deposited on r-plane Al₂O₃ substrates.

Key Words: MgB₂ thin film, MgO substrate, r-plane Al₂O₃ substrate, Fe₂O₃ nanoparticles, Critical current density, The upper critical magnetic field, Coherence length, Activation energy.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1. 1.	Süperiletkenliğin keşfinden günümüze kadar kritik sıcaklığın yıllara göre değişimi (Li, 2010).	4
Şekil 1. 2.	Mg'nin hegzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi B tabakaları içeren MgB ₂ 'ın kristal yapısı (Buzea ve Yamashita, 2001).	8
Şekil 1.3.	(a) MgB ₂ 'nin kristal yapısı üzerinde, σ (tabaka içi bağ) ve π (tabaka arası bağ) bağlarının gösterilmesi (Schober vd., 2002). (b) Bu bandlarla ilişkili elektron yoğunluğu geometrisinin şematik gösterimi (Canfield ve Crabtree, 2003(a); Canfield ve Bud'ko, 2005).	9
Şekil 1.4.	(a) 4K'de Fermi yüzeyindeki MgB ₂ 'nin süperiletken enerji aralığı; (b) 4K'deki enerji aralığı değerlerinin dağılımı (Choi vd., 2002).	11
Şekil 1.5.	MgB ₂ 'nin Fermi seviyesindeki B atomlarının titreşim kipi (Choi vd., 2002)..	13
Şekil 1.6.	(a) 1 atm, (b) 1 Torr ve (c) 1 mTorr basınç altında Mg-B sisteminin sıcaklık-kompozisyon faz diyagramları (Liu vd., 2001).	15
Şekil 1.7.	850 °C'de Mg-B sisteminin basınç-kompozisyon faz diyagramı (Liu vd., 2001).	15
Şekil 1.8.	$x_{Mg}/x_B \geq 1/2$, Mg:B atomik oranı için basınç-sıcaklık faz diyagramı. MgB ₂ ince filmler çökeltmek için Gaz+MgB ₂ bölgesi termodinamik kararlılık penceresini gösterir (Liu vd., 2001).	17
Şekil 1.9.	MgB ₂ sisteminde izotopların T _c üzerindeki etkisi (Buzea ve Yamashita, 2001).	19
Şekil 1.10.	Kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlılığı. Veriler, Kim ve arkadaşları (2001(b)) tarafından direnç ve manyetik ölçümlerden alındı (Buzea ve Yamashita, 2001).	22
Şekil 1.11.	Fiziksel buharda çökeltme metotlarının şeması	25
Şekil 1.12.	Manyetron püskürtme düzeneğinin şekli	26
Şekil 1.13.	Manyetron püskürtme sürecinin şematik gösterimi (URL-3, 2012).	27
Şekil 2.1.	Deneyde hedef malzeme olarak kullanılan amorf borun resmi	44
Şekil 2.2.	LEYBOLD Z400 marka manyetron püskürtme sistemi	45
Şekil 2.3.	rf manyetron püskürtme sisteminin şeması	46
Şekil 2.4.	Mg buharında tavlama için Nb konteynırın şekli: 1) Boşaltılmış kuartz tüp, 2) Nb silindir, 3) Nb piston (plunger), 4) Mg metal parçaları, 5) Altlık üzerine Bor filmi çökeltilmiş örnek	47
Şekil 2.5.	%99,992 saflıkta Mg metal parçaları	48
Şekil 2.6.	MgB ₂ filmler için ex-situ büyüme sürecinin şeması.	48

Şekil 2.7.	Rigaku D/Max-IIIIC marka x-ışını difraktometresi.....	49
Şekil 2.8.	Zeiss Evo LS-10 marka taramalı elektron mikroskobu	50
Şekil 2.9.	Atomik kuvvet mikroskobunun blok diyagramı (URL-4, 2012).....	52
Şekil 2.10.	Omicron marka atomik kuvvet mikroskobu	52
Şekil 2.11.	Dört nokta direnç ölçümleri için ultrasonik yapıştırma ile 20 µm çaplı alüminyum teller bağlanmış örnek	53
Şekil 2.12.	8T süperiletken selonoidli Sumitomo F-50 kapalı döngü ^4He soğutucusu	54
Şekil 2.13.	Quantum Design PPMS sistemi.....	56
Şekil 2.14.	PPMS sistemindeki VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (URL-5, 2012).	56
Şekil 3.1.	Tek kristal MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin x-ışını kırınım deseni	60
Şekil 3.2.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin x-ışını kırınım deseni	60
Şekil 3.3.	MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin SEM görüntüsü.....	62
Şekil 3.4.	MgO altlık üzerine çökeltilmiş, %33 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü	63
Şekil 3.5.	MgO altlık üzerine çökeltilmiş, %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü	63
Şekil 3.6.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin SEM görüntüsü ...	64
Şekil 3.7.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü	64
Şekil 3.8.	MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin 3D AFM görüntüsü	65
Şekil 3.9.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, (a) saf MgB_2 filmin, (b) %25 konsantrasyonda Fe_2O_3 , (c) %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 , (d) %100 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözeltiler ile kaplanmış MgB_2 filmlerin 3D AFM görüntüleri	66
Şekil 3.10.	MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin ab-düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış $H=0$ kOe - 70 kOe manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimleri	70
Şekil 3.11.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin ab-düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış $H=0$ kOe - 7 kOe manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimleri	72
Şekil 3.12.	MgO tek kristal altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişimi.....	75
Şekil 3.13.	r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişimi.....	75

Şekil 3.14. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri	78
Şekil 3.15. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri	78
Şekil 3.16. r-düzlem Al ₂ O ₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri	79
Şekil 3.17. r-düzlem Al ₂ O ₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri	79
Şekil 3.18. MgO ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmlerin (a) T=5 K, (b) T=15 K ve (c) T=25 K' de ölçülen M-H eğrileri	83
Şekil 3.19. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin (a) T=5 K, (b) T=15 K ve (c) T=25 K' de ölçülen M-H eğrileri	84
Şekil 3.20. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin (a) T=5 K, (b) T=15 K ve (c) T=25 K' de ölçülen M-H eğrileri	85
Şekil 3.21. MgO ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmlerin T=5 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	91
Şekil 3.22. MgO ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmlerin T=15 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	91
Şekil 3.23. MgO ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmlerin T=25 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	92
Şekil 3.24. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin T=5 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	92
Şekil 3.25. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin T=15 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	93
Şekil 3.26. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin T=25 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	93
Şekil 3.27. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin T=5 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	94
Şekil 3.28. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin T=15 K' deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	94

Şekil 3.29. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=25$ K'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi	95
Şekil 3.30. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5$ K, (b) 15 K ve (c) 25K'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağlılığı	98
Şekil 3.31. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5$ K, (b) 15 K ve (c) 25K'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağlılığı	99
Şekil 3.32. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri.....	102
Şekil 3.33. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri	102
Şekil 3.34. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri	103
Şekil 3.35. MgO ve Al_2O_3 altlıklara üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $H_{ac} = 3$ Oe (rms)'te ve $f=1$ kHz'de $T=20-45$ K sıcaklık aralığındaki AC alınganlık ölçümleri	106
Şekil 3.36. $H_{ac} = 3$ Oe (rms)'te ve $f=1$ kHz'de sıcaklığın fonksiyonu olarak MgO ve Al_2O_3 altlıklara üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin tanelerarası kritik akım yoğunluğu ($J_{c, inter}$).....	106

TABLolar DİZİNİ

Sayfa No:

Tablo 1.1. MgB ₂ 'nin süperiletkenlik parametrelerinin listesi (Buzea ve Yamashita, 2001).	23
Tablo 1.2. MgB ₂ ve birkaç yaygın kullanılan altlığın kristal yapıları ve örgü sabitleri (Naito ve Ueda, 2004).	36
Tablo 1.3. Çeşitli altlıklarla Mg buharının reaksiyonu. Hesaplanmış reaksiyonlar yaklaşık 830-1250°C sıcaklıktadır. S2 orta sıcaklığı belirtiyor (930-1050°C sıcaklıktaki yapı) ve S3 yüksek sıcaklık yapısını belirtiyor (1050°C 'den daha yüksek sıcaklıklardaki yapı) (Liu vd., 2003).	37
Tablo 2.1. Konsantrasyon yüzdeleri ile çözelti damlası ve H ₂ O damlasının ilişkisi	49
Tablo 3.1. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin ab- düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış, farklı manyetik alanlara bağlı olarak T _c , başlangıç, T _{c, sıfır} kritik sıcaklık ve ΔT _c geçiş aralık değerleri	70
Tablo 3.2. r-düzlem Al ₂ O ₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmin ab- düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış, farklı manyetik alanlara bağlı olarak T _c , başlangıç, T _{c, sıfır} kritik sıcaklık ve ΔT _c geçiş aralık değerleri	72
Tablo 3.3. MgO ve r-düzlem Al ₂ O ₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB ₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu değerleri	87
Tablo 3.4. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklığı değerleri	89
Tablo 3.5. Farklı konsantrasyonlarda Fe ₂ O ₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al ₂ O ₃ altlıklar üzerine MgB ₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklığı değerleri	90

SEMBOLLER DİZİNİ

a, b, c	: Örgü parametreleri
AC	: Alternatif akım
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
B	: Numune içindeki indüksiyon (manyetik akı yoğunluğu)
DC	: Doğru akım
E	: Elektrik alan
F_p	: Akı çivileme kuvveti
$f_p(b)$: Çivileme kuvveti yoğunluğunun
H	: Dış manyetik alan
H_a	: Uygulanan manyetik alan
H_{c2}	: II. tip süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan
$H_{c2//ab}(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki ab-düzlemine paralel üst kritik manyetik alan
$H_{c2//c}(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki ab-düzlemine dik olan üst kritik manyetik alan
H^*	: İlk tam nüfuz alanı
H_{irr}	: Tersinmez manyetik alan
HTS	: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri
J	: Akım yoğunluğu
J_c	: Kritik akım yoğunluğu
K	: Kelvin
k_B	: Boltzman sabiti
M	: Manyetizasyon
PPMS	: Fiziksel özellik ölçüm sistemi
R	: Direnç
RF	: Radyo frekansı
RMS	: Kare ortalama kök
RRR	: Artık direnç oranı
SQUID	: Süperiletken kuantum girişim cihazı
T	: Sıcaklık
T_c	: Kritik geçiş sıcaklığı

ΔT_c	: Süperiletkenliğe geçişteki sıcaklık aralığının genişlediği
TAFF	: Termal olarak uyarılmış akı akışı
U_0	: Aktivasyon enerjisi
V	: İki elektron arasındaki çekici potansiyel
VSM	: Titreşim örneklemeli manyetometre
ZFC	: Manyetik alan yokken soğutma
Φ_0	: Akı kuantumu
ZFC	: Manyetik alan yokken soğutma
ρ	: Özdirenç
χ	: Manyetik Alınganlık
χ'	: Manyetik alınganlığın gerçel bileşeni
χ''	: Manyetik alınganlığın sanal bileşeni
ξ	: Koherens (uyum) uzunluğu
$\xi_{ab}(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki ab-düzlemi boyunca koherens uzunluğu
$\xi_c(0)$: Mutlak sıfır sıcaklığındaki c-ekseni boyunca koherens uzunluğu
γ	: Anizotropi değeri
α	: İzotop katsayısı

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Nobel Fizik Ödülü'ne bugüne kadar yedi kez konu olan asırlık buluş süperiletkenlik, günümüzde maddenin bilinen en küçük yapı taşları kuarklardan, evrenin ilgi çekici cisimleri nötron yıldızlarına kadar, fiziğin çok farklı dallarında uygulama alanı buldu. Bugüne kadar süperiletkenlik alanında verilmiş olan Nobel Fizik Ödülleri (Gedik, 2011):

- 1913'te, "Maddenin, sıvı helyumun üretilmesini de sağlayan, çok düşük sıcaklıklardaki özellikleri üzerine çalışmaları nedeniyle" Heike Kamerlingh Onnes'e,
- 1972'de, "BCS kuramı adıyla anılan süperiletkenlik kuramını ortaklaşa geliştirmeleri nedeniyle" John Bardeen, Leon Neil Cooper, John Robert Schrieffer'a,
- 1973'te, "Yarıiletken ve süperiletkenlerde tünelleme olaylarıyla ilgili deneysel keşifleri nedeniyle" Leo Esaki, Ivar Giaever'a ve "Özellikle Josephson etkileri diye bilinen, tünel duvarından geçebilen süperakımın özelliklerini kuramsal olarak tahmin etmesi nedeniyle" Brian David Josephson'a,
- 1975'te, "Atom çekirdeğinde, toplu hareketle parçacık hareketi arasındaki ilişkiyi keşfetmeleri ve bu ilişki üzerine atom çekirdeğinin yapısı kuramını geliştirmeleri nedeniyle" Aage Niels Bohr, Ben Roy Mottelson, Leo James Rainwater'a,
- 1987'de, "Çığır açan, seramik malzemelerde süperiletkenliğin keşfi nedeniyle" J. Georg Bednorz, K. Alexander Müller'e,
- 1996'da, "Helyum-3'te süperakışkanlığı keşfetmeleri nedeniyle" David M. Lee, Douglas D. Osheroff, Robert C. Richardson'a,
- 2003'te, "Süperiletkenlik ve süperakışkanlık kuramlarına yön verici katkıları nedeniyle" Alexei A. Abrikosov, Vitaly L. Ginzburg, Anthony J. Leggett'a verildi.

Düşük sıcaklık süperiletkenler tarihi, 1908'de Hollanda'nın Leiden Üniversitesinde Heike Kammerling Onnes'in kaynama sıcaklığı 4,2 K olan helyumu sıvılaştırması ile başlamıştır. Üç yıl sonra 1911'de Onnes ve öğrencisi olan Gilles Holst metalik cıvanın kritik sıcaklık (T_c) denilen belirli bir sıcaklığın altında soğutulduğunda elektriksel

direncinin aniden ölçülemeyecek kadar küçük bir değere düştüğünü gözlemlediler (Onnes, 1911). Bu yeni olay, süperiletken olarak adlandırıldı. Böylelikle süperiletkenliğin ilk tanımı, belli bir sıcaklığın altında malzemenin direnç göstermemesi olarak yapıldı. Direncin yok olduğu sıcaklık, kritik sıcaklık (T_c) olarak adlandırıldı.

Süperiletkenliğin keşfinden sonra bu alanda çalışmalar yoğunluk kazandı. 1933'te Walther Meissner ve Robert Ochsenfeld manyetik alan altında bir süperiletken numunenin dışarıdan uygulanan alanı dışarladığını buldular (Meissner ve Ochsenfeld, 1933). Bu olay mükemmel diyamanyetizmaya bir örnektir ve Meissner Olayı olarak adlandırılan süperiletkenliğin diğer önemli özelliğidir.

Bundan sonrada hem teorik hem de deneysel çalışmalar daha da hız kazandı ve önemli buluşlar ortaya atıldı. Süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk makroskobik teori London teorisidir. 1935'te Heinz ve Fritz London kardeşler, süperiletkenliğin temel özelliği olan diyamanyetizma ve sıfır direnç özelliğini Maxwell denklemlerine dayandırarak açıkladılar. Manyetik akının süperiletken malzemeye girebileceğini ve girme derinliği kavramını ortaya çıkardılar (London ve London, 1935). Süperiletkenliğin ikinci makroskobik teorisi Ginzburg-Landau teorisidir. 1950'de Ginzburg ve Landau, bir düzen parametresi yardımıyla süperiletkenlerin elektrodinamik denklemlerini ortaya koydular (Thinkam, 1996). Bu teori, süperiletkenliğin makroskobik bir kuantum durumu olduğunu ileri sürer.

1957'de Moskova'da Alexei Abrikosov, Ginzburg-Landau teorisini alaşımlara uygulayarak II. tür süperiletkenler için bir model önerdi (Abrikosov, 1957).

Mikroskobik anlamda süperiletkenliğin teorisi 1957'de John Barden, Leon Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından açıklandı (Bardeen vd., 1957). BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin ana teması, iki elektron arasındaki çekici potansiyelin ortaya çıkmasına neden olan zayıf bir elektron-fonon etkileşmesidir. Bunun sonucunda "Cooper Çiftleri" oluşur. Daha sonraki yıllarda Bean, bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun, alınganlık ve manyetizasyon eğrilerinden elde edilebileceğini gösterdi (Bean, 1962).

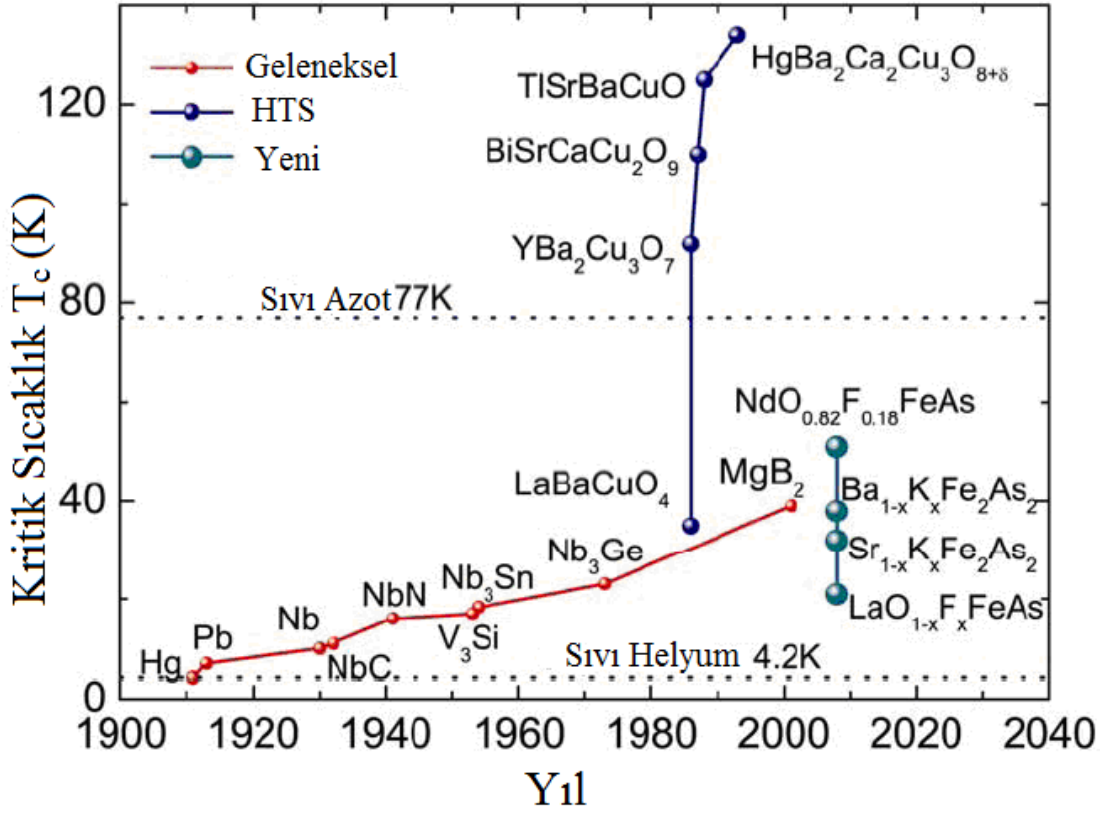
Bir diğer teoriksel gelişme 1962'de Brian D. Josephson tarafından geliştirildi. Josephson, iki süperiletken madde arasında ince yalıtkan bir katmanın varlığında bir elektrik akımının akabileceğini teorik olarak öngördü. Günümüzde Josephson etkisi olarak bilinen bu tünelleme olayı çok düşük manyetik alanların bile ölçülebilmesini sağlayan Süperiletken Kuantum Girişim Cihazlarının (SQUID) temelini oluşturmaktadır.

Süperiletkenlik alanındaki en etkileyici ve konuyu popüler hale getiren gelişme, 1986'da Bednorz ve Müller tarafından yüksek kritik sıcaklıklara sahip seramik malzemelerin bulunmasıdır (Bednorz ve Müller, 1986). İkilinin bulunduğu malzeme La-Ba-Cu-O, aslında çok yüksek bir geçiş sıcaklığına sahip değildi, ama daha yüksek sıcaklıklara sahip (hatta helyum yerine çok daha ucuz olan sıvı azotla soğutma imkanı olan) malzemelere giden yolu açtı. 1987'de de Wu ve arkadaşları, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ seramiğinin 92 K'de süperiletken olduğunu gösterdiler (Wu vd., 1987). Kısa sürede çok daha yüksek T_c değerlerine sahip malzemeler bulundu. Sıvı azot sıcaklığında (77 K) süperiletken olan bileşiklerin elde edilmesiyle dünya çapında birçok bilim adamı bu alanda çalışma yapmaya başladı. Araştırmacılar aynı yıllarda, 110 K geçiş sıcaklığına sahip $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ ile 125 K geçiş sıcaklığına sahip $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ seramik süperiletkenlerini buldular. Günümüzdeki en yüksek geçiş sıcaklığına sahip sistem 1993'de keşfedilen Hg-Ba-Ca-Cu-O olup, geçiş sıcaklığı normal atmosfer altında 133 K ve yüksek basınç altında ise yaklaşık 164 K'dir (Gao vd., 1994).

10 Ocak 2001 tarihinde Japonya'nın Sendai kentinde düzenlenen "Symposium on Transition Metal Oxides" kongresinde, Jun Akimitsu ve ekibi, MgB_2 metal alaşımının 39 K geçiş sıcaklığında süperiletken olduğunu açıkladılar (Akimitsu, 2001; Nagamatsu vd., 2001).

Son olarak 2008'de Hideo Hosono ve grubu, 26 K geçiş sıcaklığında La-O-F-Fe-As sisteminde süperiletkenliği bularak, yeni bir yüksek sıcaklık süperiletken ailesini keşfettiler (Kamihara vd., 2008). Bu ailedeki en yüksek geçiş sıcaklığı ise $\text{Gd}_{1-x}\text{Th}_x\text{FeAsO}$ malzemesinde 56 K olarak gözlemlendi. Şekil 1.1, farklı geçiş sıcaklığına sahip süperiletkenlerin keşfinden bugüne kadar geçirdiği değişimi, yıllara göre vermektedir (Li, 2010).

MgB_2 , yaklaşık 60 yıldır araştırmacılar tarafından biliniyor olmasına rağmen, bu metal alaşımının süperiletkenliği bilinmiyordu. 2001 yılında, 39 K geçiş sıcaklığındaki MgB_2 'nin süperiletkenliğinin keşfi, katıhal fiziğinde büyük bir heyecan uyandırdı. Deneysel ve teorik araştırmaları teşvik etti ve MgB_2 ile ilişkisi olan birçok süperiletkenin keşfi için katalizör oldu. 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.



Şekil 1. 1. Süperiletkenliğin keşfinden günümüze kadar kritik sıcaklığın yıllara göre değişimi (Li, 2010).

Geçiş sıcaklığı 100 K'nin üzerinde birçok yüksek sıcaklık süperiletkeni olmasına rağmen, MgB₂ süperiletkenine olan yoğun ilginin nedenleri, aşağıda verilen özelliklere dayandırılmaktadır;

- MgB₂ bileşiğinde geçiş sıcaklığı, intermetalik süperiletkenlerin (Nb₃Ge $T_c=23$ K) yaklaşık iki katıdır ve düşük sıcaklık süperiletkenleri içerisinde en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir (Buzea ve Yamashita, 2001).
- MgB₂, iki element, Magnezyum ve Bor'dan meydana gelir. Oksit süperiletkenlerden daha az sayıda elemente sahiptir. Bakır oksit yüksek sıcaklık süperiletkenleri dörtten fazla elementten oluştuğu için sentezleri ve kimyasal yapıları çok karışıktır; fakat bu MgB₂ süperiletkenleri için geçerli değildir. Nispeten daha kolay ve daha ucuza sentezlenir. Sabit bir bileşim ve yapıya sahiptir. Bu nedenle süperiletkenlik geçiş sıcaklığı çokça değişmez. İnce film ve tel şeklindeki üretimler için uygun olduğu görülmüştür.
- MgB₂ süperiletkeni, diğer süperiletkenlerle (Nb₃Ge, Nb₃Sn, LaBaCuO, YBaCuO

ve BiPbSrCaCuO, vb.) karşılaştırıldığında, süperiletken akımları daha iyi taşımasından dolayı daha yüksek kritik akım yoğunluğuna sahiptir. MgB₂ 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 ve Yamashita, 2001).

- Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerinde büyük sorun olarak görülen tane sınırı etkisi MgB₂ süperiletkenlerinde olmamasından dolayı uygulamada potansiyel bir aday olarak görülmektedir (Balamurugan vd., 2004).
- Bakır temelli süperiletkenlerden daha uzun koherens uzunluğuna sahip olduğu rapor edilmiştir (Zhu vd., 2001). Bu da iyi eklem (junction) uygulamalarını müsaade eder (Naito ve Ueda, 2004).
- Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerden daha düşük anizotropiye sahiptir (Buzea ve Yamashita, 2001).
- Bu bileşiğin çok basit bir yapısı ve iyi bir kimyasal kararlılığı vardır. Doğal kaynaklardan bol olarak kolayca elde edilebilir.
- MgB₂ daha yüksek sıcaklıklarda çalışmayı ve Nb tabanlı mevcut elektronik aletlerden daha hızlı olmayı garanti eder (Buzea ve Yamashita, 2001).

MgB₂ süperiletkeninin bütün bunların yanında çok küçük dezavantajı vardır:

- MgB₂ bileşiğinin atmosfer şartlarına dayanıklılığını ölçmek için yapılan çalışmalar, malzemenin çok güçlü higroskopik (havadan su emen) davranış sergilediğini gösterdi. Su ve nemli hava MgB₂'yi etkilemekte, oda sıcaklığında bile Mg(OH)₂, MgCO₃ ve B₂O₃'e dönüşmektedir. Bu yüzden bu malzemenin uygulamalarının uzun süre kararlılığını devam ettirmek için, uygun koruyucu tabaka ile kaplamak gerekmektedir (Dou vd., 2001).

Böylelikle MgB₂'nin bütün bu özellikleri, tamamen oksit tabanlı sistemlere yönelmiş olan ilgiyi tekrar basit bileşik ve alaşımlara yönlendirdi. MgB₂'deki süperiletkenliğin keşfedilmesinden beri, MgB₂; külçe (polikristal), ince film, tel, şerit ve tek kristal gibi çeşitli şekillerde sentezlendi ve bu malzemelerin süperiletkenlik özellikleri incelendi.

İnce filmler, herhangi bir fonksiyonel maddenin teknolojik uygulaması için olduğu kadar temel arařtırmalar için de önemlidir. MgB_2 ince filmlerin çökeltilmesine büyük çaba harcandı. Yüksek kalitede MgB_2 ince filmler üretilmeye çalışıldı ve bu ince filmler elektronik aygıtlar ve devrelerde ve de RF boşluklarında uygulamanın yanısıra yüksek manyetik alan iletkenleri olarak iki band süperiletkenlik çalışmalarında kullanıldı (Xi, 2009).

Pratik uygulamalar için düşük manyetik alanlarda katkılandırılmamış MgB_2 'nin J_c 'si yeterince yüksektir. Bununla beraber, MgB_2 'de etkili çivileme bölgelerinin eksikliği ve düşük H_{c2} 'den dolayı artan manyetik alanla J_c hızlı bir şekilde düşer. MgB_2 materyalinin gelişmesi için manyetik alan altında J_c 'nin iyileştirilmesi zorunludur. Kritik akım yoğunluğunun artması, tane iletkenliğinin artmasına ve bunun yanı sıra artan çivileme kuvvetleriyle üst kritik alan B_{c2} 'nin artmasına sebep olur. J_c , B_{c2} , tane iletkenliği gibi kavramlar teknolojiye hitap etmektedir (Sandu vd., 2011). Akı çivilemesinin iyileştirilmesinin etkili bir yolu, MgB_2 'nin koherens uzunluğu ile karşılaştırılabilir bir büyüklüğe sahip bir katkı sayesinde MgB_2 içerisine akı çivileme merkezlerinin yerleştirilmesiyle mümkün olabilir (Vajpayee vd., 2008).

Manyetik nano boyutlu çivileme merkezlerinin varlığında, nanoparçacık ve vorteksler arası manyetik etkileşmeden dolayı çivileme kuvvetinin arttığı hesaplandı (Snezhko vd., 2005). Manyetik çivileme kuvvetinin etkili olarak artması için, nanoparçacıkların uygun çapı bu hesaplamalarla belirlendi. Ferromanyetik malzemeler süperiletkenliği güçlü bir şekilde bastırırlar ve hatta küçük ferromanyetik bölgeler güçlü bir çivileme bölgeleri olabilirler. Bu durum, nanometre büyüklüğündeki Ni çivileme merkezlerini içeren NbTi tellerle yapılan deneylerle doğrulandı (Rizzo vd., 1996). Mikron altı manyetik noktalar (dots) geleneksel süperiletken ince filmlerde yapay çivileme merkezleri olarak kullanıldı (Dou vd., 2005). MgB_2 içine, koherens uzunluğu mertebesinde süperiletken olmayan nanoparçacıkların eklenmesiyle yapay çivileme merkezlerinin oluşturulduğu gösterildi (Sandu vd., 2011).

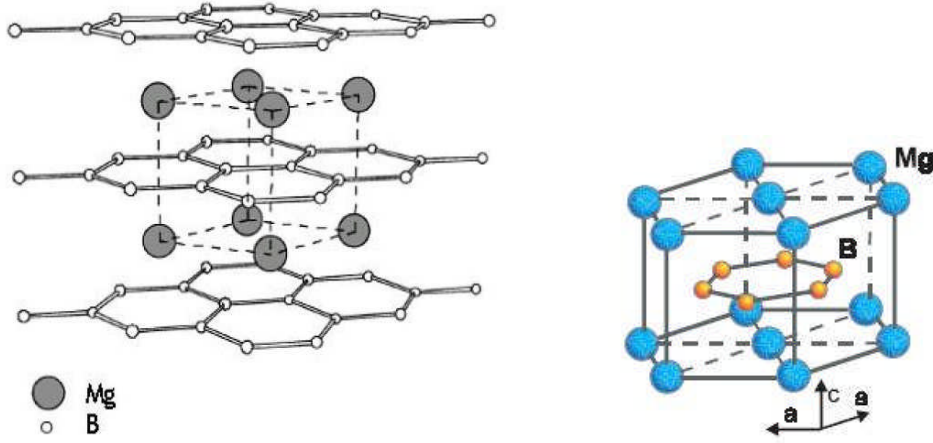
Bu tez çalışmasında, yüksek akım yoğunluğuna (J_c), yüksek geçiş sıcaklığına (T_c) ve düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip süperiletken MgB_2 ince filmlerin elde edilmesi ve bu filmlerin yapısal, elektriksel, ve manyetik özelliklerinin ortaya konulması amaçlandı. Bu amaç için, MgO ve Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltmiş süperiletken MgB_2 ince filmler üretildi ve bu filmlerin yüzeyine farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren (10nm) çözelti kaplanarak bu filmlerde yapay çivileme merkezleri oluşturuldu. Teknolojik

kullanım alanlarına sahip MgB_2 ince filmler için, kaplama konsantrasyonunun, altlık türünün etkileri araştırıldı ve en iyi şartlar tespit edildi.

1.2. MgB_2 Süperiletken Sistemi

1.2.1. MgB_2 Süperiletkeninin Kristal Yapısı

MgB_2 , basit bir ikili bileşiktir ve boratlar (borides) arasında yaygın olan basit hegzagonal AlB_2 tipi yapıya (P6/mmm uzay grubu) sahiptir. Oda sıcaklığında birim hücre örgü parametreleri $a=3,086\text{\AA}$ ve $c=3,524\text{\AA}$ 'dır (Naito ve Ueda, 2004). MgB_2 , Mg'un oluşturduğu hegzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi (petek benzeri) B tabakalarından oluşan hegzagonal kristal yapıya sahiptir (Buzea ve Yamashita, 2001). MgB_2 bileşiğindeki B tabakaları grafitteki hegzagonal karbon tabakalarına benzer (King, 2002). Grafit yapıda olduğu gibi MgB_2 'deki B tabakaları da sp^2 hibrit orbitalleri oluşturur ve bu orbitaller vasıtasıyla B atomları kendi aralarında σ bağı oluşturur. Şekil 1.2'den görüldüğü gibi Mg atomları altıgen şeklinde biçimlenmiş bor yüzeylerinin merkezine yerleşmişlerdir ve elektronlarını bor düzlemlerine vererek iyonik bağ oluşturmuşlardır. Mg yapının köşelerinde, alt ve üst yüzey merkezinde bulunur. B ise yapının hacim merkezinde düzlemsel bir yapıya sahiptir. MgB_2 grafitte benzer bir şekilde B-B uzunluklarında kuvvetli bir anizotropi gösterir. Bor düzlemleri arasındaki mesafe, B düzlemi içindeki B-B arasındaki mesafeden daha uzundur. Bu yüzden, metalik B tabakaları MgB_2 'nin süperiletkenliğinde önemli rol oynar. Geçiş sıcaklığı ise neredeyse ikili süperiletkenlerdeki en yüksek T_c 'nin iki katı kadardır. Buna bir örnek verecek olursak Nb_3Ge için $T_c=23$ K olarak bilinmektedir (Buzea ve Yamashita, 2001).



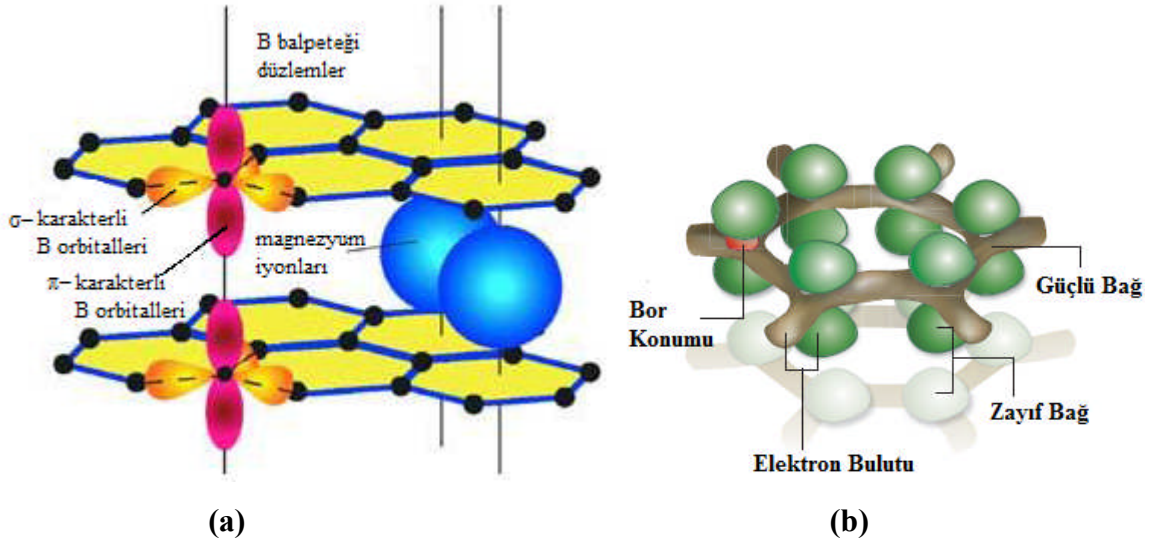
Şekil 1. 2. Mg'nin hegzagonal sıkı paket tabakaları tarafından ayrılmış grafit tipi B tabakaları içeren MgB_2 'ın kristal yapısı (Buzea ve Yamashita, 2001).

1.2.2. MgB_2 Süperiletkeninin Band Yapısı ve Fermi Yüzeyi

MgB_2 elektron-fonon etkileşimi (Bud'ko vd., 2001) yolu ile oluşturulan Cooper çiftleriyle yaygın bir BCS süperiletkeni olmasına rağmen, biri $\Delta(0) \sim 2$ meV ve diğeri $\Delta(0) \sim 7$ meV olan iki enerji aralığından dolayı benzersizdir (Canfield ve Crabtree, 2003(a); Choi vd., 2002). Bu iki aralık, yük yoğunluk dağılımlarındaki farklı simetritler nedeniyle aralarında son derece küçük bantlar arası safsızlık saçılmasına sahip iki bandın (bor elektronlarının σ ve π bandları (Kortus vd., 2001)) varlığı sonucu oluşur (Mazin vd., 2002). MgB_2 'nin keşfinden sonra bir B bileşiği için yüksek olan 40 K geçiş sıcaklığının nasıl ortaya çıktığına dair birçok teorik çalışma yürütülmüş ve MgB_2 'de iki farklı enerji aralığı olabileceği sonucuna ulaşılmıştır. İki-aralık özelliği, MgB_2 süperiletkenliğinin tek-bandlı süperiletkenlerden pek çok özellik açısından belirgin şekilde farklı davranışlara yol açan en önemli özelliğidir. Deneysel olarak, iki aralığın varlığı ilk olarak çoğunlukla bulk örnekleri kullanılarak belirli sıcaklıkta, nokta temaslı spektroskopisi (point-contact spectroscopy), Raman spektroskopisi, fotoemisyon spektroskopisi ve Taramalı Tünelleme Mikroskopu (STM) kullanılarak keşfedildi ve doğrulandı. MgB_2 ince filmlerle de iki aralığın varlığı ayrıca doğrulandı (Xi, 2009). Fermi seviyesini kesen ve farklı iki karakter gösteren iki bandın varlığı böylelikle ispatlandı.

Şekil 1.3 (a), MgB_2 'nin bağ yapısının detaylarını göstermektedir. En yüksek işgal edilmiş elektronik durum olan Fermi seviyesi elektronik durumları, MgB_2 'de Şekil 1.3 (a)'da gösterildiği gibi bor orbitallerine başlıca π ve σ bağlarıyla bağlıdır. Fermi

seviyesinde bor düzlemlerinin aşağı ve yukarısında uzanan zayıf π -bandları bor p_z orbitallerinden türer. Fermi seviyesindeki güçlü σ -bandları bor düzleminde uzanan bor $p_{x,y}$ orbitallerinden türer (Heitmann vd., 2004). σ -bandı düzlem içinde olduğu için iki boyutlu, π -bandı düzlemler arası olduğu için üç boyutludur. İki boyutlu (2D) σ -bandlarındaki kuvvetli elektron-fonon etkileşimi ile üç boyutlu (3D) π -bandlarındaki zayıf etkileşim bu malzemede eş zamanlı iki enerji aralığına sebep olur (Canfield ve Crabtree, 2003(a)). Yüksek sıcaklık direnci, elektron-fonon çiftlenimi daha küçük olan 3D π -bandı tarafından belirlenir. Halbuki süperiletkenlik, 2D σ -bandındaki daha büyük çiftlenimden dolayı olur (Canfield ve Crabtree, 2003(a)). Bu bandlarla ilişkili elektron yoğunluğunun geometrisi şematik olarak Şekil 1.3 (b)'de gösterilmiştir. Kahverengi hegzagonal ağ, iki boyutlu (2D) σ -bandlarıyla ilişkilidir. Halbuki bor düzleminin altındaki ve üstündeki 6 çift yeşil lop ise üç boyutlu (3D) π -bandlarıyla ilişkilidir. π -band yük yoğunluğu, üç boyutlu iletim durumları oluşturmak için hem dik hem de paralel yönlerde uzanır (Canfield ve Crabtree, 2003(a); Canfield ve Bud'ko, 2005). Farklı elektron-fonon etkileşimlerinin bulunması nedeniyle bu bandların süperiletken özelliklerinin de farklı olacağı düşünüldü.

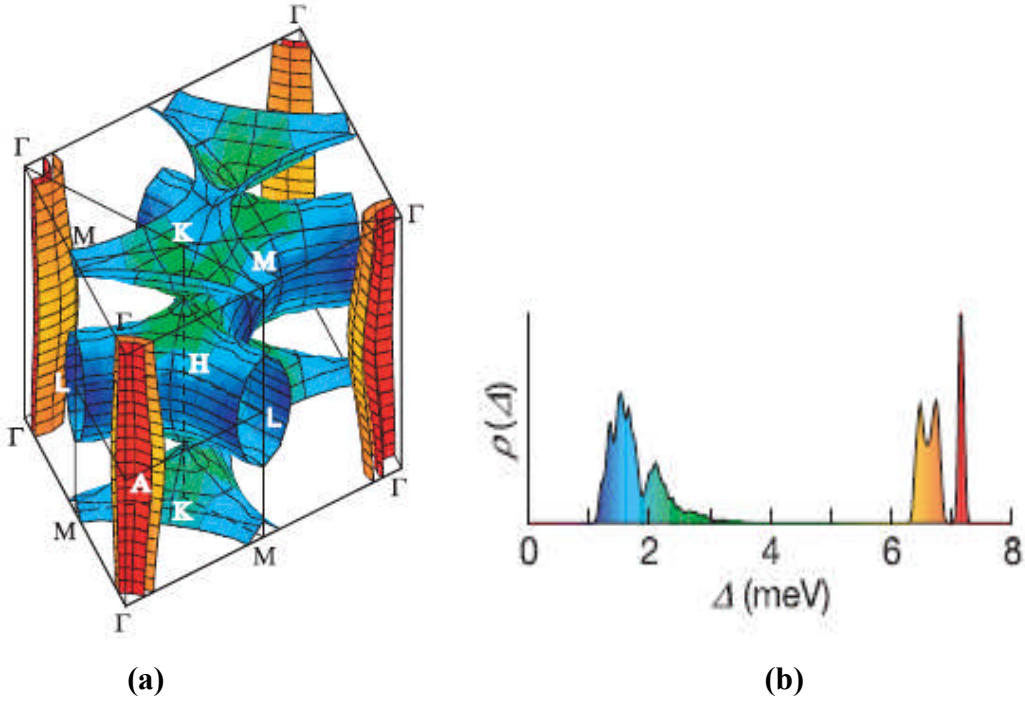


Şekil 1.3. (a) MgB₂'nin kristal yapısı üzerinde, σ (tabaka içi band) ve π (tabaka arası band) bandlarının gösterilmesi (Schober vd., 2002). (b) Bu bandlarla ilişkili elektron yoğunluğu geometrisinin şematik gösterimi (Canfield ve Crabtree, 2003(a); Canfield ve Bud'ko, 2005).

σ -bandı B-B bağı boyunca yönelmiş iki B atomunun sp^2 hibrid orbitalleri arasında kovalent bağlardan oluşur. π -bandı ise B'un p_z orbitalleri ile Mg' un s-orbitallerinin üst

üste gelmesi ile oluşur. Mg, dış yörüngesindeki iki adet elektronunu, her bir π -bandına diğer bir deyişle iki komşu B atomlarının boş olan p_z orbitallerine dağıtır ve Mg tamamen iyonize olur. Mg^{+2} iyonlarının çekici potansiyeli, bir p_z elektronu tarafından σ -bandındaki elektronlardan çok daha güçlü hissedilir. Bu olay π -bandının enerjisini düşürür ve elektronların σ -bandından π -bandına transferiyle sonuçlanır. Bu olayla σ -bandında delikler (hole) oluşur. Bu σ -bandlarının tepesindeki delikler iki boyutluluk özellikleri gösterir ve Bor düzlemlerinde yerleşir. Diğer bir deyişle, çoğunlukla üç boyutlu olan π -bandındaki elektronlar ve delikler tüm kristal üzerinde delokalize olmuşlardır (Mijatovic, 2004(a)). Daha açık bir şekilde ifade edecek olursak, MgB_2 'de iki delik tipi sözde (quasi)-iki boyutlu σ bandları (σ_1 ve σ_2), bir elektron-tipi (π_1) ve bir delik tipi (π_2) üç-boyutlu π bandları bulunmaktadır (Kortus vd., 2001). Yapılan Hall etkisi ölçümlerinin sonucunda yüksek sıcaklık süperiletkenlere benzer olarak Hall katsayısının (R_H) pozitif değerde olduğu bulunmuş ve yükün bu delikler vasıtasıyla taşındığı öngörülmüştür (Hirsch ve Marsiglio, 2001). MgB_2 sisteminde Mg atomları elektron, B atomları delik kaynağı gibidir. Bu yönüyle B tabakaları yüksek sıcaklık süperiletkenlerindeki Cu-O düzlemlerine benzemektedir. MgB_2 'nin band yapısı hesaplamaları, Fermi seviyesindeki elektronların genelde bor atomlarından türediğini gösterir.

4K'de Fermi yüzeyinde süperiletken enerji aralığı Şekil 1.4'te renklendirilmiş ölçek kullanılarak gösterildi. MgB_2 'de Fermi enerji yüzeyinde, iki tabakası B'un $p_{x,y}$ -orbitallerinin σ -bandlarından, diğer ikisi ise p_z -orbitallerinin π -bandlarından gelen dört tabaka mevcuttur. Fermi yüzeyinde süperiletken enerji aralığının değişimi Choi ve arkadaşları tarafından (2002) açılı-yüksek çözünürlüklü fotoelektron spektroskopisi ile incelendi ve Şekil 1.4'teki enerji dağılımı elde edildi. σ -bandlarından kaynaklanan iki tabaka, silindir şeklinde sekiz parçaya bölünmüş olarak dört dikey Γ - Γ çizgisi etrafında oluşmuştur. π -bandlarından kaynaklanan diğer iki tabaka ise K-M ve H-L çizgileri etrafında tünel şeklinde oluşmuştur (En üst ve en alt K-M çizgileri eşittir). Süperiletken enerji aralığı, kırmızı ile gösterilen daha dar σ -silindirik tabaka üzerinde $\sim 7,2$ meV'dir. Turuncu ile gösterilen daha geniş σ -silindirik tabaka üzerindeki enerji aralığı ise 6,4 - 6,8 meV arasındadır (Γ yakınında maksimumdur ve A yakınında minimumdur). Yeşil ve mavi ile gösterilen π -tabakaları üzerinde enerji aralığı 1,2 - 3,7 meV arasındadır. Fermi enerjisindeki durumların yoğunluğunun %44'ü σ -tabakalarından, diğer %56'sı π -tabakalarından kaynaklanmaktadır (Choi vd., 2002).



Şekil 1.4. (a) 4K’de Fermi yüzeyindeki MgB₂’nin süperiletken enerji aralığı; (b) 4K’deki enerji aralığı değerlerinin dağılımı (Choi vd., 2002).

1.2.3. MgB₂ Süperiletkeninin Geçiş Sıcaklığı

BCS teorisi çerçevesinde en basit haliyle geçiş sıcaklığı (T_c), malzemenin üç özelliğine bağlıdır (Canfield ve Bud’ko, 2005):

1- Süperiletken duruma katılan elektronların sayısı (Ne kadar çok elektron katılırsa, o kadar yüksek T_c elde edilir),

2- Cooper çifti elektronlarını içeren örgü titreşimlerinin karakteristik frekansı (Ne kadar yüksek frekans olursa, o kadar yüksek T_c elde edilir. Düşük kütleli elementler yüksek fonon frekansı üretirler ve bu olay da geçiş sıcaklığının artması sonucunu doğurur. Bu nedenle elementler arasında en yüksek geçiş sıcaklıklarının hafif elementlerde veya hafif element içeren yapılarda olacağı tahmin edilmektedir),

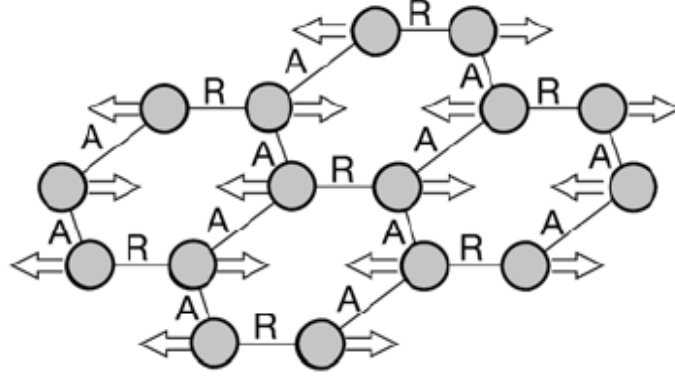
3- Örgü bozukluğu (distortion) ve elektronlar arasındaki bağların dayanma gücü (Bu bağlar ne kadar güçlü ise o kadar yüksek T_c elde edilir).

MgB₂, geleneksel süperiletkenlerle karşılaştırıldığında 39K’de nispeten yüksek T_c ’ye sahiptir. Bu değer BCS kapsamındaki elektron-fonon süperiletkeni olarak beklenenden daha yüksektir. BCS teorisinde geçiş sıcaklığı (1.1) denklemi ile ifade edilmektedir.

$$k_B T_c = 1,13 \hbar \omega_D \exp\left(\frac{-1}{VN(E_F)}\right) \quad (1.1)$$

Burada T_c üç parametreye bağlı bulunmaktadır. Debye frekansındaki fononların enerjisi $\hbar \omega_D$, iki elektron (elektron-elektron) arasındaki çekici potansiyel V (elektron-fonon etkileşimi V 'ye sebep olur), Fermi yüzeyindeki elektron durum yoğunluğu $N(E_F)$. $VN(E_F)$, elektron-fonon çiftlenim sabiti λ 'ya eşit olan bir ifadedir (Canfield ve Crabtree, 2003(a)).

MgB_2 'de fonon enerjisi oldukça yüksektir; fakat T_c değeri daha düşük olan diğer borürlerden ya da daha hafif elementli bileşiklerden yüksek değildir. Fermi yüzeyindeki elektron durum yoğunluğu ($N(E_F)$), ne kadar büyük olursa, T_c 'de o kadar büyük olur. d-kabuklarını kısmen işgal etmiş geçiş metalleri, $N(E_F)$ 'nin büyük değerlerine sahip olma eğilimindedir. Geçiş-metalleri bileşiklerinde yüksek T_c bulunabilir (Canfield ve Crabtree, 2003(a)). MgB_2 d-elektronlarına sahip olmadığı için elektron durum yoğunluğu ($N(E_F)$) düşüktür. Elektron-fonon etkileşmesi artarsa, V ve T_c artar; fakat elektron-fonon etkileşmesi çok çok büyük olursa, farklı bir yapıya faz geçişi olabilir. Bu da çok kalitesiz süperiletken özellikler ile sonuçlanır (Canfield ve Crabtree, 2003(a)). MgB_2 'nin nispeten yüksek T_c 'si, yukarıda bahsedilen üçüncü özellik olan, iki elektron arasındaki çekici potansiyel (V) ile ifade edilen güçlü elektron-fonon etkileşiminin sonucu olduğuna inanılır (Canfield ve Bud'ko, 2005). Geleneksel süperiletkenlerde (düşük sıcaklık veya BCS tipi süperiletkenlerde), elektron-fonon etkileşimi yaklaşık olarak aynı dayanma gücünde (mukavemette) Cooper çiftleri yaratır ve bunlar Fermi yüzeyi üzerinde düzgün dağılırlar. MgB_2 'de iki boyutlu σ -bandındaki elektronlarla çok kuvvetli çiftlenen (etkileşen) yüksek enerjili bir optik fonon kipi (mode) (E_{2g}) vardır. Güçlü çiftlenim, σ -bandının özel kovalent doğasından kaynaklanır. σ -bandı B-B eksenini boyunca yoğunlaşmış yüke sahiptir. Böylece, B atomları düzlem içinde hareket ettiğinde, yük kendini, değişen yerine göre tekrar dağılım yapar. Bu durum da bozukluk (distortion) yaratır (Şekil 1.5). Bu bozukluk, elektronlarla güçlü bir şekilde çiftlenir (Canfield ve Crabtree, 2003(a)). σ -bandının etkisi olmazsa, MgB_2 'nin T_c 'si gerçek değerinden düşer.



Şekil 1.5. MgB₂'nin Fermi seviyesindeki B atomlarının titreşim kipi (Choi vd., 2002).

E_{2g} fononunun B-B titreşimsel kipi, Fermi seviyesindeki σ -bağ elektronik durumlarına güçlü bir şekilde bağlıdır (Şekil 1.5). Bor atomları ok yönlerinde hareket ettiğinde, uzatılmış bağlar ("R" ile işaretlenmiş) elektronlar için itici hale geliyor. Oysa kısaltılmış bağlar ("A" ile işaretlenmiş) elektronlar için çekici hale geliyor. İki σ -bağ durumu, kipin ya itici ya da çekici bağlarında esasen yerleştiğinden dolayı, titreşim kipiyle (E_{2g} fonon kipi) güçlü bir şekilde bağlıdır. π -bağ durumları, bu titreşim moduna güçlü bir şekilde bağlı değildir (Choi vd., 2002).

1.2.4. MgB₂ Fazının Oluşumu ve Kararlılığı

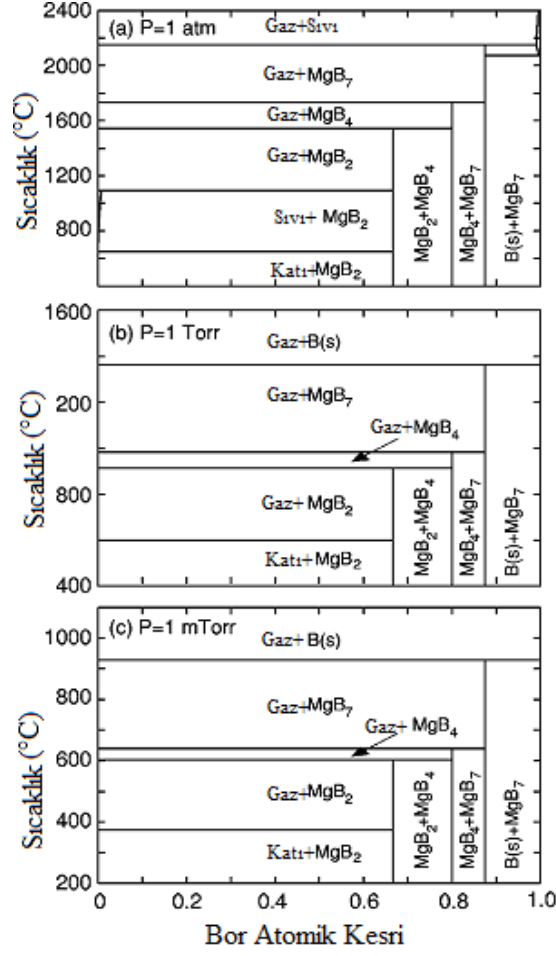
Liu ve arkadaşları (2001), Mg-B sisteminin termodinamik çalışmalarını, sayısal olarak faz diagramı modelleme tekniği hesaplamalarıyla çalıştılar. Farklı koşullar altında sıcaklık-kompozisyon, basınç-kompozisyon ve basınç-sıcaklık faz diagramları elde ettiler. Elde edilen sonuçlar, MgB₂ ince filmlerin süperiletken fazının oluşması için uygun koşulların görülmesine yardımcı oldu. Bu koşullar, adsorbsiyon kontrollü büyüme için basınç-sıcaklık bölgesinin belirlenmesini de içermektedir. Mg'un yüksek uçuculuk özelliğine bağlı olarak MgB₂, olası büyüme sıcaklıkları için sadece oldukça yüksek Mg basıncı altında termodinamik olarak kararlıdır. Bu durum, yüksek vakum koşulları içeren çökeltme tekniklerinde katı sıcaklık kısıtlamaları uygulanacağı anlamına gelmektedir.

MgB₂ fazının sadece yüksek Mg kısmi basınçları altında termodinamik olarak kararlı olduğu görüldü. Bu durum, yüksek bir Mg akısını içeren çökeltme tekniklerini ön plana çıkarmaktadır. Bu teknikler, basınç-sıcaklık penceresinde işleyebilir ve adsorbsiyon

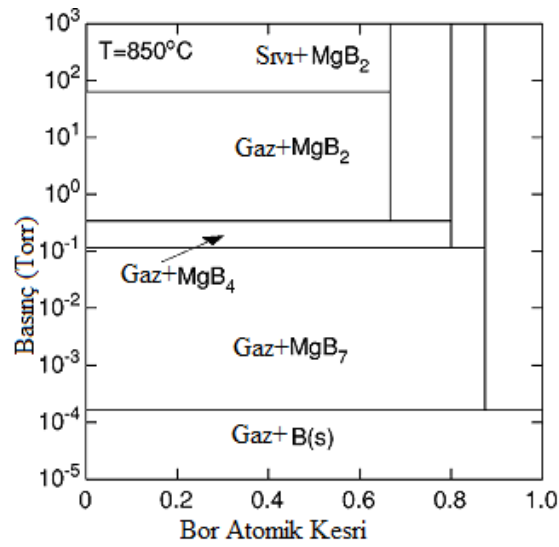
kontrollü büyümeye eşlik eden otomatik kompozisyon kontrolünü sağlayabilir. Mg-B sisteminde; katı, sıvı, gaz (hcp) magnezyum fazlarına ve β -rombohedral bor katı fazına ilaveten üç ara bileşik; MgB_2 , MgB_4 ve MgB_7 bulunur.

Şekil 1.6'da Mg-B sistemi için hesaplanan sıcaklık-kompozisyon faz diyagramları (a) 1 atm'de, (b) 1Torr'da ve (c) 1 mTorr'da gösterilmiştir. "Katı", "Sıvı", ve "Gaz" etiketleri sırasıyla Mg bakımından zengin katı, sıvı ve gaz fazlarını temsil etmektedir. 1545°C'nin altında ve 1:2'den büyük xMg/xB atomik Mg:B oranı için MgB_2 fazı farklı sıcaklıklarda Mg bakımından zengin katı, sıvı ve gaz fazlarıyla birlikte bulunur. 1545°C'nin üzerinde MgB_2 , MgB_4 ve Mg buharının bir karışımına ayrışır. 1:4 $<xMg/xB < 1:2$ ve sıcaklık 1545 °C'nin altında ise MgB_2 , MgB_4 ile birarada bulunur. Basınç 1 Torr'a düşürüldüğünde, faz diyagramı çarpıcı bir şekilde değişir. Basınç, Mg'un basıncından (650°C, 2.93 Torr) daha düşük olduğundan, Mg'un sıvı fazı tamamen kaybolur. MgB_2 'nin ayrışma sıcaklığı 912°C'ye azalır ve bu sıcaklık 1mTorr basınçta daha da azalarak 603°C olur. Açıkça görüldüğü üzere basınç, MgB_2 'nin ayrışma sıcaklığı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir ki düşük olduğunda ince film çökeltme sıcaklığını ciddi şekilde kısıtlar.

Kristal büyüme kinetiği, in-situ film çökeltme sürecinin yeteri kadar yüksek sıcaklıkta gerçekleşmesini gerektirir. Epitaksiyel büyüme için en uygun sıcaklık genellikle T_m (Kelvin) erime sıcaklığının, yaklaşık yarısı kadar minimum sıcaklık çok daha düşük olabilir. Örneğin, metaller için minimum epitaksiyel büyüme sıcaklığı, yaklaşık $T_m/8$ 'dir. Termodinamik hesaplamalar MgB_2 'nin, 49000 Torr'dan daha yüksek bir basınçla 2430°C'de (2700K) uygun bir şekilde eridiğini göstermektedir ve buna göre epitaksiyel MgB_2 filmlerin çökeltmesi için en uygun sıcaklığın $\sim 1080^\circ\text{C}$ (1350K) civarında olacağını gösterir. MgB_2 'nin 1080°C'de kararlı olabilmesi için en az 11 Torr'luk bir Mg kısmi basıncı gereklidir ki bu birçok film çökeltme tekniği için imkânsızdır. Bu durum, film büyütmenin en uygun olan sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda, ama epitaksiyel büyütme için yeterli sıcaklıkta yapılmasını teşvik etmektedir. Şekil 1.7'de; 850 °C'de basınç-kompozisyon faz diyagramı gösterilmiştir. Bu sıcaklıkta, MgB_2 termodinamik olarak sadece 340 mTorr'luk bir Mg kısmi basıncının üzerinde kararlıdır. Bu basınç değerinin altında MgB_2 ayrışır ve sadece Mg buharı, MgB_4 , MgB_7 veya katı B elde edilir.



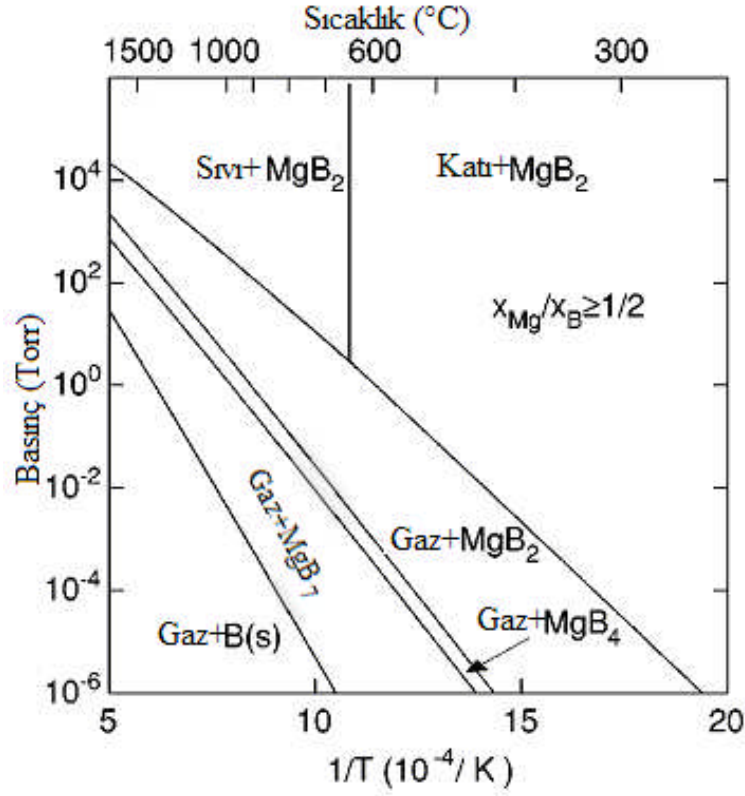
Şekil 1.6. (a) 1 atm, (b) 1 Torr ve (c) 1 mTorr basınç altında Mg-B sisteminin sıcaklık-kompozisyon faz diyagramları (Liu vd., 2001).



Şekil 1.7. 850°C 'de Mg-B sisteminin basınç-kompozisyon faz diyagramı (Liu vd., 2001).

Termodinamik bir perspektiften bakılacak olursa, büyüme koşullarının (altlık sıcaklığı ve Mg yüksek basıncı) termodinamik olarak kararlı fazların, arzulanan MgB_2 fazı ve gaz fazları olduğu bir pencere içerisine düştüğünde, tek fazlı bir MgB_2 filmin çökeltilmesi kolay olur. Söz konusu büyüme penceresi içerisinde MgB_2 ayrışmaz ve fazla Mg, MgB_2 yüzeyinde yoğunlaşmaz ve bu nedenle tek fazlı MgB_2 oluşumu adsorbsiyon-kontrollü ve otomatiktir. Gösterilen şekillerden “Gaz+ MgB_2 ” olarak belirtilen kompozisyon penceresinin büyük olduğu görülmektedir. Mg:B oranı stokiyometrik olarak 1:2 üzerinde olduğu sürece, stokiyometrenin üzerindeki herhangi bir fazla Mg miktarı buharlaşır ve arzulanan MgB_2 fazı sonuçta ortaya çıkar. Stokiyometri kontrolü için çok daha önemli olan diğer gereksinim ise yetersiz Mg miktarından sakınmaktır. Mg eksikliği, MgB_4 , MgB_7 veya katı B fazlarına neden olur.

MgB_2 film çökeltmek için termodinamik kararlılık penceresi (“Gaz+ MgB_2 ” bölgesi), Şekil 1.8’deki basınç-sıcaklık faz diyagramıyla en iyi gösterilir. Şekil 1.8’de gösterildiği üzere yüksek sıcaklıkta ve düşük magnezyum buhar basıncında faz bileşimi gaz fazı ve B’dir. Eğer buhar basıncı, $\sim 700\text{ }^\circ\text{C}$ ’de 10^{-6} Torr’dan veya $\sim 1500\text{ }^\circ\text{C}$ ’de 10 Torr’dan daha yüksek olursa, denge fazı gaz ve MgB_7 olmalıdır. Daha yüksek buhar basıncında MgB_4 ’ün var olması için çok dar bir alan vardır. Magnezyum buhar basıncının daha da artması MgB_2 fazının oluşmasına sebep olur. Buhar basıncının daha da artması ise film üzerinde katı ya da sıvı magnezyum ile sonuçlanır. MgB_2 filmler üretmek için çökeltme ve tavlama koşullarının, faz dengesinin, Gaz+ MgB_2 alanı içerisinde kalması zorunludur. Bu nedenle ki $600\text{ }^\circ\text{C}$ büyütme sıcaklığı için magnezyum buhar basıncının 10^{-2} Torr ve 1 Torr arasında olması gereklidir. Bu kadar yüksek magnezyum buhar basıncının çökeltme veya in-situ tavlama sırasında gerçekleştirilmesi oldukça güçtür.



Şekil 1.8. $x_{Mg}/x_B \geq 1/2$, Mg:B atomik oranı için basınç-sıcaklık faz diyagramı. MgB_2 ince filmler çöktürmek için Gaz+ MgB_2 bölgesi termodinamik kararlılık penceresini gösterir (Liu vd., 2001).

Bu faz diyagramı, $x_{Mg}/x_B \leq 1/2$ olan bütün kompozisyonlar için temelde aynıdır. Mg basıncının çok düşük olması durumunda, MgB_2 'nin $MgB_4(+Gas)$ 'e ayrışması termodinamik olarak avantajlı bir durumdur. Mg basıncının çok yüksek olması durumunda ise, Mg'un MgB_2 yüzeyine yoğunlaşması da yine termodinamik olarak avantajlıdır. Verilen bir çöktürme sıcaklığı için, Mg kısmi basınç aralığının MgB_2 fazını termodinamik olarak sabit tutması beklenir. Şekilde görüldüğü üzere bu aralık, yaklaşık üç büyüklük mertebesine kadar uzanmaktadır. Büyütme penceresinin sınırlarının yaklaşık olarak şu denklemlerle ifade edildiği bulundu: $\log(P) = -7561/T + 8,673$ (katı Mg ile birlikte en üst sınır), ve $\log(P) = -10142/T + 8,562$ (MgB_4 ile en alt sınır), burada P Torr ve T ise Kelvin değerleridir (Liu vd., 2001). Mg kısmi basıncı, çöktürme kaynağından $F = P \sqrt{2\pi m k_B T}$ formülü kullanılarak Mg akısına (F) dönüştürülebilir. Bu formülde m , Mg atomunun kütlesidir. Örneğin, 1080 °C'lik en uygun sıcaklıkta gerekli olan yaklaşık 10 Torr'luk Mg kısmi basıncı, Mg akı değeri olarak 2×10^{21} Mg atomları/(cm^2) veya Mg atomlarının

birbirlerine yapışarak ve külçe yoğunluğu olan bir Mg tabakası oluşturması durumunda ise 0,5 mm/s'lik Mg çökeltme oranına denktir. Bu, birçok ince film çökeltme tekniği için imkânsızdır. Büyütme sıcaklığı düşürülerek faz kararlılığı için epitaksiyellik feda edilebilir. Örneğin, moleküler demetli epitaksi için (molecular beam epitaxy- MBE) en yüksek tolere edilebilir Mg basıncı genellikle 10^{-4} Torr'dur. Şekil 1.8'de, MBE için maksimum altlık sıcaklığının yaklaşık olarak 534°C (807K) olduğu anlaşılmaktadır.

Liu ve arkadaşlarının (2001) çalışmaları sonucunda, MgB_2 'nin termodinamik olarak sadece oldukça yüksek Mg kısmi basıncı altında in-situ epitaksiyel büyüme için uygun sıcaklık aralığında kararlı olduğu ve bu durumda çökeltme kaynağından büyük bir Mg akısının dağıtılması gerektiği sonucuna ulaşılmıştır. Bu gereksinim, büyük bir Mg akısının pratikte mümkün olmadığı çöktürme tekniklerinden ziyade söz konusu akıyı yüksek değerlerde bünyesinde barındıran teknikleri ön plana çıkarmaktadır. Liu ve arkadaşları tarafından (2001), yaklaşımlarının sadece termodinamik denge durumunu göz önüne alınarak yapıldığı ve ince film büyüme kinetiğinin, faz kararlılığı penceresinin detaylarını değiştirebileceği belirtilmiştir.

1.2.5. MgB_2 Sisteminde İzotop Etkisi

İzotop etkisinin varlığı MgB_2 'de çift oluşum mekanizmasının fonon etkisi ile olduğunun önemli bir göstergesidir. Canfield'ın grubu, ilk olarak MgB_2 'nin süperiletkenliğinin yüksek sıcaklıkta oluşumunda asıl katkıyı sağlayan ^{11}B elementinin daha hafif izotopu, ^{10}B ile yer değiştirdiğinde Şekil 1.9'dan da görüldüğü gibi, geçiş sıcaklığının 1K arttığını gözledi (Bud'ko vd., 2001; Canfield vd., 2003(b)). Bordan kaynaklanan örgü titreşimleri MgB_2 'nin süperiletkenliğinde önemli rol oynar (Buzea ve Yamashita, 2001). Canfield'ın grubunun gözlediği bu sonuca göre, hafif izotopun daha yüksek fonon frekansı üretmesinden dolayı çiftlenimde BCS teorisi tarafından öngörülen fonon etkisinin varlığı desteklendi. BCS teorisine göre izotop katsayısı α , aşağıdaki (1.2) denklemi ile tanımlanır.

$$T_c M^\alpha = C \quad (1.2)$$

Burada M, atomik kütleyi, C ise sabit değeri temsil eder. Süperiletkenliğin elektron-fonon çiftlenimiyle gerçekleştiği geleneksel süperiletkenlerde, BCS teorisi, izotop katsayısını 0,5

malzemelerin temeli için değil, aynı zamanda da potansiyel uygulamalar için çok önemlidir. Özellikle pratik uygulamalarda önemli olan anizotropi, çivileme ve kritik akım yoğunluğu değerlerini önemli ölçüde etkilemektedir. Anizotropide en güvenilir sonuçları tek kristal yapılar vermektedir.

MgB₂'nin anizotropi değeri yüksek sıcaklık süperiletkenleri ile karşılaştırıldığında daha düşük değerdedir. Üst kritik manyetik alan değerleri için yapılan ölçümlerde elde edilen sonuçlara göre MgB₂'nin anizotropi değeri $\gamma = H_{c2}^{//ab} / H_{c2}^{//c} = 1,1 - 9$ aralığında değişmektedir (Buzea ve Yamashita, 2001; Eltsev vd., 2002; Ilonca vd., 2007). MgB₂ ince filmlerde ise anizotropi değeri 1,2 - 2,4 arasında bir değerdedir (Ferrando vd., 2003; Patnaik vd., 2001).

1.2.7. MgB₂ Sisteminde Koherens (Uyum) Uzunluğu

İlk olarak 1953 yılında Pippard (Pippard, 1953) tarafından ortaya atılan Koherens uzunluğu (ξ), üzerinde süperiletkenliğin oluşturulabildiği veya yok edilebildiği en küçük boyut olarak düşünülebilir. Başka bir şekilde, koherens uzunluğuna, üzerinde Cooper çiftindeki elektronların birlikte kalabildiği uzunluk olarak da bakılabilir. BCS teorisinde koherens uzunluğu, Cooper çiftindeki iki elektronun birbirleri ile bağlı olarak kaldığı mesafe ile doğrudan ilgilidir. Koherens uzunluğu, kullanılan malzemenin saf olup olmamasına bağlıdır. Malzeme içerisinde safsızlıklar olduğunda elektron saçılmasından dolayı koherens uzunluğu azalır. Bunun nedeni elektronun çarpışmadan önce aldığı ortalama serbest yolun azalması şeklinde açıklanabilir. Süperiletken malzemenin koherens uzunluğu ne kadar büyükse malzeme o kadar iyi bir süperiletken olarak tanımlanır.

MgB₂ süperiletkeninde koherens uzunluk değerleri a-b düzlemi ve c-ekseni boyunca belirlenebilmektedir. Üst kritik manyetik alandan, anizotropik koherens uzunluğu değerleri hesaplamasında anizotropik Ginzburg-Landau teorik denklemleri kullanılır (Thinkam, 1996). Bu denklemler c-ekseni boyunca uygulanmış manyetik alan için $H_{c2}^{//c} = \Phi_0 / 2\pi\xi_{ab}^2$, ab-düzlemi boyunca uygulanmış manyetik alan için $H_{c2}^{//ab} = \Phi_0 / 2\pi\xi_{ab}\xi_c$ olarak verilir. Burada Φ_0 akı kuantumu ($\Phi_0 = 2,067833636 \times 10^{15} \text{Tm}^2$) ve ξ_{ab} , ξ_c sırasıyla ab-düzlemi ve c-ekseni boyunca koherens uzunluklarıdır. Literatüre göre $\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12,8$ nm aralığında ve $\xi_c(0) = 1,6 - 5$ nm aralığındadır. Genelde tek kristaller en güvenilir sonuçları verirler. Tek kristaller için koherens

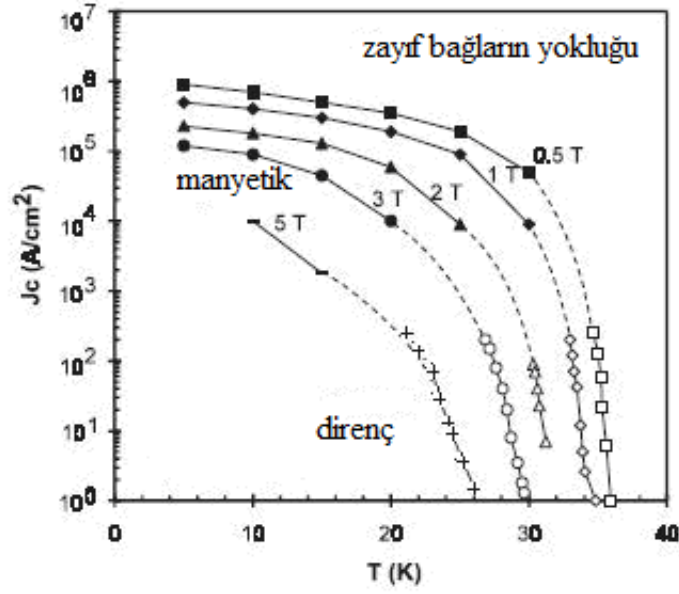
uzunluklarının $\xi_{ab}(0) = 6,1 - 6,5$ nm aralığında ve $\xi_c(0) = 2,5 - 3,7$ nm aralığında olduğu bulundu (Buzea ve Yamashita, 2001). Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin (HTS) koherens uzunluk değerleri ise, YBCO (123) için $\xi_{ab}(0) = 3$ nm, $\xi_c(0) = 0,4$ nm ve BISCCO (2212) için $\xi_{ab}(0) = 4$ nm, $\xi_c(0) = 0,2$ nm olarak belirlenmiştir. Buna göre MgB_2 , HTS'lere kıyasla daha büyük koherens uzunluk değerlerine sahiptir. Özellikle c-ekseni boyunca koherens uzunluğu HTS'lerinkinden yaklaşık 10 kat daha fazladır (Kim vd., 2001(a)). MgB_2 'nin daha büyük koherens uzunluğundan dolayı, tekdüze MgB_2 Josephson eklemleri elde etmek daha kolay olur (Dai vd., 2012).

1.2.8. MgB_2 Sisteminde Zayıf Bağın Yokluğu

Çoğu manyetizasyon ve transport ölçümleri, MgB_2 'nin, tane sınırlarında zayıf bağ elektromanyetik davranış (Larbalestier vd., 2001) göstermediğini ya da hızlı akı sürüklenmesi (flux creep) göstermediğini (Thompson vd., 2001) söyler. Bunlar, yüksek T_c 'li süperiletken bakır oksit ailelerinin performansını sınırlayan olgulardır (Buzea ve Yamashita, 2001).

Yüksek kritik akım yoğunlukları, tane düzenlenme (alignment) derecesine bakmaksızın, külçe örneklerde gözlenildi (Kim vd., 2001(b)). Bu, bakır oksit ailesi yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde ortak ve ciddi bir problem olan zayıf bağlara sebep olan tane sınırından dolayı bozulmanın tersine, J_c 'si bozulmayan tel ve şerit yapımı için bir avantajdır (Buzea ve Yamashita, 2001). Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin (HTS) aksine MgB_2 'de J_c , zayıf bağ (weak link) etkileri (zayıf bağ etkisi J_c 'yi azaltıcı yönde etkiler) olmadan çivileme özellikleri ile belirlenir.

Şekil 1.10, MgB_2 'de zayıf bağların yokluğunu gösterir. Yoğun külçe örneklerin yüksek manyetik alanlarda transport ölçümleri, indüktif ölçümlerde olduğu gibi çok benzer J_c değerleri verir (Dhalle vd., 2001; Kim vd., 2001(b)). Bu, tane sınırları tarafından etkilenmemiş, örnek boyunca tutarlı bir şekilde indüktif akımın aktığını doğrular. Bu yüzden, akı hareketinin, alan ve sıcaklık üzerine J_c bağımlılığı belirlendi (Buzea ve Yamashita, 2001).



Şekil 1.10. Kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlılığı. Veriler, Kim ve arkadaşları (2001(b)) tarafından direnç ve manyetik ölçümlerden alındı (Buzea ve Yamashita, 2001).

Jin ve arkadaşları (2001), PIT metodunda tüpler ya da kılıflar olarak kullanılan bazı materyallerin, MgB_2 'nin kritik akımını çarpıcı bir şekilde azalttığını buldular. MgB_2 kendi kendisine zayıf bağ etkisi göstermemesine rağmen, kirlilik zayıf bağ benzeri davranışa sebep olur (Buzea ve Yamashita, 2001).

1.2.9. MgB_2 Sisteminin Temel Parametreleri

MgB_2 'nin süperiletkenliği ve süperiletken özellikleri, fizik ve mühendislik açısından çekici olmalarına rağmen, süperiletken parametrelerinin analiz edilmeye, anlaşılmaya ve daha fazla uygulama için iyileştirilmeye ihtiyaç duyar. Saf MgB_2 'nin temel parametrelerinin çoğu Tablo 1.1'de listelendi.

Tablo 1.1. MgB₂'nin süperiletkenlik parametrelerinin listesi (Buzea ve Yamashita, 2001).

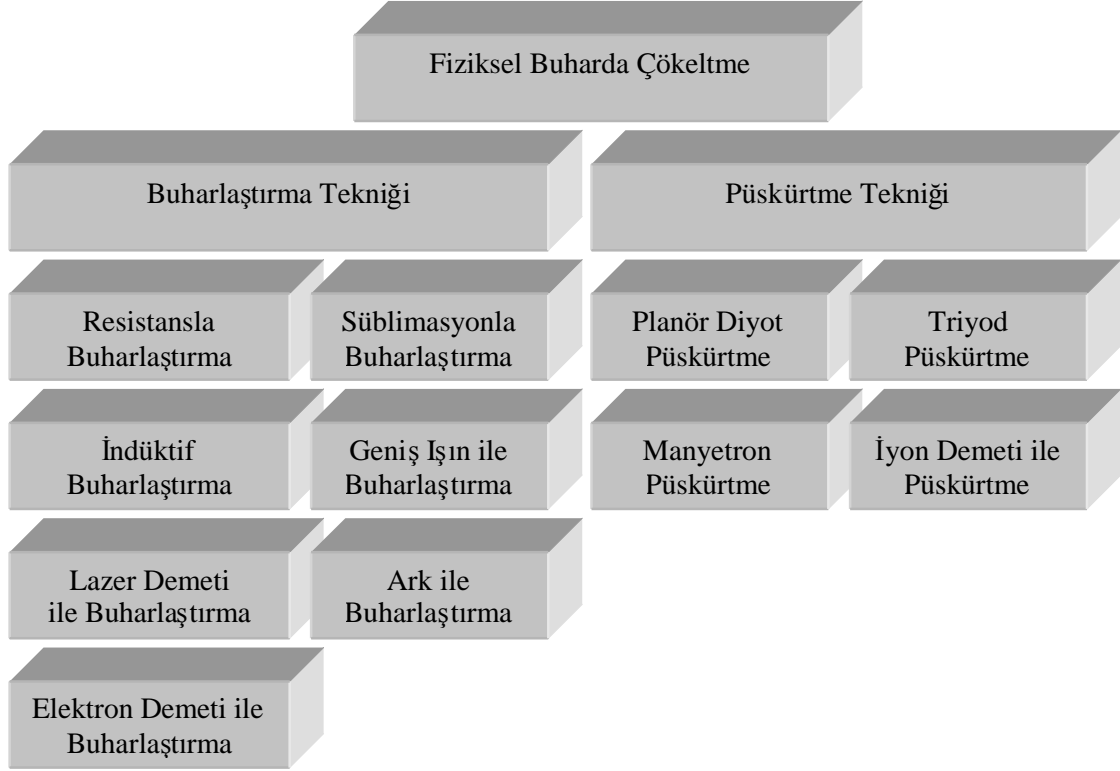
Parametreler	Değerler
Kritik sıcaklık	$T_c = 39-40$ K
Hegzagonal örgü parametreleri	a= 0,3086 nm c= 0,3524 nm V= 0,02906 nm ³
Teorik yoğunluk	$\rho = 2,55$ g/cm ³
Basınç katsayısı	$dT_c/dP = -1,1-2$ K(GPa) ⁻¹
Taşıyıcı yoğunluğu	$n_s = 1,7-2,8 \times 10^{23}$ hole/cm ³
İzotop etkisi	$\alpha_T = \alpha_B + \alpha_{Mg} = 0,3 + 0,02$
T _c yakınındaki özdirenç	$\rho(40K) = 0,4-16$ $\mu\Omega cm$
Özdirenç oranı	$RR = \rho(300K) / \rho(40K) = 1-27$
Üst kritik alan	$H_{c2//ab}(0) = 14-39$ T $H_{c2//c}(0) = 2-24$ T
Alt kritik alan	$H_{c1}(0) = 27-48$ mT
Tersinmez alan	$H_{in}(0) = 6-35$ T
Koherens uzunluğu	$\xi_{ab}(0) = 3,7-12$ nm $\xi_c(0) = 1,6-3,6$ nm
Nüfuz derinliği	$\lambda(0) = 85-180$ nm
Enerji aralığı (Canfield ve Crabtree, 2003; Choi vd., 2002)	$\Delta_1(0) = \sim 2$ meV $\Delta_2(0) = \sim 7$ meV
Debye sıcaklığı	$\Theta_D = 750-880$ K
Kritik akım yoğunlukları	$J_c(4,2K, 0T) > 10^7$ A/cm ² $J_c(4,2K, 4T) = 10^6$ A/cm ² $J_c(4,2K, 10T) > 10^5$ A/cm ² $J_c(25K, 0T) > 5 \times 10^6$ A/cm ² $J_c(25K, 2T) > 10^5$ A/cm ²

1.3. İnce Film Kaplama Teknikleri

Günümüz teknolojisi, bir tek malzemedен elde edilmesi mümkün olmayan çeşitli özelliklerin kombinasyonuna sahip malzemelere ihtiyaç duymaktadır. Bu amaç için kaplama tekniklerinden faydalanılmaktadır. Yüksek teknoloji uygulamaları için kaplama yöntemleri; fiziksel buharda çökeltme (PVD) ve kimyasal buharda çökeltme (CVD) olarak ikiye ayrılır. Özellikle PVD yönteminin diğerlerine oranla daha düşük işlem sıcaklıklarında yapılabilmesi ve geniş kalınlık aralıklarında kaplamaların elde edilebilmesi, PVD yöntemine daha geniş kullanım alanları sunmaktadır (Mattox, 1998).

1.3.1. Fiziksel Buharda Çökeltme (PVD)

Vakumlu ortamda, bir ısıtıcı (rezistans, lazer, elektron bombardımanı vb.) ile buharlaştırılan kaplayıcı malzeme, kaplanacak olan malzeme üzerinde ince bir film katmanı halinde çökeltilir. PVD kaplama tekniği, katı haldeki ham maddenin yüksek enerji ile plazma haline getirilerek, kontrollü olarak, kaplanacak malzemenin üzerine yapıştırılması işlemi olarak özetlenebilir (URL-1, 2012). PVD yöntemi, gaz fazın elde edilmiş prensibine göre buharlaştırma ve püskürtme (Sputtering) olmak üzere iki grup altında incelenebilir. Şekil 1.11, fiziksel buharda çökeltme metotlarının şemasını göstermektedir.



Şekil 1.11. Fiziksel buharda çökeltme metotlarının şeması

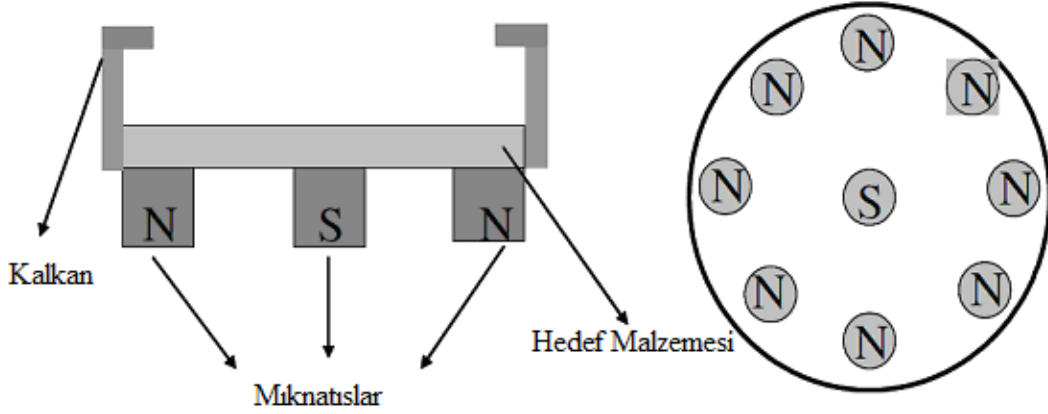
1.3.1.1. Manyetron Püskürtme

Manyetron püskürtme, ince filmlerin fiziksel buharda çökeltme yöntemleriyle kaplanmasında çok kullanılan yöntemlerden biridir.

Püskürtme (sputtering) süreci içinde plazmadan gelen gaz iyonları çökeltilecek malzemeyi içeren bir hedefe doğru hızlandırılır. Malzeme hedeften ayrılır ve daha sonra orada bulunan bir altlık üzerine çökeltilir. Süreç, çökeltme başlamadan önce vakum basıncı altına pompalanan kapalı bir alıcıda gerçekleştirilir.

Plazmanın ateşlemesini mümkün kılmak üzere 0,5...12 Pa arasında bir basınca kadar çember genellikle argon ile beslenir. Doğal kozmik radyasyon nedeniyle burada daima bazı iyonlaşmış Ar^+ iyonları mevcuttur. dc-manyetron püskürtmede hedefe birkaç yüz Volta kadar negatif potansiyel uygulanır. Sonuçta Ar iyonları hedefe doğru hızlandırır ve malzeme serbest kalırken diğer tarafta ikincil elektronlar üretirler. Bu elektronlar gazın daha fazla iyonizasyonuna neden olurlar. Yeterli bir iyonizasyon oranı için yanan bir plazma oluşur ve burada malzemenin püskürtülmesi için gerekli olan yeterli iyon miktarı mevcuttur.

İyonizasyon oranını yayımlanmış ikincil elektronlarla da artırmak için manyetron püskürtmesinde hedefin altında bir halka mıknatıs (bu halka mıknatıslar su soğutmalıdır) kullanılır. Şekil 1.12’de gösterildiği gibi hedefin merkez eksenini, mıknatısın bir kutbunu oluşturur. İkinci kutbu ise, hedefin kenarlarına yerleştirilen mıknatıslar tarafından oluşturulur. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesi, elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlar (URL-2, 2012).

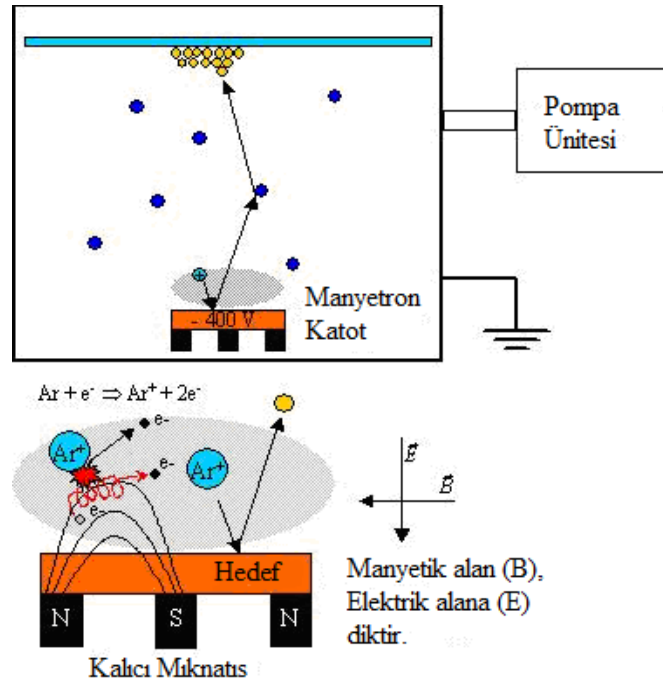


Şekil 1.12. Manyetron püskürtme düzeneğinin şekli

Halka mıknatısın alanında elektronlar sikloitler içinde tuzaklanır ve hedefin yüzeyi üzerinde dolaşır. Katot (hedef) yüzeyinde yayımlanan bu ikincil elektronlar, gaz içinde daha uzun kalma zamanı ile daha yüksek iyonizasyon olasılığına neden olurlar (yani; plazmanın daha yoğun olmasını sağlarlar). İyonizasyon etkisinin artmasından dolayı, geleneksel (klasik) püskürtmeden daha düşük çalışma basınçlarında plazma ateşlemesi oluştururlar (yüz kata kadar daha küçük olabilen basınçlarda). Çalışma basıncının düşürülmesiyle, altlığa giden püskürtülen hedef atomlarında daha az çarpışmalar meydana gelir (böylece altlık üzerindeki çarpışmada kinetik enerjisi daha yüksektir), altlığa ulaşan tanecik sayısı artar ve bunun sonucunda birikme hızları (çökertme oranı) nispeten yüksek (dakikada birkaç mikron) olur. Elektron yoğunluğu ve böylece üretilen iyonların sayısı, B alanının altlık yüzeyine paralel olduğu yerde en yüksektir. En yüksek püskürtme randımanı (verimi) bu bölgenin hemen altında bulunan hedef alanı üzerinde gerçekleşir. Manyetron püskürtmenin şematik gösterimi Şekil 1.13’te gösterilmiştir (URL-2, 2012).

İletken olmayan (yalıtkan) bir hedefin pozitif iyonlarla bombardıman edilmesi yüzeyin elektriklenmesine (yüklenmesine) ve sonuç olarak da elektriksel alanın

kalkanlaşmasına (shielding) yol açar. İyon akımı sona erer. Bu yüzden dc-manyetron püskürtme (sputtering), metaller ya da katkılı yarıiletkenler gibi iletken malzemelerle sınırlanır. Dielektrik filmleri üretmek için rf-manyetron püskürtme kullanılır. rf-manyetron püskürtmede (radyo frekansı kaynağının frekans değeri 13,56 MHz'dir) hedefe, bir ac-voltaj uygulanır. Bir faz iyonları hedef yüzeyine (hedefe) doğru hızlandırılır ve malzemeyi püskürtür. Diğer aşamada ise yük nötralitesi elde edilir. Bu vesileyle de iletken olmayan malzemelerin püskürtülmesi de mümkün hale gelir (URL-2, 2012).



Şekil 1.13. Manyetron püskürtme sürecinin şematik gösterimi (URL-3, 2012).

Magnetron Püskürtmenin Avantajları (Ellmer, 2000):

- Düşük altlık sıcaklığı
- Altlıklar üzerine filmlerin iyi yapışması
- Yüksek çökeltme oranları (12 $\mu\text{m}/\text{dak.}$ ya kadar)
- Filmlerin çok iyi kalınlık tekdüzeliği ve yüksek yoğunluğu
- Sürecin iyi kontrol edilebilirliği ve uzun süreli kararlılığı
- Nispeten ucuz çökeltme metodu

1.3.1.1.1. Püskürtme Parametreleri

Elde edilen filmin özellikleri aşağıdaki püskürtme parametrelerinin ayarlanmasıyla kontrol edilebilir (URL-2, 2012).

Püskürtme akımı I_{sp} , esas olarak çökertme sürecinin oranını ve dolayısıyla da ya var olan büyüme merkezleri üzerinde yüzey difüzyonu ve yığılmasını ya da diğer atomlarla çekirdeklenmesi için büyüme süreci boyunca gelmekte olan parçacıklar için kalan zamanı belirler. Uygulanan voltaj püskürtülen parçacıkların hedeften kaçmasını sağlayabilen (bağlanma enerjisi tarafından düşürülür) maksimum enerjiyi belirler. Püskürtülen parçacıkların enerjileri, 1 eV ve 10 eV arası maksimum dağılımla geniş bir dağılım sergilerler. Uygulanan voltaj ayrıca püskürtme randımanını belirler ki bu da içeri gelen iyon başına düşen püskürtülmüş parçacıkların sayısıdır.

Püskürtme odasındaki p basıncı sıçratılan malzeme için ortalama serbest yol λ 'yı belirler ve bu da $1/p$ ile orantılıdır. Hedef-altlık mesafesiyle beraber basınç, hedeften altlığa doğru hareket eden parçacıkların kaç tane çarpışmaya maruz kalacaklarını kontrol eder. Bu da filmlerin porozitesini(gözenekliliklerini) etkileyebilir. Ne var ki kristallik ve doku da ayrıca etkilenebilmektedir.

Gaz karışımı yoluyla metal bir hedeften sıçratılan filmlerin stokiometrisi kontrol edilebilir. İstenilen toplam basınç Ar-akışının q (Ar) düzenlenmesiyle sabit tutulurken oksijen akışı q (O_2) değişken parametredir.

Altlık sıcaklığı, örneklerin kristallığı veya yoğunluğuna ilişkin olarak büyüme davranışı üzerinde güçlü bir etkiye sahip olabilir ve bu sıcaklıkta oda sıcaklığı ile 500°C arasında ayarlanabilir. Ama dışarıdan ısıtmanın olmadığı püskürtme sırasında bile, özellikle kalın filmlerin çökeltmesi için yapılan uzun püskürtme zamanlarında, altlık sıcaklığı önemli ölçüde yükselebilir.

Prensip olarak bias-gerilimi (voltajı) altlığa $\pm 100V$ 'a kadar uygulanabilir ve elektronları veya iyonları altlığa doğru hızlandırma ya da onları uzaklaştırma etkisine sahiptir. Her ikisi de literatürde belirtildiği üzere tabaka büyümesi üzerinde etkiye sahip olabilir.

Genellikle altlık ve hedef yüzeyleri birbirine paraleldirler. Çökeltme açısının bir değişimi (ayrıca: eğimli geliş açısı altında püskürtme) altlığın yan yatırılmasıyla elde edilebilir ve böylelikle film büyütülmesi için yeni tercihtir ve potansiyel olarak anizotrop filmler meydana getirilebilir.

1.4. MgB₂ Filmin Sentezlenmesi

MgB₂ süperiletken filmlerin sentezi, çeşitli yöntemlerle yapılmaktadır. MgB₂ filmler üzerine Naito ve Ueda tarafından 2004 yılında yapılmış iyi bir çalışma bulunmaktadır (Naito ve Ueda, 2004). Külçe MgB₂ ile aynı seviyesinde T_c değeri ve sıfır alanda 4,2 K'de 3×10^7 A/cm² kadar yüksek değerlerde kritik akım yoğunluğu (J_c) MgB₂ filmlerde başarılmıştır. MgB₂ sentezi üzerine yapılan çalışmalar, süperiletken elektronik aygıtlar ve MgB₂ kullanarak süperiletken kaplamalı iletkenler için yapılan uygulamalara olduğu kadar, MgB₂ süperiletkenliğinin doğasının teorik olarak çalışılmasına da büyük katkı sağlamıştır (Zhao, 2005).

1.4.1. MgB₂ Film Sentezleme Yöntemleri

MgB₂ filmlerin hazırlanma yöntemleri, MgB₂ faz oluşumu için atılan adımlar çerçevesinde, ek işlemsiz film büyütme (as-grown), in-situ iki aşamalı hazırlama ve ex-situ iki aşamalı hazırlama olarak üç kategoride incelenir. Yöntemleri ayrıca, film çökeltme sürecinin özelliklerine bağlı olarak fiziksel buharda çökeltme (PVD), kimyasal buharda çökeltme (CVD), elektrokimyasal yöntem şeklinde sınıflandırmak mümkündür. Ueda ve Naito, MgB₂ ince film hazırlama metotlarını geniş bir şekilde ele aldılar (Naito ve Ueda, 2004; Ueda ve Naito, 2002). Söz konusu metotlar şu sıra ile aşağıda verildi: Ek işlemsiz büyütülmüş (as-grown) film, in-situ iki aşamalı hazırlama, ex-situ iki aşamalı hazırlama.

1.4.1.1. Ek İşlemsiz (as-grown) Film Büyütme Yöntemleri

Ek işlemsiz büyütülmüş (as-grown) ifadesi, çökeltme sırasında oluşan MgB₂ fazıdır ve daha fazla ısıl işlem gerektirmeyen süperiletken filmle sonuçlanır. Ek işlemsiz büyütülmüş MgB₂ filmler için iyi bir T_c, moleküler demetli epitaksi (MBE) ile elde edildi (Ueda ve Naito, 2001; Jo vd., 2002, Kim vd., 2004). Şartlar şu şekildedir: Mg ve B metal kaynaklardır, altlık sıcaklığı 295-320°C'dir. Kritik sıcaklık (T_c) yaklaşık 34,5-37 K (başlangıç) ve geçiş genişliği (ΔT_c) ~0,5 K'dir. Kritik akım yoğunluğu 4×10^5 - 4×10^6 A/cm² (4,2K, 0T) dir. Artık direnç oranı (RRR) ~2'dir. Ek işlemsiz atılımlı lazerle çökeltme (PLD) ile büyütülmüş film için elde edilen T_c= 25 K (başlangıç)'dir (Grassano vd., 2001). Altlık sıcaklığı 450 °C'dir. Filmin RRR değeri ~1,1'dir. PLD için hedef Mg

bakımından zengin olmasına rağmen, 300°C'den daha fazla bir sıcaklık altında bulunan filmde, magnezyum eksikliği riski oldukça yüksektir. Saito ve arkadaşları (2002) püskürtme (sputtering) yoluyla hazırlanmış ek işlemsiz filmlerde de aynı davranışı bulmuşlardır. Püskürtme ile yapılan ek işlemsiz filmler için büyümenin sıcaklık penceresi oldukça dardır. Daha düşük altlık sıcaklıklarında (205-220°C), filmlerde aşırı Mg vardır ve T_c çok düşüktür (0T'da 7K ve 14K). Bu durum, filmin düşük sıcaklık oluşumundan kaynaklanıyor olabilir ki, bu durum da MgB_2 filminin zayıf kristalizasyonu ile sonuçlanır. Daha yüksek sıcaklıkta (252°C) Mg'un 2B'a oranı 0,4'e düşer ve filmin T_c 'si 27,8 K'e (0T) yükselir. Altlığın artan sıcaklığı filmin iyi bir şekilde kristalleşmesine muhtemelen katkı sağlar. Bununla beraber, daha yüksek sıcaklık magnezyumun daha fazla buharlaşma oranına da katkı sağlar. Sıcaklıkta meydana gelecek daha fazla artış (268°C) yarıiletken bir filmle sonuçlanır ki bu durumun ortaya çıkması Mg eksikliğinin oldukça yüksek olduğu fazların oluşumundan ve buna bağlı olarak da MgB_2 fazının gerçekleşmemesinden kaynaklanıyor olabilir.

En iyi ek işlemsiz büyütme yöntemiyle büyütülmüş MgB_2 film, Zeng ve arkadaşları tarafından önerilen hibrid fiziksel-kimyasal buharda çökeltme (HPVCD) yöntemiyle olmaktadır (Zeng vd., 2002; Zeng vd., 2003). Bu yöntemde, H_2 ortam gazı içindeki 1000 ppm diborür (B_2H_6) sürekli olarak reaktörden akmaktadır. 4H-SiC (0001) altlığın sıcaklığı 730-760 °C'dir. Mg buharı, altlığa yakın sıcak bir tabaka üzerine yığılmış Mg dilimlerinden elde edilmektedir. Reaksiyon sonrasında oldukça düzgün bir şekilde sıralanmış epitaksiyel MgB_2 film elde edilir. Elde edilen bu film; 39,5 K T_c 'de sıfır dirence, yaklaşık 0,5 K olan dar bir geçiş genişliğine ve $RMS=3nm$ ile oldukça pürüzsüz bir yüzeye sahiptir. Sıfır alanda 4,2 K'de $J_c= 1.2 \times 10^7 A/cm^2$ dir.

1.4.1.2. In-situ ve Ex-situ Tavlama Yöntemleri

Özellikle düşük sıcaklıkta çökeltilmiş MgB_2 filmler için, filmlere uygulanan tavlama işleminin, iyi süperiletken özellikler elde etmede oldukça etkili olduğu görülmüştür. Temel olarak iki tür tavlama vardır: In-situ (film büyütme sistemi içinde gerçekleştirilen) tavlama ve ex-situ (film büyütme sisteminden farklı bir ortamda gerçekleştirilen) tavlama. In-situ tavlama, aynı çökeltme odasında (chamber), çökeltmeden hemen sonra gerçekleştirilir. Ex-situ tavlama için ise filmin, yüksek sıcaklık ve yüksek magnezyum buhar basıncının bir arada bulunduğu sızdırmaz bir odaya veya tüp içine alınması gerekir. Magnezyum buharı

genellikle sızdırmaz oda veya tüp içine magnezyum parçaları yerleştirilerek elde edilir. Bazı çalışma grupları tavlama yöntemini kullanarak MgB_2 filmlerde, külçe-benzeri T_c elde etmeyi başardılar. Bunlardan Kang ve arkadaşları (2001) ilk olarak, bor filmi $900^\circ C$ 'de 30 dakika ex-situ tavlarken 39 K'de T_c (başlangıç, 0T) elde ettiler. Bor film, $SrTiO_3$ (100) tek kristal altlıklar ve r düzlem- Al_2O_3 altlıklar üzerine PLD metodu ile çökeltildi. Daha sonra bor film, tantalyum bir tüp içine magnezyum parçalarıyla birlikte yerleştirildi ve Ar atmosferi içinde hapsedildi. Tüpler $900^\circ C$ 'ye kadar ısıtıldı ve 10-30 dakika arası bekletildi. Bu rutin; ilk filmin oluşturulmasında, altlık seçiminde, tavlama sıcaklığı ve zamanın ve tüp materyallerindeki ufak farklılıklarla birlikte tavlama metodlarının tipik bir örneğidir. Eom ve arkadaşları (2001(a)) iyi bir J_c 'yi oksijen katkılı MgB_2 filmlerinde bir Mg+B ön-filmini oksijen karışımı bir atmosferde tavlarken elde ettiler. Paranthaman ve arkadaşları (2001), Moon ve arkadaşları (2001) ve Zhai ve arkadaşları (2001(a)), B filmleri oluşturmak için e-demeti buharlaştırma yöntemini kullandılar. Plecenik ve arkadaşları (2001), Kus ve arkadaşları (2002), termal ortak çökeltme (thermal co-deposition) kullandılar ve Mg+B ön-filmleri elde ettiler. Vaglio ve arkadaşları (2002), MgB_2 ve Mg bakımından zengin MgB_2 hedefleri ile dc magnetron püskürtme kullandılar. Bu ve arkadaşları (2002) ise, bor filmler için rf magnetron püskürtme kullandılar.

Bazı çalışma gruplarının esnek altlıklar üzerine çökeltilen MgB_2 film ile iyi sonuçlar elde etmeleri dikkate değerdir. Komori ve arkadaşları (2002), ex-situ tavlamanın takip ettiği PLD yöntemini kullanarak hastelloy altlık üzerine iyi sonuçlar elde ettiler. İtriyum ile kararlı duruma getirilmiş(stabilized) zirkonyumdan (YSZ) oluşan tampon tabaka ilk olarak hastelloy teyp üzerinde bias püskürtme ile çökeltildi. MgB_2 filmler daha sonra YSZ tampon tabaka üzerine PLD ile çökeltildi. Elde edilen T_c , 29K (0T)'dir ve 4,2 K'da H_{c2} (üst kritik alan) ve H_{irr} (tersinmezlik alanı) sırasıyla 33T ve 18T'dır. Teypler J_c 'nin oldukça iyi küçük bir manyetik alan bağımlılığını gösterdi. Sıfır alanında $J_c \sim 1.5 \times 10^6$ A/cm² iken ve 10T'da 1.1×10^5 A/cm²'ye kadar hafifçe düştü. R_{290K}/R_{Tc} 'nin artık direnç oranı (RRR) yaklaşık 0,6~1 olarak bulundu. Komori ve arkadaşları (2002), RRR'nin bu küçük değerinin genellikle in-situ tavlamanmış filmlerde görüldüğü gibi filmlerdeki çok ince yapıdan (10nm'den daha küçük tane boyutuna sahip) kaynakladığını ileri sürdüler. Filmin içindeki ince yapının ve nano boyuta sahip MgO içeriğinin, filmlerde girdap örgüsünün (vortex lattice) güçlü bir şekilde çivilenmesine katkıda bulunduğu düşünüldü. Böylece düşük alan bağımlılığı ve yüksek H_{c2} ve H_{irr} elde edildi.

Kus ve arkadaşları (2002), kapto-E poliamid folyo üzerinde ex-situ tavlamayla birlikte ısıyla ortak çökeltme (heat co-deposition) kullanarak süperiletken MgB_2 filmler elde ettiler. Mg-B filmler, yaklaşık $600^\circ C$ 'ye kadar ısıtıldı, ama aynı zamanda yapıların arka tarafları, plastik altlığın aşırı şekilde ısınmasını önlemek için su soğutmalı bir radyatöre bağlandı. Bu süreç sonunda elde edilen MgB_2 filmler, süperiletken geçişi 29K'de başlayan ve yaklaşık 3 K geçiş genişliğine sahip amorfardı. Kritik akım yoğunluğu $4.2 K$ 'de, $>7 \times 10^5 A/cm^2$ idi ve bu filmlerin sıcaklık bağımlılığı, taneler arası zayıf bağlara sahip bir taneli film kompozisyonu ortaya koydu.

Hur ve arkadaşları (2001), iki adım sentezleme yoluyla bor tek kristaller üzerine MgB_2 filmler hazırladılar ve bir T_c artışı ($\sim 41.7K$) gözlemlediler. Bu artışın olası bir açıklaması, MgB_2 filmler ve bor altlıklar arasındaki gerilebilir epitaksiyel dayanım (tensile epitaxial strain) olmakla birlikte bu henüz doğrulanmadı. Arayüzdeki epitaksiyel gerilme, ince filmlerin T_c 'sini arttırmanın yollarından biridir. Bu da yüksek sıcaklık süperiletkenleri için kanıtlandı. Daha ucuz ve esnek altlıklar üzerine yapılan bu çalışmalar, süperiletken MgB_2 'nin kaplanmış iletkenlere uygulanmasına yönelik bir diğer adımı temsil etmektedir.

1.4.1.3. Diğer MgB_2 Film Oluşturma Yöntemleri

Elektrokimyasal yöntem MgB_2 filmleri üretmenin bir diğer geçerli yöntemidir. Jadhav ve Pawar (2003), gümüş folyolar üzerine elektrokimyasal sentez yoluyla süperiletken MgB_2 film üretmeyi başardılar. Reaksiyon sırasında hem sulu hem de susuz çözeltiler kullanıldı. Sonuçta elde edilen film 5 saat boyunca $450^\circ C$ 'de ısıtıldı. T_c , dar bir geçiş genişliği ile 36,4 K olarak bulundu. Elektrokimyasal metotlar genellikle düşük maliyete sahiptir ve kaplamalı iletken uygulamaları için uygun kalın filmler elde etmenin kolay yoludur. Elektrokimyasal metodun temel eksikliği, süperiletken elektroniğinde potansiyel uygulamaları engelleyen düşük yüzey kalitesidir.

Li ve arkadaşları (2001(a)), sol-gel metodu ile paslanmaz çelik üzerine MgB_2 filmler hazırladılar. Magnezyum ve bor tozları aseton içerisinde karıştırıldı ve altlık üzerine çökeltildi. Örnekler $660-800^\circ C$ 'de sinterlendi. Böylece T_c , $\sim 37,5 K$ ve J_c ise $5 K$ ve $1 T$ 'da $\sim 8 \times 10^4 A/cm^2$ olarak elde edildi. Filmlerdeki temel sorun ise filmlerin altlığa zayıf yapışması oldu. Bu yöntem, MgB_2 kaplanmış iletkenlerin hazırlanması için ekonomik sentez yolu sağlayabilir.

1.4.2. Farklı Hazırlama Yöntemlerine Göre MgB₂ Filmlerin Mikroyapıları

PVD yöntemleriyle, oda sıcaklığındaki altlıklar üzerine büyütülmüş MgB₂ filmler genel olarak amorf turlar. Filmin sitokiyometresi, hedef (target) ile neredeyse aynıdır. Diğer bir deyişle, magnezyum, atmosfer içinde buharlaşmaz. Ancak, oda sıcaklığında elde edilmiş bu amorf filmler, süperiletken değildir.

Kısa süreli bir tavlama filmleri hızlı bir şekilde kristalize edecektir. Bu süreç, zaman ve sıcaklığın geniş bir aralığında ya in-situ ya da ex-situ ile başarılabilir. Genellikle in-situ tavlama, 550-660°C'de 30 dakikadan daha az bir sürede yapılmaktadır. Kristalleşme için sıcaklık daha düşük aralıkta sınırlanmaktadır ve tavlama süresi MgB₂'nin ayrışması ve Mg'un buharlaşmasını azaltmak için çok kısa tutulmaktadır. Ex-situ tavlama ise 700-950°C'de başarıldı. Filmler içersinde Mg'yi tutmak için, filmlerle birlikte Mg tablet (pellet) sızdırmaz bir tavlama tüpünün içersine yerleştirilmelidir. Mg tablet, oldukça yüksek Mg buharı sağlamaktadır ve böylece, Liu ve arkadaşları tarafından (2001) çalışılmış Mg-B faz diyagramında, Mg-gaz+MgB₂ fazı denge bölgesi içinde, filmler kalabilecektir. Tavlama tüpü, Ta, Ti ya da Nb'den yapılmalıdır. Bu tüpler yüksek sıcaklıklara dayanabilir ve Mg buharıyla etkileşmezler. Kuartz tüp kullanıldığında ise, film ve Mg tablet, kuartz ve Mg buharı arasındaki reaksiyondan kaçınmak için, Ta ya da Nb folyo ile sarılmalıdır.

Ek işlemsiz büyütülmüş (as-grown) MgB₂ filmler, genellikle 250-330°C'de çökeltirler. Bu MgB₂ filmlerin kristalleşmesi zayıf olmaktadır ve T_c önemli bir şekilde bastırılmaktadır (30-36K). T_c, çökeltme sıcaklığının artmasıyla artar. Ancak, sıcaklık belli bir değerin üzerindeyse, filmler süperiletken olmaz. Daha yüksek altlık sıcaklıklarıyla yarıiletken duruma dönüşüm, filmlerde MgB₂ fazının eksikliği ve Mg kaybından dolayıdır (Saito vd., 2002). Altlıkların en uygun sıcaklığı, her yöntemine göre ve hatta her kullanılan araçlara göre farklı olmaktadır.

PVD olmayan yöntemlerle yüksek sıcaklıklarda Mg kaybı probleminden kaçınılabılır (electroplating yöntem, HPCVD yöntemi). HPCVD yönteminde, altlık sıcaklığı 760°C kadar yüksek bir değere ulaşılabilir. Böylece süperiletken filmler epitaksiyel olarak büyüyebilmektedir (Zeng vd., 2002; Zeng vd., 2003). Filmlerin iyi kristalizasyonu T_c=39K ile sonuçlanır. Bu da külçe MgB₂'nin T_c değeridir.

Literatür araştırmalarının sonuçlarını toparlarsak, MgB₂ filmin zayıf kristalizasyonu, düşük T_c ile ilişkilidir ve MgB₂'nin c-ksenine yönelimi T_c'yi arttırmada faydalıdır. MgB₂

filmin J_c 'si, genellikle külçe MgB_2 'ninkinden daha yüksektir. Filmlerde J_c 'nin alan bağımlılığı, külçe MgB_2 'den düşüktür. Bu gösterir ki, ince filmlerin ince yapısı vorteks üzerinde önemli çivileme kuvveti sağlar. Filmlerin boyutu, ayrıca T_c üzerinde etkilidir. MgB_2 filmlerin T_c üzerinde kalınlık etkileri çalışıldı (Naito ve Ueda, 2004). En yüksek T_c 'nin başarılması için, MgB_2 filmin kalınlığı 100 nm'den daha büyük olması gerektiği bulundu.

Neredeyse bütün gruplar, ex-situ tavllanmış MgB_2 filmlerin kritik sıcaklığını 39K ve kritik akım yoğunluğunu birkaç milyon A/cm^2 elde ettiler. In-situ tavllanmış MgB_2 filmler için, en iyi sonuçlar arasında T_c sadece 25-35 K'dir. Ancak J_c , $1-10 \times 10^6 A/cm^2$ 'dir (7,5-12K, 0T'da). Bu sonuç, ex-situ filmlerdeki J_c ile benzerdir. PVD yöntemiyle elde edilen ek işlemsiz büyütülmüş (as-grown) MgB_2 filmler için ise, in-situ tavlama ile aynı seviyede T_c ve J_c elde edildi. Umut verici olarak, CVD yöntemiyle elde edilen ek işlemsiz MgB_2 filmlerde $T_c=39$ K ve J_c ise tavllanmışlardan daha yüksek olarak elde edildi.

Ex-situ tavlama yöntemi çoklu tabakalı film yapıları üretmek için uygun değildir ve böylece Josephson Junctionlar gibi mikroelektronik aygıtlar için uygulama yapılmasına engeldir. Ancak, daha yüksek T_c ve daha iyi kristalizasyona ulaşılabilir. Bu yüzden MgB_2 kaplanmış iletken, mikrodalga jeneratörü ve MgB_2 'nin süperiletkenliğindeki temel araştırma çalışmaları için yararlı olabilir. Ek işlemsiz büyütülmüş (as-grow) ve in-situ tavlama yöntemleri, çoklu tabakalı film üretimi için uygundur ve bu yöntemleri kullananlar, T_c ve J_c 'leri arttırmak için odaklanmalıdır. Elektrokimyasal sentez ve kaplama-sinterleme yöntemleri çok ekonomiktir. Onlar, ticari kaplanmış süperiletkenler üretmek için uygun yöntem olabilir.

1.5. MgB_2 Film İçin Altlık Seçimi

Süperiletken ince filmler, mikroelektronikte, özellikle elektronik devre paketlerinde, Josephson bağlantılarında, mikrodalga soğurucu ve çok hızlı, duyarlı ve etkili hale gelen sensörler için çok büyük avantaj sağlamaktadır. Bununla birlikte, süperiletkenlerin film şeklinde eldesi oldukça karmaşıktır. Süperiletkenlerin ince film fabrikasyonu doğru stokiometri, taneciklerin iyi yönlendirilmesi ve uygun altlık seçimi gibi birkaç ölçüt gerektirir.

MgB_2 ince film şeklinde üretilirken, üzerine film yapılacak uygun altlık seçimi dikkat gerektiren bir husustur. MgB_2 ince film üretiminde kullanılan en uygun altlıklar; SiC, Si, $LaAlO_3$, $SrTiO_3$, MgO, Al_2O_3 ve paslanmaz çelik (SS) olarak belirlenmiştir. Film

üretiminde altlıkların seçimi kadar kullanılan hazırlama yöntemi de malzemenin süperiletkenlik özelliklerini etkileyebilmektedir. Yapılan araştırmalar aynı altlık yüzeyi üzerine farklı yöntemlerle yapılan filmlerin süperiletkenlik özelliklerinde bir değişimin meydana geldiğini göstermektedir. Her bir yöntem için T_c ve geçiş aralığı değişim gösterebilmektedir.

Bütün Josephson aygıtlarının yeniden üretilebilirliği ve güvenilirliği, MgB_2 ince filmlerin epitaksiyelliğine ve düzgünlüğünün derecesine bağlıdır (Brinkman vd., 2003). Epitaksiyel büyütme için, filmlerin yüksek altlık sıcaklığında (örneğin 600-800°C) büyütülmesine ihtiyaç duyulur. Bu yüzden, yüksek sıcaklıklarda MgB_2 film ile reaksiyona girmeyen altlık seçmek gerekir.

Epitaksiyel büyümede en fazla önemli olan altlık seçimidir. MgB_2 , c-ekseni boyunca dönüşümlü olarak yığılmış Mg ve B düzlemlili hegzagonal yapıya sahiptir ve bu yüzden yüzeyde en iyi sonuçların hegzagonal örgülü altlıklar ile sağlanacağı anlaşılabilir (Ueda ve Naito, 2003). Tablo 1.2 hegzagonal yapılı materyallerin genel bir bakışını veriyor.

Altlık seçimi en az interdifüzyon ve en iyi örgü denkliğinin başarılması açısından önemlidir. En iyi kalitede ince filmler çökeltmek için altlık seçimi en önemli parametredir. İyi kalitede kristal MgB_2 ince filmler büyütme için, altlığın örgü parametreleri, MgB_2 örgü parametreleriyle benzer olmalıdır. En iyi kristal ince filmler çökeltmek için birkaç altlık incelendi. Genellikle MgB_2 film üretmek için Al_2O_3 -R, Al_2O_3 -C, MgO (100), $SrTiO_3$ (100), SiC (0001) and $LaAlO_3$ (001) kullanıldı. Yukarıda bahsedildiği gibi, MgB_2 hegzagonal AlB_2 yapıya sahiptir. Hekzagonal yüzeyli altlık tercih edilmelidir. Bu altlıklar ve MgB_2 arasındaki örgü denklikleri Tablo 1.2’de gösterildi (Naito ve Ueda, 2004).

İnterdifüzyon konusunda, He ve arkadaşları (2002), MgB_2 ve yaygın altlık malzemeleri arasındaki reaksiyonu incelediler. Deneylerinde, ince toz şeklinde bu altlık malzemelerinin her biri, ince (flakes) Mg metali ve amorf B tozlarıyla karıştırıldı ve yükseltilmiş sıcaklıklarda (600, 700 ve 800°C) reaksiyona sokuldu. Bu reaksiyonlarda, film üretme sürecinin en iyi modelini sağlamak için MgB_2 performansından ziyade elementel Mg+B kullanıldı. Ayrıca çok ince toz, ince film hazırlamada sıklıkla kullanılan ~600°C kadar düşük sıcaklıklarda bile reaksiyonu arttırmak için kullanıldı. Şaşırtıcı bir şekilde, MgB_2 ’nin birçok altlık malzemesine oldukça inert olduğu bulundu. 800°C’de bile, ZrO_2 , MgO ya da nitratlar (TiN, TaN, AlN) ile reaksiyon olmadı. 600°C’de şiddetli reaksiyona giren SiO_2 ve Si, ve 700°C’de reaksiyona girdiği gözlenen Al_2O_3 istisnadır. Ayrıca

800°C'de MgB_2 , $SrTiO_3$ ve SiC ile reaksiyona girer. Bu sonuçlar ince film aygıt uygulamaları için uygun altlık seçme açısından yararlıdır.

Si (111), SiC , Al_2O_3 (c-düzlem) ve MgO (111), hegzagonal yüzeye sahiptir. Buda onları, mesela kare veya dikdörtgen kristalliğe sahip Al_2O_3 (r-düzlem), $SrTiO_3$ (100) ve MgO (100) ile karşılaştırıldığında MgB_2 büyütme için daha uygun yapar.

Örgü denkliğinden başka, ayrıca altlık ve ince film arasındaki reaksiyon göz önüne alınmalıdır. Tablo 1.3, Mg buharıyla (Liu vd., 2003) ve deneysel gözlemlerle altlıkların hesaplanmış reaksiyonunun genel bir bakışını verir. Liu ve arkadaşları (Liu vd., 2003) altlıkları Mg buharıyla reaksiyonlarına bağlılığına göre 3 kategoride böldü. MgO , SiC , AlN ve TaN altlıklar, Mg buharı ve altlık arasında reaksiyon olmaksızın MgB_2 çökeltmesi için kararlı altlıklardır. Ek olarak, AlN ve TaN , MgB_2 ile (Tablo 1.2) oldukça küçük uyumsuzluğa sahiptir. Mg buharı, Si, ZrO_2 ve TiN altlıklarıyla kısmen reaksiyona giriyor. Bununla beraber, Mg basıncı yeterince küçükse, bu altlıklar Mg buharında kararlı kalabilir. Mg buharı ve SiO_2 , Al_2O_3 ve GaN altlıklar arasında reaksiyonlar vardır.

MgB_2 ile kusursuz örgü denkliğinden dolayı SiC , epitaksiyel MgB_2 büyütme için en gelecek vadeden altlıklardan biri olduğu sonucu çıkarılabilir.

Tablo 1.2. MgB_2 ve birkaç yaygın kullanılan altlığın kristal yapıları ve örgü sabitleri (Naito ve Ueda, 2004).

Altılık	Kristal Sistem	a(Å)	c(Å)	Yüzey Örgü Sabiti(Å)
$SrTiO_3$	Kübik	3,905		(100) Kare (3.905)
MgO	Kübik	4,21		(100) Kare (4.21)
Si	Kübik	5,431		(100) Kare (5.43) (111) Hegzagonal (3.84)
Safir (Al_2O_3)	Hegzagonal	4,76	12,99	C Hegzagonal (4.76) R Dikdörtgen (4.76 x 15.39)
SiC	Hegzagonal	3,081	15,12	(001) Hegzagonal (3.081)
MgB_2	Hegzagonal	3,086	3,522	(001) -

Tablo 1.3. Çeşitli altlıklarla Mg buharının reaksiyonu. Hesaplanmış reaksiyonlar yaklaşık 830-1250°C sıcaklıktadır. S2 orta sıcaklığı belirtiyor (930-1050°C sıcaklıktaki yapı) ve S3 yüksek sıcaklık yapısını belirtiyor (1050°C 'den daha yüksek sıcaklıklardaki yapı) (Liu vd., 2003).

Sınıflandırma	Altlıklar	Hesaplanmış Reaksiyon	Deneyler	
			873 K	1073K
Reaksiyon Yok	MgO SiC	Reaksiyon Yok Reaksiyon Yok	Reaksiyon Yok Reaksiyon Yok	Reaksiyon Yok değişik büyüklüklü MgB ₂
	AlN TaN	Reaksiyon Yok Reaksiyon Yok	Reaksiyon Yok Reaksiyon Yok	Reaksiyon Yok Reaksiyon Yok
Yarı Reaksiyon Var	Si ZrO ₂	Mg ₂ Si ya da reaksiyon yok MgO, bcc, hcp ya da reaksiyon yok	Mg ₂ Si ReaksiyonYok	Mg ₂ Si, MgB ₄ ReaksiyonYok
	TiN	Mg ₃ N ₂ ya da reaksiyon yok	ReaksiyonYok	ReaksiyonYok
Reaksiyon Var	SiO ₂	MgO, Mg ₂ Si, Si	MgO, Si	Mg ₂ Si, MgB ₄ , MgO, Si
	Al ₂ O ₃	MgO, Al ₂ MgO ₄ , fcc	Reaksiyon Yok MgO, Al ₂ MgO ₄	MgO, bilinmeyen
	GaN	Mg ₃ N ₂ _S2 Mg ₃ N ₂ _S3	-	-

1.6. MgB₂ Filimlerin Uygulama Alanları

1.6.1. MgB₂ Josephson Eklemleri ve Aygıtlar

4,2 K'e soğutulmak zorunda olan Nb-tabanlı süperiletkenlerle karşılaştırıldığında, MgB₂'nin süperiletken elektroniği açısından ilgi görmesi, büyük ölçüde Josephson eklem ve devrelerinin 20 K üzerinde çalışmasına olanak sağlayan 40 K'lik yüksek T_c'si nedeniyledir. 20 K'lik bir soğutucu daha az giriş (input) gücüne ihtiyaç duymakta, daha hafif olmakta (onda bir daha küçük kütlede) ve aynı soğutma gücüne sahip 4 K'lik bir soğutucudan daha az maliyet gerektirmektedir (Xi, 2009). Nb-tabanlı 4,2 K teknolojisinde soğutma işlemi için birkaç kilowattlık enerji girişi bulunan kriyojenik soğutuculara gereksinim duyulması teknolojik açıdan kabulü zor bir durumdur. Diğer yandan, yüksek sıcaklık süperiletken (HTS) malzemelere dayalı devreler bu problemi çözebilirler. Ancak, bugüne kadar HTS devre elemanlarının işlevsel parametrelerinin en iyi değerler etrafında az değişimler gösterebilmesinde önemli problemler yaşanmıştır. MgB₂, düşük anizotropi, malzeme kompleksinin daha az olması ve daha uzun koherens uzunluğundan dolayı HTS'lerden kimyasal olarak daha karalıdır (Zhao, 2005). Büyük koherens uzunluğu ve

yüksek T_c , MgB_2 filmleri tekdüze ve kararlı Josephson eklemi ve süperiletken kuantum girişim cihazları (SQUIDs) için uygun bir aday yapar (Naito ve Ueda, 2004). MgB_2 'den yapılmış süperiletken kuantum girişim cihazlarının geliştirilmelerinin daha ilk aşamalarında, proto-tip DC-SQUID'lerin düşük frekans gürültüsünün YBCO (123) ile karşılaştırıldığında 2-3 mertebe daha düşük olduğu görüldü. Bu sonuç, yetişkin bir insanın manyetokardiyogramının ölçülmesine olanak verecek mertebededir (Zhang, 2001). Ayrıca MgB_2 'nin en küçük enerji aralığı Nb'un enerji aralığından daha büyüktür. Bu durum da, MgB_2 aygıtların Nb tabanlı süperiletken aygıtlardan daha hızlı çalışacağına bir göstergesidir (Dai vd., 2012).

MgB_2 Josephson eklemlerinin 20 K üzerinde çalışması için, eklemdaki her iki elektrot MgB_2 'den yapılmış olmalıdır. $MgB_2/Al/Al_2O_3/Nb$, $NMgB_2/AlN/Nb$, $MgB_2/Al_2O_3/V$, MgB_2 /bariyer/In, ve MgB_2 /bariyer/Pb eklemlerini içeren bir elektrodu MgB_2 , diğeri düşük-sıcaklık süperiletken (süperiletken-yalıtkan-süperiletken(SIS) eklemleri) olan üç katmanlı eklemler bildirilmiştir. $MgB_2/MgO/Au$ ve $MgB_2/Al_2O_3/Al$ gibi SIN-tipi (süperiletken-yalıtkan-normal metal) eklemler de ayrıca rapor edilmiştir. Bu üç katmanlı eklemler, çeşitli bariyer materyallerin uygulanabilirliğinin gösterilmesinde ve MgB_2 'nin iki-aralıklı süperiletkenliğinin araştırılmasında çok önemli bir yere sahiptir (Xi, 2009).

Entegre (karma) devreler için MgB_2 /bariyer/ MgB_2 üç tabakalı eklemler üretmek, MgB_2 elektroniği açısından esas araştırma amacı olmuştur (Xi, 2009).

1.6.2. RF Boşlukları İçin MgB_2 Filmler

Süperiletken RF boşluğu, yüksek-enerji fiziği, nükleer fizik, depolama-halka-tabanlı (storage-ring-based) sinkrotron radyasyon kaynakları ve serbest elektron lazerlerinde kullanılan hızlandırıcılar için anahtar teknolojidir. Örneğin, gelecek nesil parçacık hızlandırıcılarında (Uluslararası Doğrusal Çarpıştırıcı) saf Nb'den yapılmış 16000 süperiletken RF boşluğu kullanılacaktır. Nb, teorik limitine yaklaşan önemli performans elde etmiş süperiletken RF boşluklarında yaygın olarak kullanılan materyaldir. RF boşluğu performansının daha fazla gelişmesi için daha yüksek T_c 'li yeni süperiletkenler, daha yüksek RF kritik alan, ve daha yüksek termal iletkenlik gerekmektedir. Nb boşluklarının 2 K yerine 4,2 K'de çalışması için kriyojenik maliyetin azaltılması da fayda sağlayacaktır (Xi, 2009).

RF boşluklarıyla kaplı süperiletken ince film kullanılması fayda sağlayacaktır. RF alanı süperiletken yüzeyinden gitgide ayrılacağından, boşluk özellikleri yalnızca boşluk yüzeyi üzerindeki ince bir süperiletken tabaka tarafından belirlenir ve duvarın geri kalanı yalnızca mekanik destek sağlar. Çok büyük sayıda boşluk gerektiğinde, yüksek-safliktaki külçe niyobyum maliyeti yüksek olabilir ve ince film kaplı boşluklar çekici hale gelir. Dahası, boşluk kısmı için Cu gibi yüksek termal iletkenlikli materyal kullanımı daha iyi termal kararlılığı sağlayabilir. Nb ince filmleri, NbN ve NbTiN gibi B1 bileşikleri, Nb₃Sn gibi A15 bileşikleri, ve yüksek sıcaklık süperiletkeni YBa₂Cu₃O₇ RF uygulamalarında incelenmiştir. MgB₂'nin, RF boşluklarının ince film kaplamasında ümit verici bir süperiletken olduğu görülmüştür (Xi, 2009).

1.7. Literatür Özeti

1.7.1. MgB₂ Süperiletken Sistemine Yapılan Katkılamalar

MgB₂ malzemesinin üzerinde fiziksel, elektriksel ve magnetik özelliklerinin etkilerini bulmak için birçok katkılama (doping) ve ekleme (adding) işlemleri yapılmıştır. Fakat yapılan bütün çalışmalarda MgB₂'nin T_c'ni artıran bir durum gözlenmemiştir. Çoğu araştırmada örnek olarak, nano SiC katkılamasının (Rui vd., 2004), Ti eklemesinin (Zhao vd., 2002; Fu vd., 2003; Prikhna vd., 2004), C katkılamasının (Hol'anova vd., 2004), ZrSi₂ ve WSi₂ eklemelerinin (Ma vd., 2003), Zn ve Al çift katkılamasının (Xu vd., 2004), Zr ve Hf eklemelerinin (Goto vd., 2003), Ir yerdeğiştirmesinin (Sekkina ve Elsabawy, 2003), Pb yerdeğiştirmesinin (Gu vd., 2003), Li ve Na eklemelerinin (Li vd., 2001(b); Li vd., 2003), Ag eklemesinin (Zauaoui vd., 2002), Sn, Co ve Fe eklemelerinin (Kühberger ve Gritzner, 2002), Ti, Zr, Mo, Mn, Fe, Ca, Al, Ag, Cu, Y, Ho yerdeğiştirmelerinin (Cheng vd., 2003; Souptel vd., 2003) ve Cr eklemesinin (Yakıncı vd., 2004) flux pinningde (akı çivilemesi), kritik akı yoğunluğunda ve MgB₂ malzemesinin üst kritik alanı üzerinde önemli bir rol oynadığı görülmüştür. Bununla birlikte katkılamaların çoğu T_c üzerinde küçük ve büyük azalmalara veya tamamıyla süperiletkenliğin ortadan kalkmasına sebep olmuştur. Bu ekleme ve katkılamaların çoğu (örneğin Ti katkılaması) MgB₂ örgüsündeki atomik yapıda tamamen yer almaz.

Mg_{1-x}A_xB₂ (A=Sn, Co, Fe) sistemleri, Kühberger ve Gritzner (2002) tarafından incelendi. Sn için x=0,01 - 0,05 - 0,1- 0,2 - 0,5 şeklinde kompozisyonlar hazırlandı. Yapıda

Mg₂Sn fazı oluştuğu, yüksek Sn konsantrasyonundan dolayı MgB₂ fazının kaybolduğu görüldü. Çünkü Sn'nin, MgB₂ örgüsüne girmeyip Mg ile Mg₂Sn fazını oluşturup MgB₂ oluşumunu engellediği belirlendi. Ayrıca T_c(0)'ın x=0,1 için 37,5 K'den 30 K'e düştüğü gözlenen sonuçlar arasındadır. Co katkılanmış örneklerde de Co miktarı arttıkça örneklerin giderek amorf bir yapı sergilediği ve CoB fazının oluştuğu gözlemlendi. Örgü parametrelerinde Fe ve Co katkısı ile düşüş gösterdi. Buna neden olarak da Fe ve Co elementlerinin Mg'a kıyasla daha küçük yarıçapa sahip olmasından kaynaklandığı gösterildi.

MgB₂ sistemine Fe ve Co elementleri Kuzmann ve arkadaşları tarafından birlikte katkılındı (Kuzmann vd., 2002). Katihal reaksiyon yöntemiyle hazırlanan numunelerin elektronik yapısı incelendi. Fe içeriğinin artmasıyla birlikte Fe₂B'nin ikinci bir faz olarak ortaya çıktığı XRD analizlerinde gözlemlendi. Ayrıca katkılama düzeyi %10 iken CoB fazı da gözlemlendi. Fe ve Co'nun her ikisinin T_c(0)'ı çok az düşürdüğü belirlendi. SEM ve EDX analizleri sonuçlarına göre Fe ve Co'nun her ikisinin MgB₂'de Mg'un yerine geçtiği bulundu.

Katihal reaksiyon yöntemiyle Mg_{1-x}M_xB₂ (M=Ti, Zr, Mo, Mn, Fe, Ca, Al, Ag, Cu, Y) formunda alaşımlar Cheng ve arkadaşları tarafından hazırlandı (Cheng vd., 2003). Yaptıkları çalışmada katkılama etkisinin MgB₂'nin kristal yapısı ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Al hariç yapıya katılan elementlerin çoğunun Mg konumundaki çözünürlüğünün çok düşük olduğu belirlendi. Ayrıca süperiletkenlik geçiş sıcaklığının katkı etkisiyle düştüğü gözlenen sonuçlar arasındadır.

MgB₂ - 3d geçiş metalleri alaşımlarının (Mg_{0.97}TM_{0.03}B₂ (TM= Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn)) elektronik yapıları Prabhakar ve arkadaşları (2002) tarafından teorik olarak incelendi. Sonuçta V, Cr, Mn, Fe ve Co'nun MgB₂ ile yaptıkları alaşımların manyetik oldukları bulundu. Allen Dynes denklemi yardımıyla bu alaşımların T_c değerlerini hesaplandı. En düşük T_c, Mg_{0.97}Cr_{0.03}B₂ için ve en yüksek T_c, Mg_{0.97}Zn_{0.03}B₂ için elde edildi.

İki değerlikli geçiş metallerinin Mg konumlarına kimyasal olarak katkılanması Moritomo ve Xu (2001) tarafından çalışıldı. Mg_{1-x}M_xB₂ (M= Mn, Fe, Co, Ni, Zn ve x=0.03) kompozisyonunda hazırlanan numunelerde Mn²⁺, Fe²⁺, Co²⁺ ve Ni²⁺ şeklindeki manyetik iyonların Mg²⁺ konumlarına yerleştirilmesinin kritik sıcaklığı düşürdüğü gözlemlendi. Bu sonuca sebep olarak da local spin ve cooper çiftlerinin elektron spinleri arasındaki etkileşme gösterildi. Çünkü local spin-elektron etkileşimi Cooper çiftlerinin

bozulmasına ve dolayısıyla kritik sıcaklığın düşmesine neden oldu. Zn katkılması ile kritik sıcaklık değerinin 0,2 K arttığı gözlemlendi. Çünkü fermi düzeyindeki durum yoğunluğunun artışından dolayı kritik sıcaklık artar.

PIT metodu ile Cu, Ag ve Fe kılıflar kullanarak Soltanian ve arkadaşları (2002) tarafından MgB_2 şeritler hazırlandı ve bu şeritlerin J_c değerleri, M-H eğrilerinden faydalanarak Bean formülü yardımıyla hesaplandı. Yapılan çalışmada sinterleme süresinin ve sıcaklığın Cu, Ag ve Fe kaplı MgB_2 şeritlerin kritik akım yoğunlukları üzerine etkileri araştırıldı. 6 dakika sinterleme süreci için, Cu ve Ag kaplı şeritlerin J_c değerleri daha uzun süren sinterleme sürecine oranla daha iyi sonuçlar verdiği gözlemlendi. Çünkü uzun süren ısıtma işlemlerinde MgB_2 Cu ile Cu_2Mg , Ag ile Ag_3Mg fazlarını oluşturduğu görüldü. Sonuçlar Fe'nin MgB_2 ile reaksiyona girmemesinden dolayı en iyi kılıf maddesi olduğunu gösterdi.

Mg konumlarına Fe katkılama etkisi Gao ve arkadaşları (2004) tarafından incelendi. $Mg_{1-x}Fe_xB_2$ tozlarının $x=0,05-0,1-0,2$ ve $0,4$ için amorf bir yapı sergilediği, süperiletken fazın oluşmadığı gözlemlendi. $x=0-0,2$ için $450\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde MgB_2 fazının oluştuğu görüldü. Yapıdaki Fe çözünürlüğünün ısıtma sürecinin artmasıyla azaldığı, bunu takiben a ve c örgü parametrelerinin azaldığı gözlemlendi. $x=0,05-0,1$ ve $0,2$ için kritik sıcaklık, ısıtma işlem sürecinin artmasıyla arttığı bu durumda örgü parametrelerinin azalmasının sonucuyla uyum içinde olduğu bulundu. $450\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ısıtma işlem görmüş $x=0,05$ için sistem, $30-290\text{ K}$ arasında paramanyetik davranış sergiledi. Ayrıca T_c sıcaklığının altında yapıda manyetik düzenlenimin olduğu bulunan sonuçlar arasındadır.

MgB_2 'ye Fe katkısının, J_c -H ve T_c üzerindeki etkileri araştırıldı (Jin vd., 2001). Ağırlıkça %5 Fe eklenmesinin T_c üzerinde hiçbir etkisi yokken, J_c üzerinde negatif etkisi olduğu görüldü. Bu araştırmacılar Fe'nin yanında Cu, Ag, Y, Ti ve Mo katkısı içeren çalışmalarında J_c -H üzerindeki en az negatif etkiyi Fe katkısı içeren MgB_2 bileşiğin gösterdiğini gözlediler.

Prozorov ve arkadaşları (2003), MgB_2 külçe örneğe Fe_2O_3 nanopartiküllerini gömdüler. Sonuç olarak, süperiletken-ferromanyetik bileşik, manyetik nanopartiküller tarafından vorteks çivilemesini geliştirmesinden dolayı manyetik histerisizi arttırdığı gözlemlendi. Yine Prozorov'un grubundan, Snezhko ve arkadaşları (2005) bu deneysel çalışmayı teorik yolla hesapladılar ve vorteks çivilemesinde dikkate değer bir artış gözlediler. Ferromanyetik çivileme merkezleriyle vortekslerin doğrudan manyetik etkileşmesiyle çivileme kuvvetini arttırmak mümkündür (Snezhko vd., 2005). Böylelikle teorik çalışmayla deneysel çalışma doğrulanmış oldu.

MgB₂ kle ve ince filmlerde, nano-Fe katkısının etkisi Dou ve arkadaşları (2005) tarafından incelendi. Hem kle hem de ince filmde nano-Fe katkısının etkisiyle, T_c'nin ok az bastırıldığını, J_c'nin ise manyetik alan ile birlikte şiddetli bir şekilde azaldığını gözlediler.

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

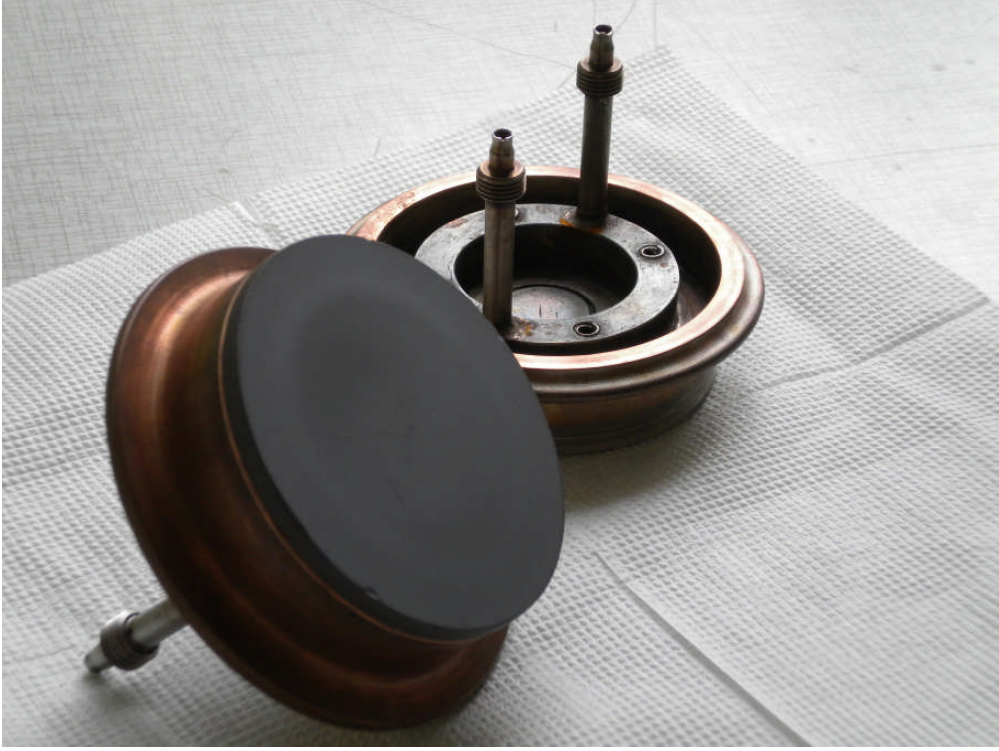
Bu bölümde, doktora çalışması süresince hazırlanmış MgB_2 ince filmlerin üretimi ve bu filmlerin Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren çözelti ile kaplanması hakkında ayrıntılı bilgi verildi ve bu çalışmada kullanılan deneysel ölçüm yöntemleri tanıtıldı.

2.1. Altlıkların Hazırlanması

İnce filmlerin büyütülmesi için altlık temizliği çok önemlidir. MgB_2 süperiletken ince filmleri büyütme için en çok kullanılan altlıklar (100) düzleminde MgO tek kristalleri ve safir kristalleri olarak bilinen Al_2O_3 kristalleridir. Bu çalışmada, altlık olarak 0,5 mm kalınlıklarında (100) düzleminde MgO tek kristalleri ve $(1\bar{1}02)$ r-düzlem Al_2O_3 (safir) kristalleri kullanıldı. 10 x 10 mm boyutlarındaki bu altlıklar kesme makinası kullanılarak 3 x 3 mm boyutlarındaki parçalara bölündü. Bir yüzü parlak olan bu altlıklar ilk önce aseton ve üç kez etanol banyolarında ultrasonik temizleyici ile 16'şar dakika sürelerde (kullanılan ultrasonik temizleyicinin maksimum süresi) temizlendi. Her temizleme işleminden sonra bu altlıklar azot gazı ile kurutuldu. Temizleme sürecinin amacı, altlığın yüzeyindeki üretimden gelen atıklar, parmak izleri, yağlar ve havadan gelen parçacıklar,... vb. gibi kirliliklerin (safsızlıkların) giderilmesidir.

2.2. Püskürtülen Hedef Malzeme (Target)

Bu çalışmada, püskürtülen hedef malzeme olarak, Şekil 2.1'de görülen Dresten Chemical Company'den temin edilen $1200^\circ C$ 'de sıcak preslenmiş, 75 mm çapında ve 5 mm kalınlığında %99,8 saflıkta amorf Bor kullanıldı.



Şekil 2.1. Denejde hedef malzeme olarak kullanılan amorf borun resmi

2.3. Manyetron Püskürtme Sistemi

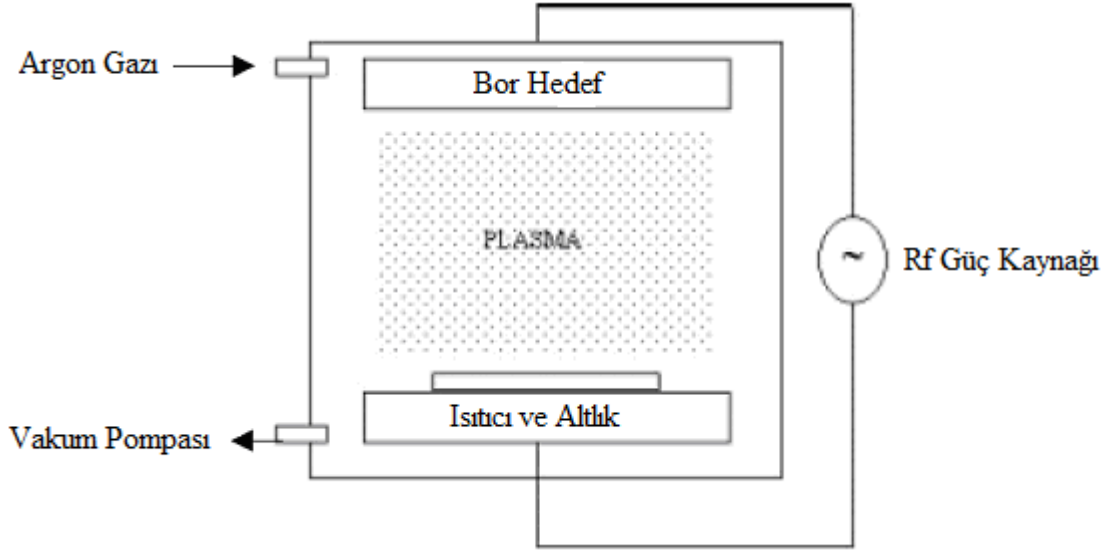
Çalışmada, Şekil 2.2’de gösterilen LEYBOLD Z400 marka manyetron püskürtme sistemi kullanıldı. Bu manyetron sistemi dc ve rf olmak üzere iki tane güç (voltaj) kaynağı içerir. Bu sayede bu manyetron sistemi, iletken ve yalıtkan hedef malzemelerle çalışabilme imkânı sağlar. Denejlerde rf manyetron püskürtme sistemini kullanıldı. rf manyetron püskürtme sisteminin şeması Şekil 2.3’te gösterilmektedir. Bu sistemin silindirik vakum odası üç tane katot içeriyor. Hedef malzemesi olan amorf Bor katotlardan birine yerleştirildi. Hedef malzeme hem elektriksel hem de termal teması sağlayacak şekilde su soğutmalı bakır bir taşıyıcıya bağlandı. Bu sistem aynı zamanda altlığı ısıtmak için bir ısıtıcıya sahiptir.

Temizlenmiş MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar, manyetron püskürtme (sputtering) sistemindeki altlık tutucusunun merkezine yerleştirildi. Sistem, kaba vakum için rotary pompa ve yüksek vakum seviyesi için turbo moleküler pompa kullanılarak boşaltıldı. Çökeltme odasının taban basıncı 1×10^{-6} mbar olacak şekilde vakum almaya devam edildi. Püskürtme sırasında kristal yapının oluşumu için altlık sıcaklığı 500°C’ye ayarlandı. Çökeltme odası basıncının tekrar 1×10^{-6} mbar olması beklendi. İçeriye inert gaz olarak

%99,999 saflıkta argon gazı verildi. Çökeltme odası içerisindeki Ar atmosferi ile toplam basınç 8×10^{-3} mbar olacak şekilde ayarlandı. Manyetron açıldı. Sistem voltajı 1,2kV, akım 130mA ve Bias voltajı 400V'a ayarlandı ve plazmanın oluşması sağlandı. Çökeltme iki adımda yapıldı. İlk adım ön püskürtme adımı ve ikinci adım ince film püskürtme adımıdır. Hedef malzeme olan amorf Bor'un yüzeyindeki herhangi bir kirliliği ortadan kaldırmak amacı ile 30 dakika ön püskürtme altlığa uzak bir yerde yapıldı. Daha sonra hedef, kaplanacak altlık üzerinde direkt bir pozisyona gelinceye kadar döndürüldü. Bor ince filmlerin altlıklar üzerine çökeltme zamanı 2 saat olarak ayarlandı. Bu süre sonunda altlık ısıtıcısı ve manyetron kapatıldı. Altlık sıcaklığı oda sıcaklığına gelene kadar beklenildi ve daha sonra çökeltme odası basıncı atmosfer basıncına gelince altlıklar manyetrondan alındı.



Şekil 2.2. LEYBOLD Z400 marka manyetron püskürtme sistemi



Şekil 2.3. rf manyetron püskürtme sisteminin şeması

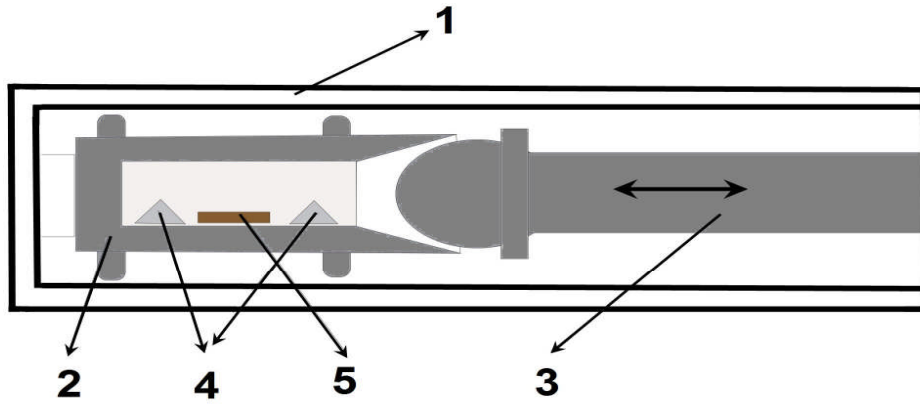
2.4. Tavlama Adımı

Süperiletken MgB_2 ince filmini üretmek için birçok araştırma grubu farklı yöntemlerle farklı çökeltme işlemleri uyguladılar. Yüksek magnezyum basıncında bor filmlerin ex-situ tavllanması (Kang vd., 2001; Bu vd., 2002; Hur vd., 2001; Moon vd., 2004; Paranthaman vd., 2002; Monticone vd., 2004), yüksek magnezyum basıncında Mg-B filmlerin ex-situ tavllanması (Monticone vd., 2004; Eom vd., 2001(b)), Mg-B filmlerin in-situ tavllanması (Monticone vd., 2004; Brinkman vd., 2001; Blank vd., 2001; Shinde vd., 2001; Christen vd., 2001; Ermolov vd., 2001), Mg-B çoklu tabakalı filmlerin in-situ tavllanması (Mijatovic vd., 2002; Jergel vd., 2003; Zhu vd., 2007), hiçbir tavlama yapmadan olduğu yerde büyütme (as-grown) (Mori vd., 2007; Nagatomo vd., 2005; Haruta vd., 2005(a); Mori vd., 2006; Haruta vd., 2005(b); Doi vd., 2007; Yonekura vd., 2008) gibi MgB_2 ince filmleri sentezleme metotları kullandılar.

Bu çalışmada ex-situ işlemi olarak adlandırılan iki-adım sentezleme metodu kullanarak MgB_2 filmleri üretildi. İkinci adım, ex-situ tavlama olarak adlandırılan tavlama adımıdır.

Tavlama işlemini yapmak için, yüksek sıcaklık ($\sim 1200^\circ C$) özelliğine sahip tüp fırın kullanıldı. Ex-situ tavlama adımı için Zdravkov ve arkadaşları (2005) tarafından MgB_2 filmin sentezlenmesi için özel olarak dizayn edilmiş Şekil 2.4'te gösterilen deneysel düzenek kullanıldı. Bu deneysel düzenek sayesinde, faz kararlılığı için gerekli olan yüksek

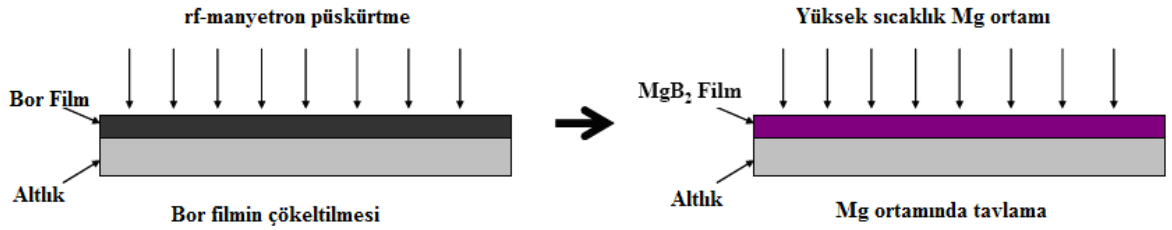
Mg buhar basıncının elde edilebilmesi ve bu yüksek buhar basıncının Nb piston (plunger) üzerindeki Mg yoğunluğunun varlığı ile kontrol edilebilmesi sağlandı. Nb konteynır ve piston, tavlama işleminden sonra mekanik olarak kolaylıkla birbirinden ayrılabilir. Nb konteynır içerisine, manyetron püskürtme tarafından MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş Bor filmler ve Şekil 2.5'te gösterilen %99,992 saflıkta 300 mg Mg metal parçaları birlikte konuldu. Nb konteynır ve pistonu sızdırmaz kuartz tüp içerisine yerleştirildi. Kuartz tüpün içerisi 10⁻⁶ mbar'a kadar turbo moleküler pompa ile vakuma alındı (boşaltıldı). Kuartz tüp ve içindekiler, tüp fırının ortasına yerleştirildi. Tüp fırının sıcaklığı arttırılmaya başlandı ve 200°C' ye gelince su buharının ve safsızlıkların gitmesi için yarım saat bekletildi ve bu sırada vakum seviyesinin tekrar 10⁻⁶ mbar'a geldiği görüldü. Daha sonra %99,999 saflıkta 100 Torr argon gazı filmlerin oksitlenmesini önlemek için kuartz tüp içerisine verildi. Konteynır içerisine Ar gazı ulaşıldıktan sonra, konteynırın konik şeklindeki parçası yüksek hassasiyetli üretim için mekanik olarak kapatıldı. Bu konumda yoğunlaşmış Mg, konteynırın iki parçası arasındaki arayüzde ideal sızdırmaz bir halka olarak görev yapmaktadır. Bu yolla uygun MgB₂ üretimi için konteynır içindeki gerekli yüksek Mg buhar basıncına ulaşmak mümkündür. Böylece Bor filmler, yüksek Mg buhar basıncı altında 850 °C'de 5 saat (Bu vd., 2002) 100Torr Ar atmosferinde tavlandı. Tavlama süresinin bitiminde kuartz tüp fırının dışarısına çıkartıldı ve kendi halinde oda sıcaklığına soğuması beklenildi ve soğuma süresince de Ar gazı kuartz tüp içerisine akıtıldı. Elde edilen MgB₂ filmlerin kalınlığı, spektroskopik elipsometre tarafından yaklaşık 600 nm olarak belirlendi. MgB₂ filmler için ex-situ büyüme sürecinin şeması Şekil 2.6'da verildi.



Şekil 2.4. Mg buharında tavlama için Nb konteynırın şekli: 1) Boşaltılmış kuartz tüp, 2) Nb silindir, 3) Nb piston (plunger), 4) Mg metal parçaları, 5) Altlık üzerine Bor filmi çökeltilmiş örnek



Şekil 2.5. %99,992 saflıkta Mg metal parçaları



Şekil 2.6. MgB₂ filmler için ex-situ büyüme sürecinin şeması

2.5. Örneklerin Nanopartikül ile Kaplanması

MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin üzerine 10 nm çapındaki Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren çözelti farklı konsantrasyonlarda döndürmeli kaplama (spin coating) yöntemi ile kaplandı. Döndürmeli kaplama yönteminde 10ml çözelti altlıkların merkezine damlatıldı ve sonra 4000 devir/dakika yüksek dönme hızında döndürüldü. Böylelikle çözelti ince bir film şeklinde MgB₂ filmlerin üzerine kaplandı. Çözeltilerin farklı konsantrasyonları saf su (H₂O) ile karıştırılarak elde edildi. Aşağıdaki Tablo 2.1, farklı çözelti konsantrasyonları ile çözelti damlası ve H₂O damlasının ilişkisini göstermektedir. Farklı konsantrasyonda çözeltiler MgB₂ filmler üzerine kaplandıktan sonra, kuruması için 80 °C'de 15 dakika etüvde kurutuldu. Ferromanyetik nanoparçacıkların, MgB₂ filmin kritik sıcaklığını güçlü bir şekilde bastırmasını önlemek için, bu parçacıklar filmlerin hacmi yerine yüzeyi üzerine yerleştirildi. Bu yüzden 80 °C düşük sıcaklıkta 15 dakika (kısa süre) kurutuldu.

Tablo 2.1. Konsantrasyon yüzdeleri ile çözelti damlası ve H₂O damlasının ilişkisi

Fe ₂ O ₃ Çözeltisinin Konsantrasyon Yüzdesi	Çözelti Damlası	H ₂ O Damlası
%100	1	0
%50	1	1
%33	1	2
%25	1	3

2.6. Yapılan Ölçümler

2.6.1. X-Işını Kırınım Analizi

X-ışını kırınımı (XRD) filmlerin kristal özelliklerini karakterize etmek için kullanıldı. X-ışınları kırınımı ölçümleri için, Rigaku D/Max-IIIC marka difraktometre (Şekil 2.7) ve Cu hedefe 40kV - 30mA uygulanarak çıkan CuK_α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) x-ışınları kullanıldı. Ölçümler $3^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ aralığında $3^\circ/\text{dakika}$ tarama hızında ve $0,02^\circ$ örnekleme aralığında alındı.



Şekil 2.7. Rigaku D/Max- IIIC marka x-ışını difraktometresi

2.6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri

Taramalı elektron mikroskobu (SEM-Scanning Electron Microscope), yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların (yüksek enerjili elektronların), malzeme üzerinde çok küçük bir alana odaklanmasıyla, yüzeyin taranması prensibine göre çalışır. Malzeme yüzeyinin taranması sırasında elektron ve malzeme atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla görüntü elde edilir. Bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilir.

Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 çözeltileri ile kaplanmış olan MgB_2 filmlerin, tanecik ve yüzey yapılarının belirlenmesinde, Şekil 2.8'de gösterilen, Zeiss Evo LS-10 marka SEM cihazı kullanıldı. SEM görüntüleri, 7-10 kV potansiyel altında 8000 kez büyütme yapılarak elde edildi.



Şekil 2.8. Zeiss Evo LS-10 marka taramalı elektron mikroskobu

2.6.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Ölçümleri

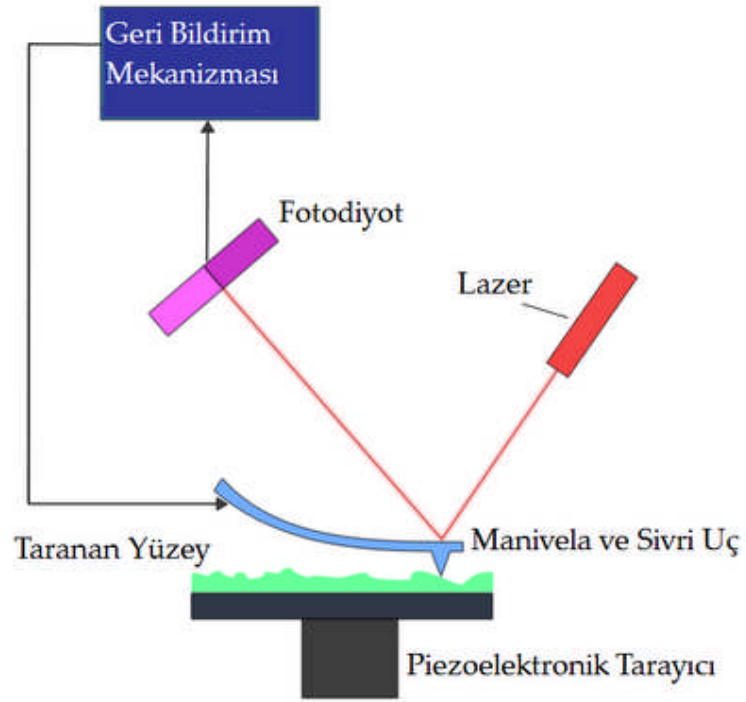
Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile epitaksiyel ince filmlerin yüzey morfolojisi karakterizasyonu yapılmaktadır. Atomik kuvvet mikroskobu, bölgesel bir yüzey araştırma tekniğidir. Çok kısa bir mesafede (uç- malzeme arası mesafe 0,2 – 10 nm) sivri bir uç (<10 nm) ile yüzey arasındaki kuvvetlerin ölçümü sayesinde, yüzeyin yüksek çözünürlükte, üç boyutlu görüntüsünün elde edilmesini sağlar. Şekil 2.9'da görüldüğü gibi, uç, esnek bir kolun (manivela) ucuna yerleştirilmiştir. Kol, bir yay gibi düşünülebilir. Uç yüzeye yeterince yaklaştırıldığında, uç ile malzeme arasındaki kuvvet, kolun sapmasına neden olur. Kolun sapması, lazer demetinin yansmasıyla ölçülür. Bir yarıiletken diyot lazer kolun arkasından yansıtılarak hassas bir foto diyot detektör üzerine düşürülür. Bu detektör tarama boyunca kolun sapmasını ölçer. Ölçülen sapmalar, yüzey görüntüsü elde etmede kullanılır. AFM ile temel olarak temaslı mod, periyodik temaslı mod ve temassız mod olmak üzere üç şekilde görüntüleme yapılabilir:

Temaslı (contact) mod: Uç, numune yüzeyine temas eder. Uca etkiyen kuvvet iticidir. Uç ile numune arasındaki kuvvet sabit tutulur. Meydana gelen sapmalar kaydedilip yüzey görüntüsü elde edilir. Yüzeye temas edilerek yapılan işlemde örnek yüzeyindeki istenmeyen atomları uzaklaştırmak veya yüzeye istenilen atomları eklemek gibi kolaylıklar sağlanmaktadır.

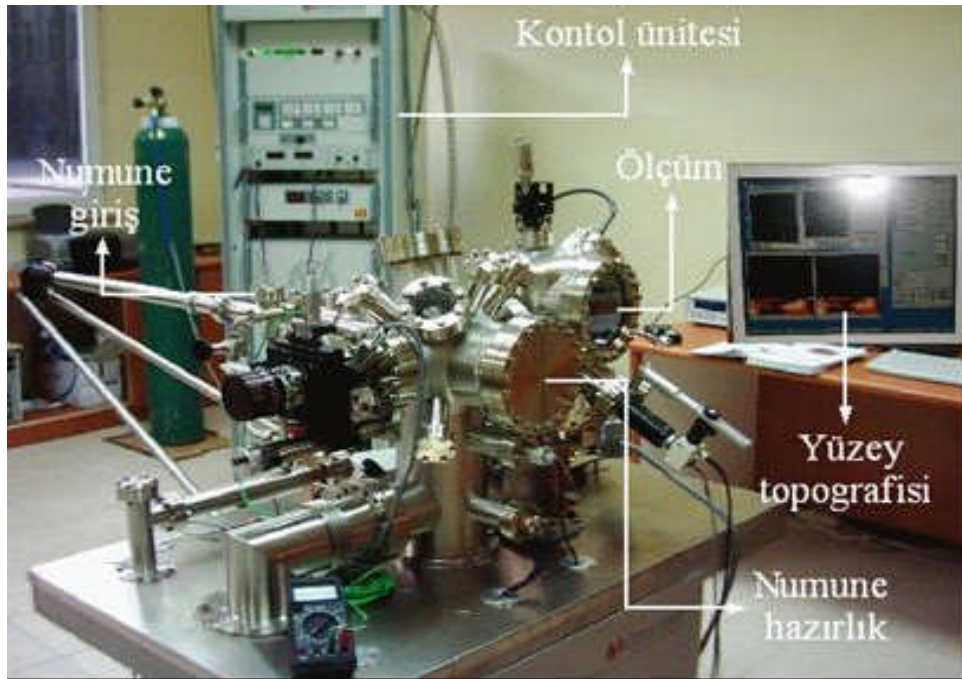
Periyodik temaslı (tapping) mod: Görüntüleme, temaslı moda benzer. Fakat bu modda kol, sabit bir rezonans frekansı ile salınır. Kol salınımlar sırasında aşağıdayken yüzeye temas eder. Kuvvetin etkisi ile meydana gelen faz farkı kaydedilip, görüntü elde edilmesinde kullanılır.

Temassız (non-contact) mod: Uç, numuneye temas etmez ve yüzeyde belli bir frekansla salınır. Çekici kuvvetten dolayı meydana gelen salınım değişimleri ölçülür ve görüntülenir. Yüzeye temas etmeden alınan AFM ölçümü, yaygın olarak kullanılan bir analiz tekniğidir.

Yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğü ince film kalitesi için oldukça önemlidir. Bu nedenle filmlerin AFM görüntüleri, yüzeye temas etmeden (temassız mod ile görüntüleme) çalışan, çok ince Si kristal uca sahip Şekil 2.10'da gösterilen Omicron marka, VT SPM (Scanning Probe Microscope) kullanılarak üç boyutlu (3D) olarak alındı. Atomik kuvvet mikroskobu ölçümü ile farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 çözeltisi ile kaplanmış olan MgB_2 filmlerin, yüzey pürüzlülüğü incelendi.



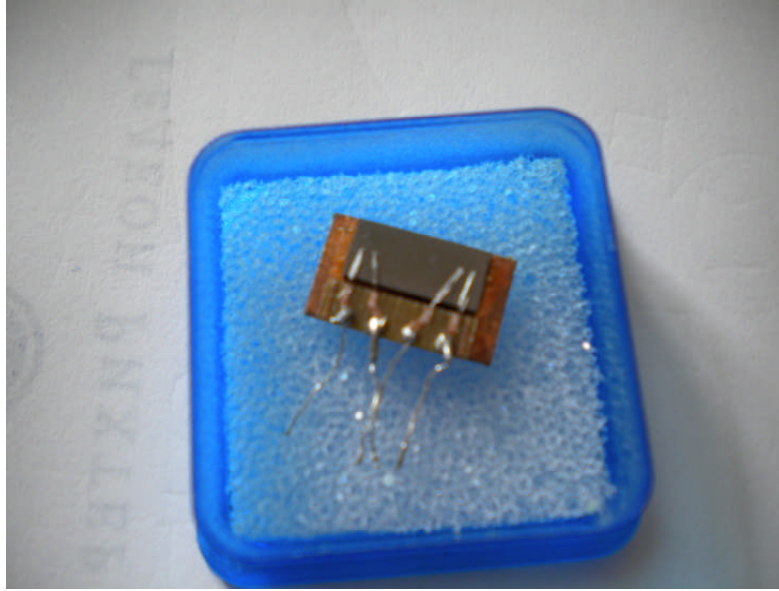
Şekil 2.9. Atomik kuvvet mikroskobunun blok diyagramı (URL-4, 2012).



Şekil 2.10. Omicron marka atomik kuvvet mikroskobu

2.6.4. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümü

Bilindiği gibi, süperiletkenin ana özelliği T_c olarak adlandırılan belirli kritik sıcaklığın altında sıfır direnç göstermesidir. Yaklaşık 600 nm kalınlıklı MgB_2 filmler, iki adım sentez yöntemi kullanılarak MgO ve r -düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine hazırlandı. DC tekniği kullanılarak, dört nokta direnç ölçümleri için ultrasonik yapıştırma (bonding) ile örnekler 20 μm çaplı alüminyum teller Şekil 2.11’de görüldüğü gibi bağlandı. Dış kontaklara akım uygulandı ve iç kontaklar arası voltaj düşüşü çeşitli sıcaklık değerleriyle ölçüldü. Bu ölçümlerden direncin sıcaklığa karşı grafiğinden süperiletken malzemenin geçiş sıcaklığı bulundu. Örneklere uygulanan toplam elektrik akımı $100\mu A$ olarak ayarlandı. Kontak direnci 0,3 Ohm gibi düşük bir direnç olmasına dikkat edildi. Sıcaklık oda sıcaklığından (300K) düşük sıcaklığa (10K) değiştirildi. Direnç ölçümlerinin hepsi Şekil 2.12’de gösterilen 8T süperiletken selonoidli Sumitomo F-50 kapalı döngü 4He soğutucusu kullanılarak yapıldı. Ölçümlerin hepsi, artık magnetizasyon olmaması için sıfır alan soğutmasından (zero-field-cooled) sonra gerçekleştirildi. Magnetik alan örnek yüzeyine dik ve paralel uygulandı.



Şekil 2.11. Dört nokta direnç ölçümleri için ultrasonik yapıştırma ile 20 μm çaplı alüminyum teller bağlanmış örnek



Şekil 2.12. 8T süperiletken selonoidli Sumitomo F-50 kapalı döngü ^4He soğutucusu

2.6.5. Manyetizasyon Ölçümleri

Bütün manyetik malzemeler uygulanan manyetik alana karşı kendilerine özgü bir tepki geliştirirler. Malzemelerin gösterdiği bu tepki manyetizasyon olarak adlandırılır. Diyamanyetik özellik gösteren süperiletkenler, uygulanan manyetik alanı dışlayacak şekilde bir manyetizasyon oluştururlar. Manyetizasyon ölçümlerinde “Quantum Design Fiziksel Özellik Ölçüm Sistemi (PPMS)” sistemi kullanıldı. Bu deney sisteminde, ilgili modül değiştirilerek çeşitli ölçüm sistemlerine dönüştürülebilmektedir. Laboratuarda mevcut olan modüller direnç ölçüm modülü ile titreşim örneklemeli manyetometre (VSM) modülü olup, bu modüllerden manyetizasyon ölçümünde, Model P525 VSM modülü kullanıldı ve deney sisteminin genel görüntüsü Şekil 2.13’te verildi. Fiziksel özellik 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 kontrolcüde, sıcaklık kontrolcüsü (1,9 K – 400 K) ile manyetik alan kontrolcüsü (-7 T – +7 T) olmak üzere iki kontrolcü bulunmaktadır. Bu ana kontrolcü, bilgisayar tarafından CAN (açık network protokolü) data iletişim kartı yardımıyla tamamen kontrol edilmekte olup veriler bilgisayar ortamına aktarılabilmektedir. Manyetik alan, sıvı helyum tankı içindeki Nd süperiletken telden

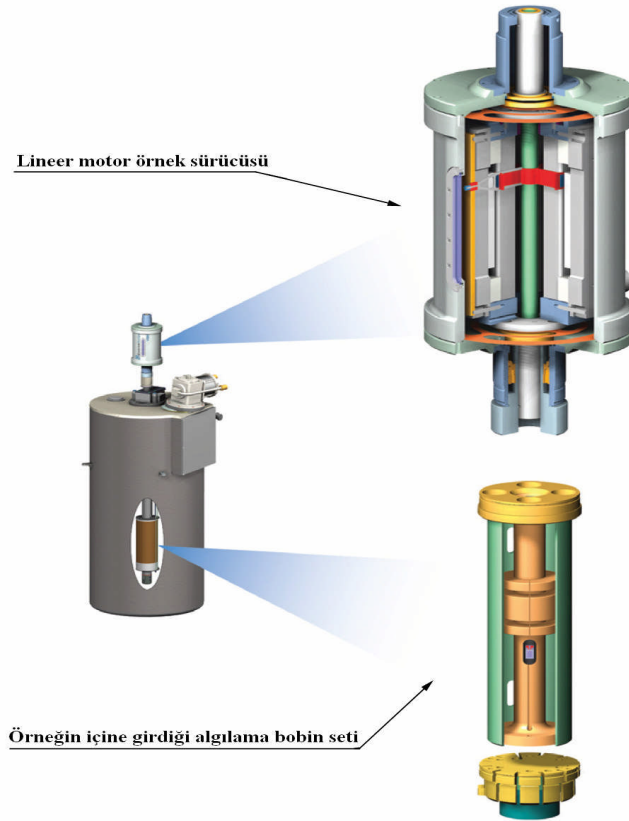
oluşan bobine akım uygulanmasıyla elde edilmektedir. Manyetik alanın hassasiyeti ise 0,01 mT'dir.

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. VSM'in çalışma prensibi, bir algılama bobininin yakınında titreşen örneğin bobinin eksenel yönünde titreştirilmesi sırasında eş zamanlı olarak algılama bobininde etki ile voltaj oluşturarak bu voltajın sistem tarafından ölçülmesi esasına dayanır. VSM algılama bobini, standart PPMS örnek yerleştirme çubuğu kullanılarak PPMS örnek odasına yerleştirilir. Algılama bobiniyle birleşik, salınım genliği 1-3mm ve 40 Hz frekansı olan gradiyometre kullanıldığında, sistem 1 Hz veri hızında 10^{-6} emu'dan daha az değişimleri algılayabilmektedir. VSM sistemindeki algılama bobini ve gradiyometre birimleri Şekil 2.14'te verildi. Algılama bobininde indüklenen voltaj yükseltildikten sonra, 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 ve bu sinyallerin ortalaması alınarak CAN ara yüzeyi aracılığıyla bilgisayardaki programa komut karşılığı olarak gönderilir.

Bu çalışmada, manyetizasyonun sıcaklığın fonksiyonu olarak (M-T) ölçümü, alansız soğutma (ZFC) işlemi sonrasında filmlere sabit bir DC alan (100 Oe) uygulanması ile 5K-50K sıcaklık aralığında yapıldı. Manyetizasyonun DC alanın fonksiyonu olarak (M-H) ölçümü, alansız soğutma (ZFC) işlemi sonrasında filmlere 5, 15 ve 25K'lik sabit sıcaklıklarda, 100 Oe/s'lik süpürme hızında ve -3,5 T ile +3,5 T arasında manyetik alan uygulanarak yapıldı. Ölçüm süresince manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak $3 \times 3 \text{ mm}^2$ olan filmlerin yüzeyine dik olarak uygulandı.



Şekil 2.13. Quantum Design PPMS sistemi



Şekil 2.14. PPMS sistemindeki VSM modülünün sıvı azot ceketli sıvı helyum tankındaki konumları. Üst taraf gradiyometre, alt taraf ise algılama bobininin büyütülmüş halini göstermektedir (URL-5, 2012).

2.6.6. AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri

Süperiletkenlerin kritik akım karakteristikleri ve akı dinamiğinin anlaşılmasında manyetik alınganlık ölçümleri önemli bir rol oynamaktadır. AC manyetik ölçümler, Quantum Design Fiziksel Özellik Ölçüm Sistemindeki (PPMS) ACMS olarak isimlendirilen QD-P500 AC alınganlık ölçme modülü kullanılarak ölçüldü.

AC manyetik ölçüm sisteminde AC alan, sürücü bobin (drive coil) aracılığı ile uygulanmakta ve algılayıcı bobinlerden (detection coils) süperiletken örneklerin manyetik alana tepkisi belirlenmektedir. Ölçümler bilgisayar kontrollü olup istenilen alan, frekans ve sıcaklık aralığına göre otomatik olarak yapılabilmektedir. Bu çalışmada manyetik alan, filmlerin yüzeyine dik olacak şekilde örnek tutucusu yardımıyla algılayıcı bobinin merkezine yerleştirildi. Filmlerin 10-50K sıcaklık aralığında manyetik alınganlıklarının gerçel (reel) ve sanal (imajiner) kısımları; 3 Oe manyetik alan ve 1000 Hz sabit frekansta ölçüldü.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Giriş

Bu bölümde, ex-situ işlemi olarak adlandırılan iki-adım sentezleme metodu kullanılarak MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ süperiletken filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren filmlerin yapısal ve fiziksel özellikleri incelendi.

Filmlerin yapısal özellikleri x-ışını kırınım analizi, taramalı elektron mikroskobu ve atomik kuvvet mikroskobu ölçümleriyle; fiziksel özellikleri ana başlığı altında, elektriksel ve manyetik özellikleri de sırasıyla; kapalı döngü ⁴He soğutucusu kullanılarak R-T ölçümleriyle ve PPMS sistemi kullanılarak manyetizasyon ve manyetik alınganlık ölçümleriyle incelendi. MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ süperiletken filmlerin düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden, filmlerin geçiş sıcaklıkları, 0K'deki ab-düzlemine paralel ve dik olan üst kritik manyetik alan ($H_{c2//ab}(0)$ ve $H_{c2//c}(0)$) değerleri ve farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri hesaplandı. Hesaplanan üst kritik manyetik alan değerlerinden süperiletken durumdaki anizotropiler ve süperiletken koherens uzunlukları ($\xi_{ab}(0)$ ve $\xi_c(0)$) gibi mikroskobik parametreler elde edildi. Farklı sıcaklıklardaki manyetizasyon ölçümlerinden farklı sıcaklıklardaki kritik akım yoğunluğu (J_c) değerleri belirlendi. Kritik akım yoğunluğu hesabından da yararlanılarak filmlerin çivileme kuvveti hesabı yapıldı ve çivileme mekanizması belirlendi. M-T ölçümlerinden filmlerin geçiş sıcaklıkları belirlendi. Manyetik alınganlık ölçümlerinden de sıcaklığın fonksiyonu olarak tanelerarası kritik akım yoğunlukları tahmin edildi ve 25K sıcaklığındaki manyetizasyon eğrilerinden elde edilen kritik akım yoğunluğu ile uyumluluğu gösterildi. Elde edilen sonuçlar diğer çalışmalardaki sonuçlarla kıyaslandı.

3.2. MgB₂ İnce Filmlerin Yapısal Özellikleri

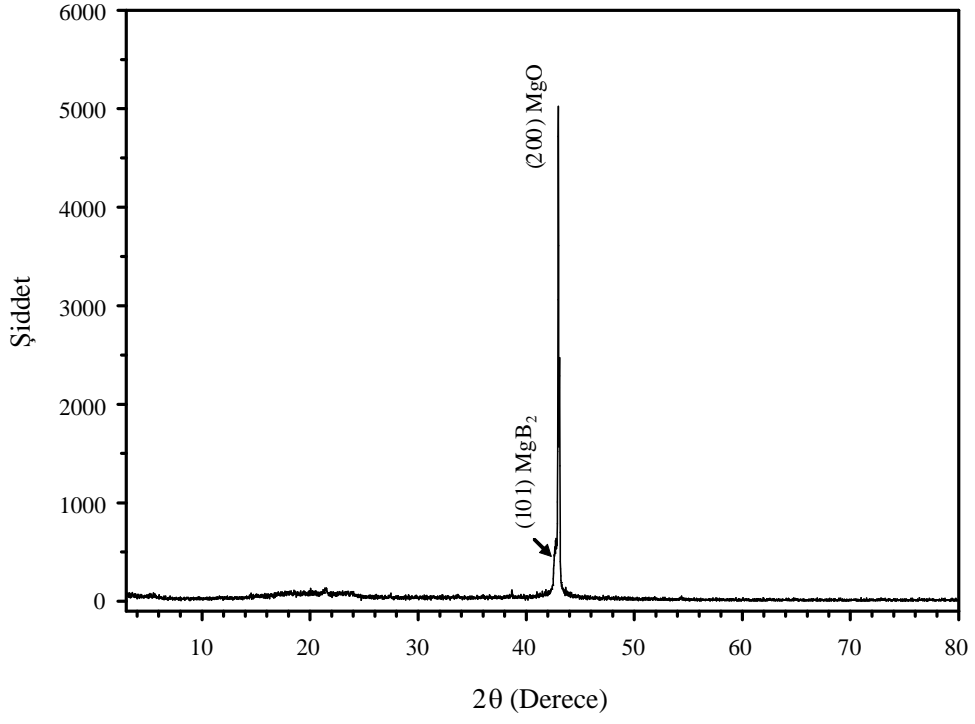
3.2.1. X-Işını Kırınım Desenleri

Bu çalışmada, MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine MgB₂ filmlerin ve bu filmlerin üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren filmlerin x-ışını kırınımı desenleri incelendi. Her örnek $3^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ bölgesi aralığında tarandı. Piklerin indislenmesi Jade programı ile yapıldı.

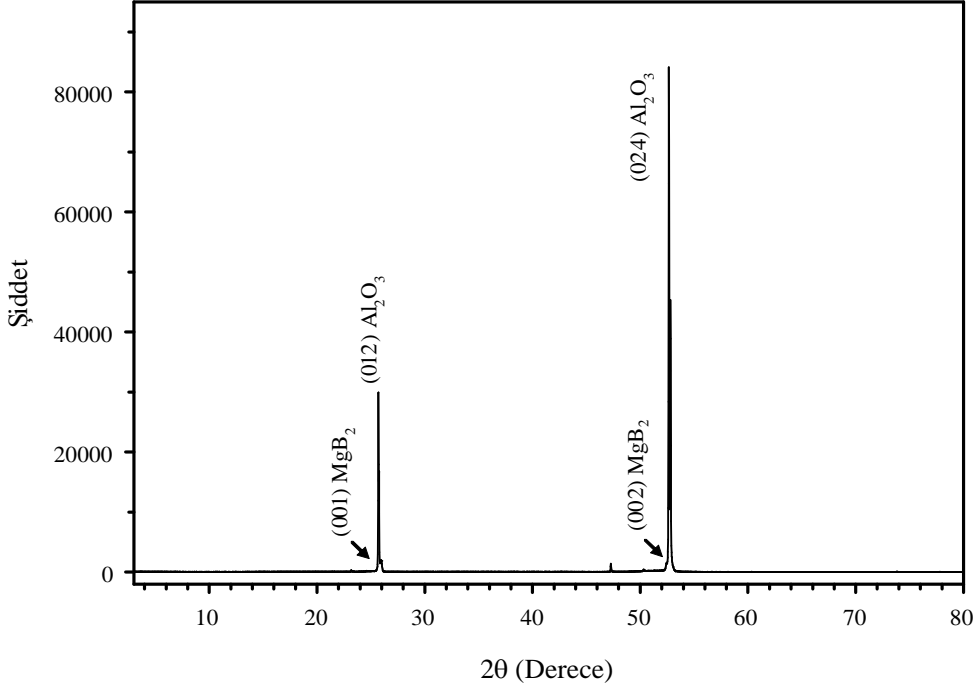
Şekil 3.1'de tek kristal MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseni verildi. Bu şekilden açık bir şekilde görüldüğü gibi birbirine çok yakın olan (200) MgO tek kristal altlık piki ile (101) MgB₂ pikinin üst üste (overlapping) geldiği görüldü. Bu yüzden MgB₂ piki, direk olarak kırınım deseninden gözlenemedi. MgB₂ piki, MgO pikinin içerisinde yer aldı. Jade programından da açık bir şekilde biliyoruz ki, MgB₂ piki $2\theta=42,4^\circ$ de, MgO piki ise $2\theta=42,9^\circ$ de yer almaktadır. MgO piki ile MgB₂ piki yan yanadır. Literatürde bu konuya birçok makalede değinilmiştir (Kühberger vd., 2005; Mijatovic vd., 2004(b)). Literatüre göre, polikristal MgB₂ filmin tane büyüklüğü 5 nm'den daha küçük olduğunda MgB₂ pikleri, XRD desenlerinde gözlenememektedir (Mijatovic vd., 2002; Mijatovic vd., 2004(b); Zhang vd., 2006).

Şekil 3.2'de r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseni verildi. Bu şekilde de aynı MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için geçerli olan durum gözlemlendi. (012) Al₂O₃ altlık piki ile (001) MgB₂ pikinin, (024) Al₂O₃ altlık piki ile (002) MgB₂ pikinin üst üste geldiği görüldü. Bu yüzden MgB₂ pikleri, kırınım deseninden gözlenemedi. MgB₂ pikleri, Al₂O₃ altlık pikleri içerisinde yer aldı. Yine Jade programından açık bir şekilde biliyoruz ki, MgB₂ pikleri $2\theta=25,2^\circ$ de ve $2\theta=51,8^\circ$ de, Al₂O₃ pikleri ise $2\theta=25,5^\circ$ de ve $2\theta=52,5^\circ$ de yer almaktadır. Al₂O₃ pikleri ile MgB₂ pikleri yan yanadır. Literatürde de bu duruma birçok makalede değinilmiştir (Kang vd., 2009; Saito vd., 2004; Ionescu vd., 2004; Jo vd., 2003; Mijatovic vd., 2004(b)).

MgB₂ filmlerde üretilmiş küçük kristal boyutundan dolayı, düzlem dışı ve düzlemde sinyaller zayıftır ve bu yüzden MgB₂'nin XRD desenlerinin gözlenmesi zordur (Ionescu vd., 2004). Şekil 3.1 ve 3.2'den görüldüğü gibi üretilmiş olan MgB₂ filmlerin XRD desenleri, önemli bir bilgi vermemektedir. Farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren MgB₂ filmler için de aynı XRD desenleri gözlemlendiği için, Fe₂O₃ nanopartikülü MgB₂ filmlerin XRD sonuçlarına bu çalışmada yer verilmemiştir. Bu sonuçlardan, üretilen filmlerde MgB₂ ana fazın oluştuğu anlaşılmış oldu.



Şekil 3.1. Tek kristal MgO altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseni



Şekil 3.2. r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseni

3.2.2. Metalografik Analiz

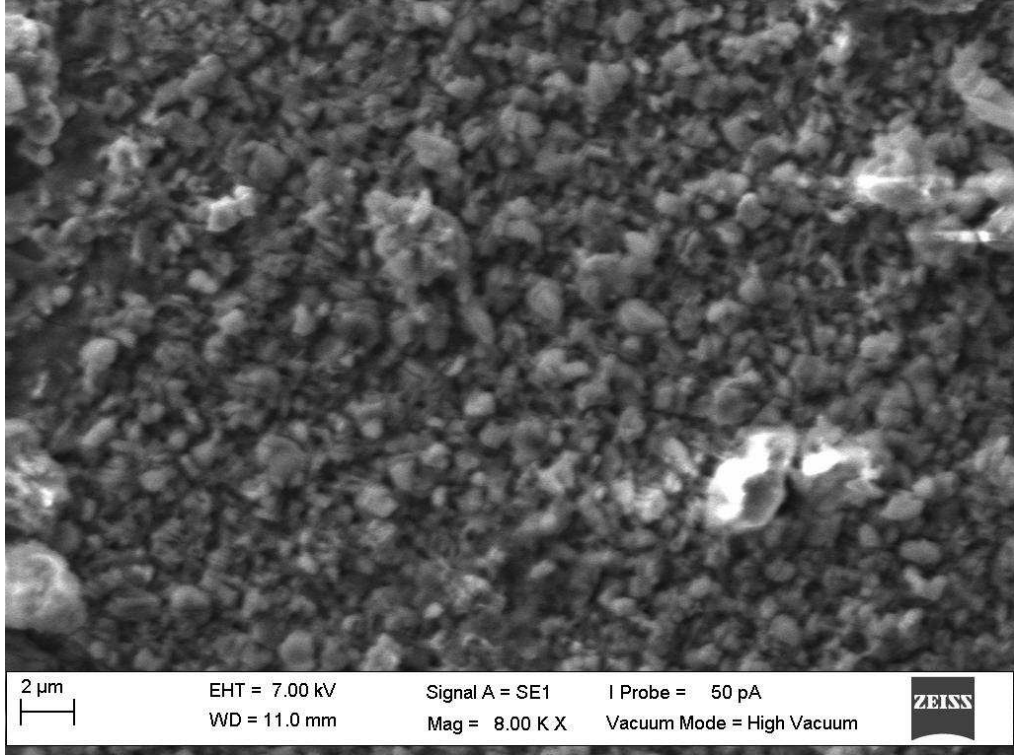
MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş olan MgB_2 filmlerin yüzey morfolojilerini ve MgB_2 filmlerin yapısı üzerinde Fe_2O_3 nanopartiküllerinin etkisini araştırmak için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı.

Şekil 3.3, 3.4 ve 3.5'te, MgO altlık üzerine çökeltilmiş sırasıyla saf MgB_2 ve 80 °C'de ısıtılmış işlem uygulanmış %33 ve %50 konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerine sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmlerin SEM görüntüleri verildi. Bu SEM görüntüleri farklı yüzey morfolojilerini gösteriyor. Şekil 3.3'te verilmiş saf MgB_2 filmin SEM görüntüsü, olağan toz kristallerine benzeyen küçük parçacıkları göstermektedir. Yani, filmin külçe (bulk) özellikleri çok zayıftır. Şekil 3.4'e bakıldığında kristal yüzeylerinin parlaklığından dolayı tanelerin iletkenliğinin Şekil 3.3'teki filmde daha iyi olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç, %33 Fe_2O_3 nanopartikülleriyle kaplanmış MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğunun daha iyi olacağına bir göstergesidir. Şekil 3.5'in yüzeyi üzerinde büyük miktarda çatlaklar görüldü. Bu çatlakların kusurları temsil ettiği iyi bilinir ve döndürmeli kaplama sürecinden sonra 80 °C'de filmlerin ısıtılmış işlem uygulanması sırasında bu çatlakların oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca ince filmlerde örnek çok ince olduğu için yüzey gerilimlerinden dolayı bu çatlakların olması çok normaldir.

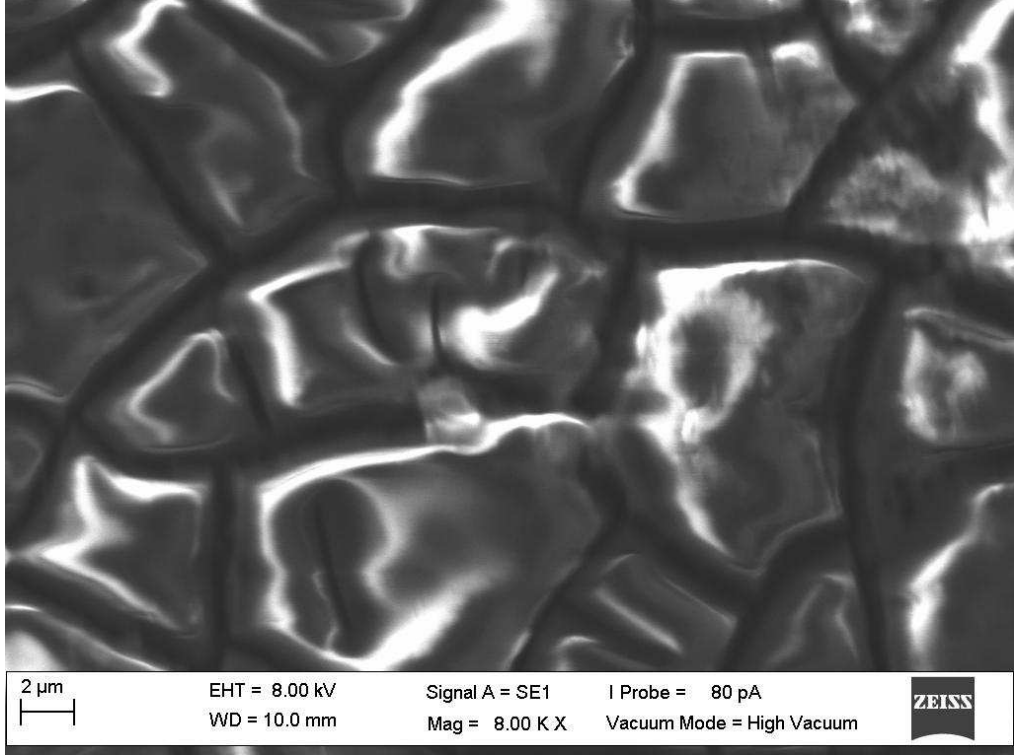
Şekil 3.6 ve 3.7'de, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş sırasıyla saf MgB_2 ve 80 °C'de ısıtılmış işlem uygulanmış %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllerine sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüleri verildi. Bu SEM görüntüleri de farklı yüzey morfolojilerini gösteriyor. Şekil 3.7'ye bakıldığında kristal yüzeylerinin parlaklığından dolayı tanelerin iletkenliğinin Şekil 3.6'daki filmde daha iyi olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç, %50 Fe_2O_3 nanopartikülleriyle kaplanmış MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğunun daha iyi olacağına bir göstergesidir.

Şekil 3.3 ve 3.6'dan MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş olan MgB_2 filmlerin tanecikli bir yapıya sahip olduğu, yüzey morfolojilerinin benzediği ve tane büyüklüklerinin birbirine yakın olduğu görüldü. Altlık yüzeyleri üzerinde tanecikli yapının homojen bir şekilde dağıldığı görüldü. Bu durum da bize MgB_2 filmin altlık üzerinde sadece bir bölgede oluşmadığını, altlık üzerinde homojen bir şekilde dağılarak oluştuğunu gösterir. SEM görüntülerinde ön taraftaki tanecikler daha büyük görünürken arka taraftaki tanecikler daha küçük görüneceği için tanecik büyüklükleri ile ilgili açıklamaları nitel olarak ifade etmek gerekmektedir. Ölçek çizgisinden yüzeydeki tanelerin boyutunun genel

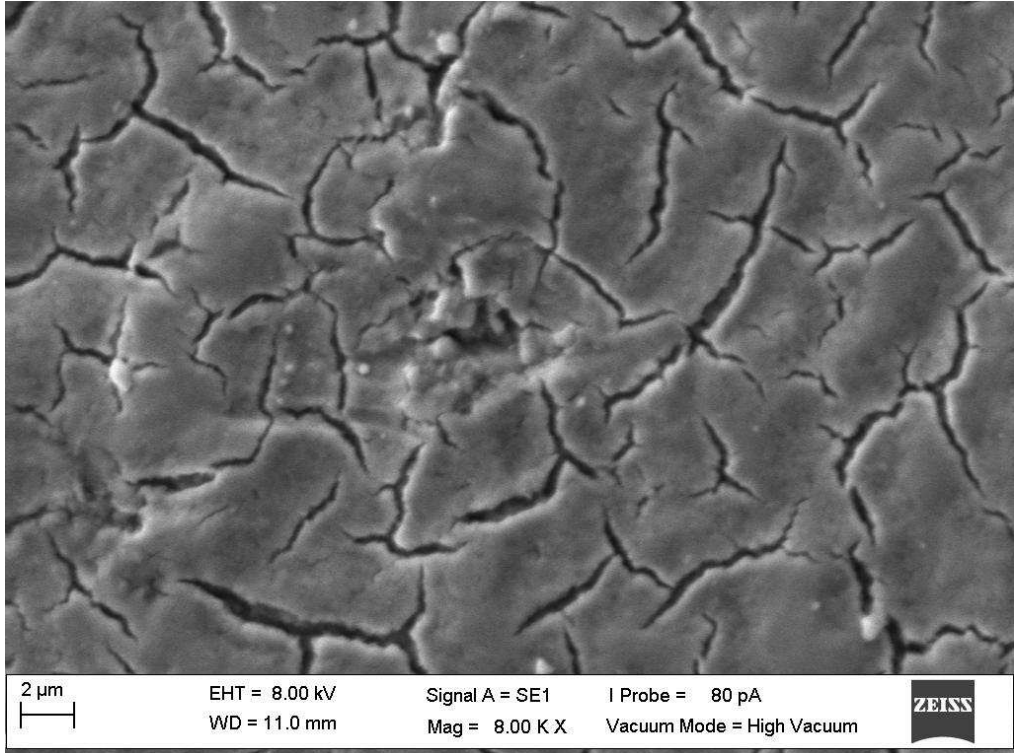
olarak $2\ \mu\text{m}$ 'den daha küçük olduğu tahmin edilmektedir. Gerçek tanecik büyüklükleri XRD analizlerinden elde edilebilir. Elde edilen MgB_2 filmlerin XRD desenlerinden, MgB_2 piki direk olarak gözlenemediğinden dolayı, MgB_2 'nin tanecik büyüklükleri ile ilgili bilgiye ulaşılamamıştır.



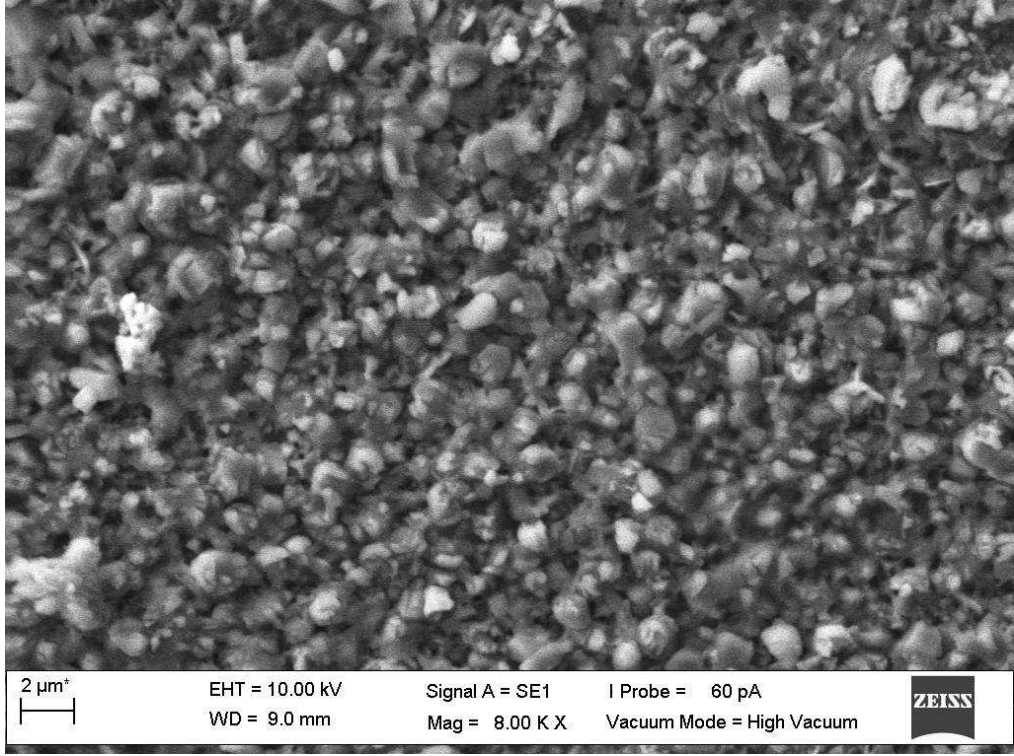
Şekil 3.3. MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin SEM görüntüsü



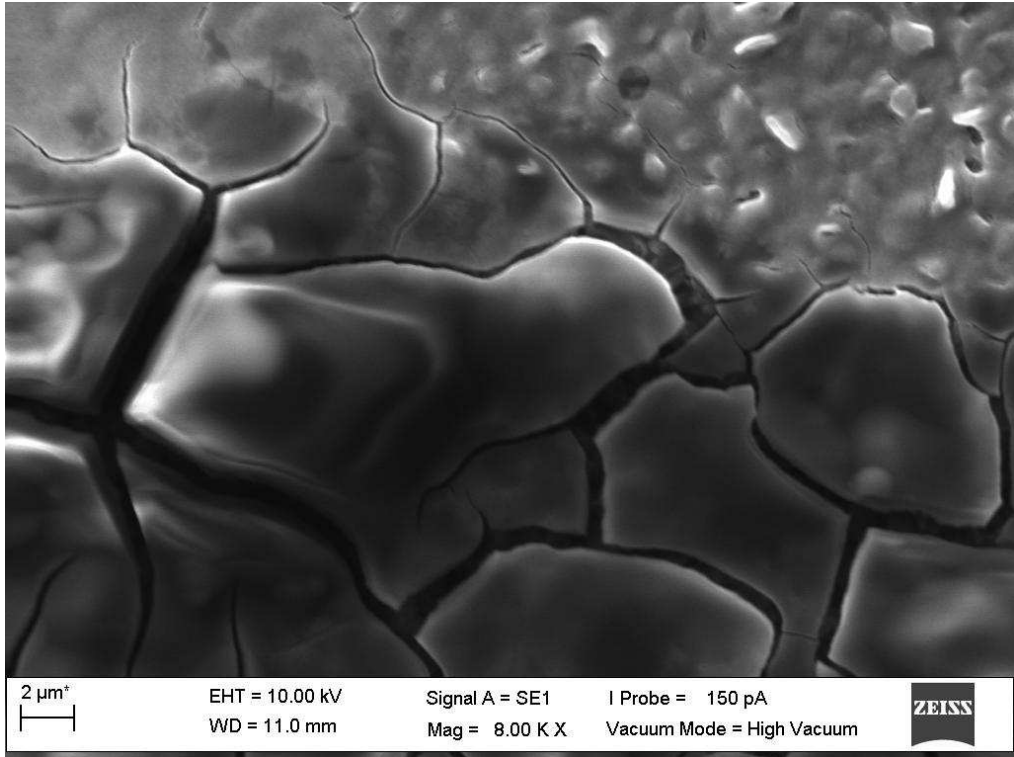
Şekil 3.4. MgO altlık üzerine çökeltilmiş, %33 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü



Şekil 3.5. MgO altlık üzerine çökeltilmiş, %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü



Şekil 3.6. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin SEM görüntüsü



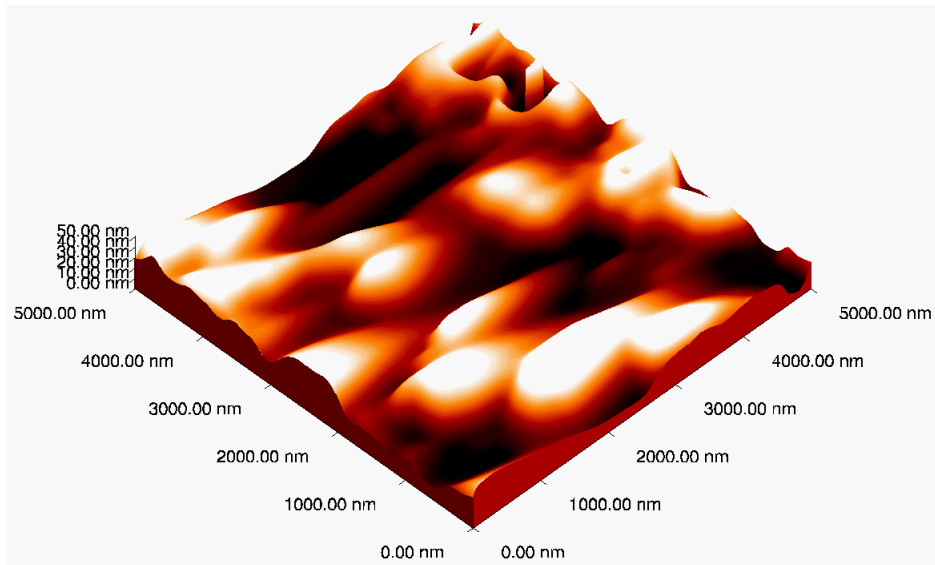
Şekil 3.7. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsü

3.2.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu Analizi

Yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğü ince film kalitesi için oldukça önemlidir. Yüzey pürüzlülüğü özellikle elektronik uygulamalar için desenleme (litografi) yapılırken önemli olmaktadır. Çok küçük boyutlarda uygulanan Josephson eklemleri ve Süperiletken Kuantum Girişim Cihazları (SQUIDs) için yüzeyde herhangi bir kirlilik ya da pürüzlülük uygulamayı engellemektedir. Bu yüzden süperiletken elektroniği için, pürüzsüz yüzeyli, yüksek kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluğuna sahip ince filmler üretmek gerekmektedir. Bu çalışmanın ana amaçlarından biri de, çok düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip MgB_2 ince filmler elde etmektir.

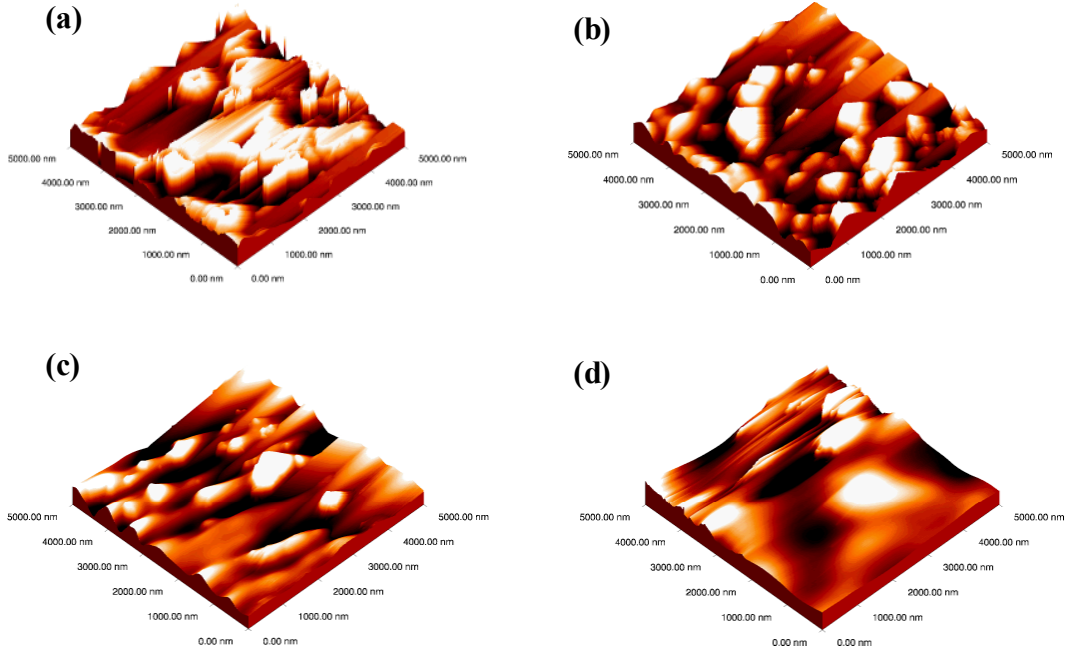
Filmlerin AFM görüntüleri, yüzeye temas etmeden çalışan, çok ince Si kristal uca sahip taramalı derinlemesine araştırma mikroskop (SPM) kullanılarak üç boyutlu olarak alındı. Atomik kuvvet mikroskobu ölçümü ile saf MgB_2 film ile farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 çözeltisi ile kaplanmış olan MgB_2 filmlerin, yüzey pürüzlülüğü incelendi.

Şekil 3.8’de, MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin $5 \mu m \times 5 \mu m$ tarama alanından alınmış üç boyutlu (3D) atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntüsü verildi. Kare ortalama kök (RMS) pürüzlülüğü, AFM analizi sırasında cihaz tarafından direk olarak verilmektedir ve bu RMS değerleriyle filmlerin yüzey pürüzlülüğü belirlenmektedir. Saf MgB_2 ’nin RMS pürüzlülüğü 11,43 nm olduğu bulundu. Monticone ve arkadaşları (2004), ex-situ olarak üretmiş oldukları saf MgB_2 filmin RMS pürüzlülüğünü 9 nm olarak bulmuşlardır.



Şekil 3.8. MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin 3D AFM görüntüsü

Şekil 3.9'da, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, sırasıyla saf MgB_2 filmin, %25, %50, %100 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözeltiler ile kaplanmış MgB_2 filmlerin $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ tarama alanından alınmış üç boyutlu (3D) atomik kuvvet mikroskobu görüntüleri verildi. Saf MgB_2 'nin, %25, %50 ve %100 konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözeltiler ile kaplanmış MgB_2 filmlerin RMS pürüzlülükleri sırasıyla, 11,94 nm, 6,27 nm, 2,41 nm and 1,69 nm oldukları bulundu. Saf MgB_2 için olan 11,94 nm'lik sonuç literatürle uyum içerisindedir (Monticone vd., 2004) ve bir önceki MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 film için bulunan RMS değeri (11,43 nm) ile de uyum içerisindedir. Genelde çok iyi bilinir ki in-situ yöntemiyle üretilmiş MgB_2 filmin yüzey pürüzlülüğü 10 nm civarındayken, ex-situ yöntemiyle üretilmiş olanın yüzey pürüzlülüğü ise 20 nm civarındadır. Yüzey pürüzlülüğü sonuçlarına bakarak üretilmiş olan MgB_2 filmin, in-situ şartlarda üretilmiş kadar düşük bir yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu görüldü. Kaplama çözeltisi olan Fe_2O_3 nanopartiküllerinin konsantrasyonunun artmasıyla MgB_2 filmin yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu Şekil 3.9'daki AFM sonuçlarından elde edildi. Şekil 3.9'daki 3D AFM görüntüleri, yüzey özellikleri ile süperiletkenlik özellikleri arasındaki ilişkiyi açık bir şekilde göstermektedir. Kaplama çözeltisi olan Fe_2O_3



Şekil 3.9. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, (a) saf MgB_2 filmin, (b) %25 konsantrasyonda Fe_2O_3 , (c) %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 , (d) %100 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözeltiler ile kaplanmış MgB_2 filmlerin 3D AFM görüntüleri

nanopartiküllerinin konsantrasyonunun artmasıyla MgB_2 filmin yüzey pürüzlülüğünün azalması, çatlakların Fe_2O_3 nanopartikülleriyle doldurulduğunun bir göstergesidir. Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplı filmin yüzeyinin, saf MgB_2 filme göre daha pürüzsüz olması kritik akım yoğunluğunun artacağını gösteren bir delil olarak düşünülmektedir.

3.3. MgB_2 İnce Filmlerin Fiziksel Özellikleri

3.3.1. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

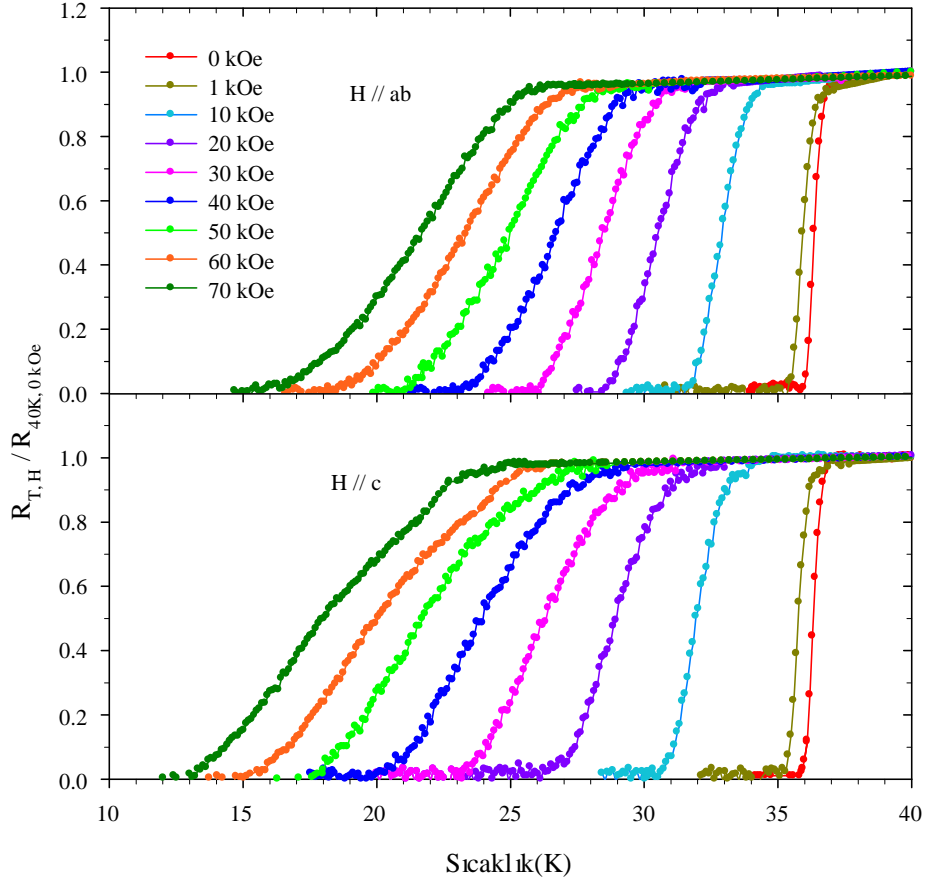
Yaklaşık 600 nm kalınlıklı MgB_2 filmler, MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltildi. Kritik sıcaklığı belirleyebilmek için dört nokta kontak metodu kullanıldı. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine hazırlanan MgB_2 filmlerin, farklı manyetik alanların film yüzeyine dik ve paralel olmasına bağlı olarak, direnç-sıcaklık eğrileri ölçüldü. Ölçümlerin hepsi, artık manyetizasyon olmaması için sıfır alan soğutmasından (zero-field-cooled) sonra gerçekleştirildi.

Şekil 3.10, MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanmış farklı manyetik alanlarda ($H=0-70$ kOe) direncin sıcaklığa göre değişimlerini göstermektedir. Bu bölüm altındaki grafiklerdeki tüm direnç değerleri 40 K sıcaklık ve 0 kOe manyetik alandaki direnç değeriyle normalize edildi. $T_{c, başlangıç}$ değerleri normal durumdan süperiletken duruma ilk geçişteki dirence karşılık gelen sıcaklık değerinden belirlendi (Jung vd., 2001). Şekillerden görüldüğü gibi manyetik alanın artmasıyla birlikte hem $T_{c, başlangıç}$ hem de $T_{c, sıfır}$ değerlerinin düştüğü gözlenmektedir ve yine artan manyetik alanla, filmin normal halden süperiletkenliğe geçişteki ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c, başlangıç} - T_{c, sıfır}$) sıcaklık aralığının genişlediği görülmektedir (Jung vd., 2001). Bilindiği gibi, kritik sıcaklığın altında ve dış manyetik alanlarda, diğer II. tip süperiletkenlere benzer olarak MgB_2 'de de akı çizgileri, kusurlar ve safsızlıklar gibi çivileme merkezlerinde sabitlenir. Manyetik alan altında geçiş sıcaklığındaki genişlemenin ana mekanizması, aktivasyon enerjisi olarak isimlendirilen U_0 enerji bariyerinin üzerinde farklı çivileme merkezleri arasındaki girdapların termal olarak uyarılması ve akı çizgilerinin hareketidir (Kim vd., 2001(a)). MgB_2 filmler için normal halden süperiletkenliğe geçişteki ΔT_c sıcaklık aralığının genişliği Sidorenko vd. tarafından araştırıldı (2005). Manyetik alanın varlığında süperiletkenliğe geçiş aralığındaki genişleme sebebinin, termal olarak uyarılmış akı akış (TAFF) mekanizması olduğu bulundu. MgB_2 'nin tabakalanmış yapısı muhtemelen akı

(fluxoid) hareketini etkiler ve bu durum da süperiletken geçişteki sıcaklık aralığının yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde olduğu gibi genişlemesine sebep olur (Ansari vd., 2010). Bu durum MgB_2 filmlerin aktivasyon enerjilerinin belirlenmesi kısmında ayrıntılı olarak verildi. Bilindiği gibi bir süperiletken örnek, Meissner etkisi gereği yapı içerisindeki manyetik alanı tamamen dışarlamaktadır. Bu dışarlama, örnek yüzeyinde indüklenen yüzey akımlarının dışardan uygulanan manyetik alana ters yönde bir manyetik alan oluşturması sonucu mümkün olur. Manyetik alanın sıfır olduğu durumda, numune yapısal olarak en yüksek $T_{c, \text{başlangıç}}$ ve $T_{c, \text{sıfır}}$ sıcaklık değerlerine sahip olur. Fakat dışarıdan uygulanan manyetik alan şiddetinin sürekli olarak artırılması, süperiletken yapı içerisinde bozulmalara ve bunun sonucunda da $T_{c, \text{başlangıç}}$ ve $T_{c, \text{sıfır}}$ sıcaklık değerlerinde azalmaya sebep olur. Şekil 3.10 - 3.11'de verilen direncin sıcaklığa göre değişimlerinden de görüldüğü gibi numuneye uygulanan manyetik alan şiddetinin artması ile $T_{c, \text{başlangıç}}$ ve $T_{c, \text{sıfır}}$ sıcaklık değerlerinde düşüş gözlenmiştir. İyi kristalize olmuş, safsızlıkların minimum seviyede olduğu süperiletkenler için geçiş sıcaklık aralığı en fazla birkaç Kelvin mertebesinde olmaktadır. Bu çalışmadaki film için sıfır manyetik alanda geçiş sıcaklık aralığının yaklaşık 1,2 K olduğu bulunmuştur. $H=70$ kOe alan filmin ab-düzlemine paralel uygulandığında geçiş sıcaklık aralığı yaklaşık 10,6 K olmakta ve filmin ab-düzlemine dik uygulandığındaki geçiş sıcaklık aralığı ise yaklaşık 11,8 K olmaktadır. Tablo 3.1'de, MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanan farklı manyetik alanlara bağlı olarak $T_{c, \text{başlangıç}}$, $T_{c, \text{sıfır}}$ kritik sıcaklık ve ΔT_c geçiş aralık değerleri verilmiştir. Geçiş sıcaklıkları, uygulanan manyetik alanın c-eksenine paralel olduğu durumlardaki gibi, ab-düzlemine paralel olduğu durumlarda düşük sıcaklıklara kaymıyor. Yani uygulanan manyetik alanın c-eksenine paralel olduğu durumlarda T_c , ab-düzlemine paralel olduğu durumlardakinden daha hızlı azalır. Uygulanan alanın ab-düzlemine paralel olduğu durumda geçiş aralık değeri ayrıca daha dar olur (Zhao vd., 2006(a); Jung vd., 2001; Eltsev vd., 2002). Bu gözlemler MgB_2 'deki anizotropik süperiletkenlik için açık bir delildir (Jung vd., 2001; Eltsev vd., 2002). Uygulanan manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimleri manyetik alanın malzemedeki yapı kusur ve safsızlıklarına ne oranda tesir ettiğinin bir göstergesidir. Şekil 3.10'dan görüldüğü gibi uygulanan manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel olmasıyla $T_{c, \text{başlangıç}}$, $T_{c, \text{sıfır}}$ değerlerinin değişmesinden dolayı filmin alana karşı oldukça duyarlı olduğu sonucuna ulaşılmaktadır. Manyetik alana karşı hassasiyet, malzemenin tanecikli yapısı ile ilgili olabileceği gibi, süperiletken bölgeler arasındaki bağlanmanın zayıf olmasına sebep olabilecek çatlaklardan ve altlığın

kristal yapısı ile malzemenin kristal yapısı arasındaki uyumsuzluktan da kaynaklanabilmektedir. Çünkü manyetik alanın, daha çok boşluk ve safsızlıklar içeren bölgelere nüfuz ettiği ve bu noktalarda yuvalanarak yüzey akımlarına neden olduğu böylelikle kritik akım değerini ve dolayısıyla kritik sıcaklık değerini aşağı çektiği bilinmektedir.

Şekil 3.11, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanmış farklı manyetik alanlarda ($H=0-7$ kOe) direncin sıcaklığa göre değişimlerini göstermektedir. Bu direnç-sıcaklık eğrilerinden de görüldüğü üzere manyetik alanın artmasıyla birlikte hem $T_{c, başlangıç}$ hem de $T_{c, sıfır}$ değerlerinin düştüğü gözlenmektedir. Artan manyetik alanla, filmin normal halden süperiletkenliğe geçişteki ΔT_c sıcaklık aralığında bir düzensizlik görülmektedir. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin manyetik alan yokken ve filmin yüzeyine paralel uygulanan 1 kOe manyetik alan varken ki R-T eğrilerinde ikinci bir fazın olduğu açıkça görülmektedir. Bununla birlikte r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerindeki filmin yapısındaki kusur ve safsızlıklardan kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Bu yüzden geçiş sıcaklık aralığının fazla olduğu düşünülmektedir. Bu çalışmada r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin sıfır manyetik alanda geçiş sıcaklık aralığının yaklaşık 2,1 K olduğu bulunmuştur. $H=7$ kOe alan filmin ab-düzlemine paralel uygulandığında geçiş sıcaklık aralığı yaklaşık 2,3 K olmakta ve filmin ab-düzlemine dik uygulandığındaki geçiş sıcaklık aralığı ise yaklaşık 2K olmaktadır. Burada, manyetik alan filmin ab-düzlemine paralel uygulandığında geçiş sıcaklık aralığının ab-düzlemine dik uygulandığından daha dar olması bekleniyordu. Sonucun bu şekilde çıkmasında manyetik alanın filmin ab-düzlemine paralel uygulandığında alınan verilerde bir sıkıntı olduğu düşünülmektedir. Tablo 3.2’de r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanan farklı manyetik alanlara bağlı olarak $T_{c, başlangıç}$, $T_{c, sıfır}$ kritik sıcaklık ve ΔT_c geçiş aralık değerleri verilmiştir.

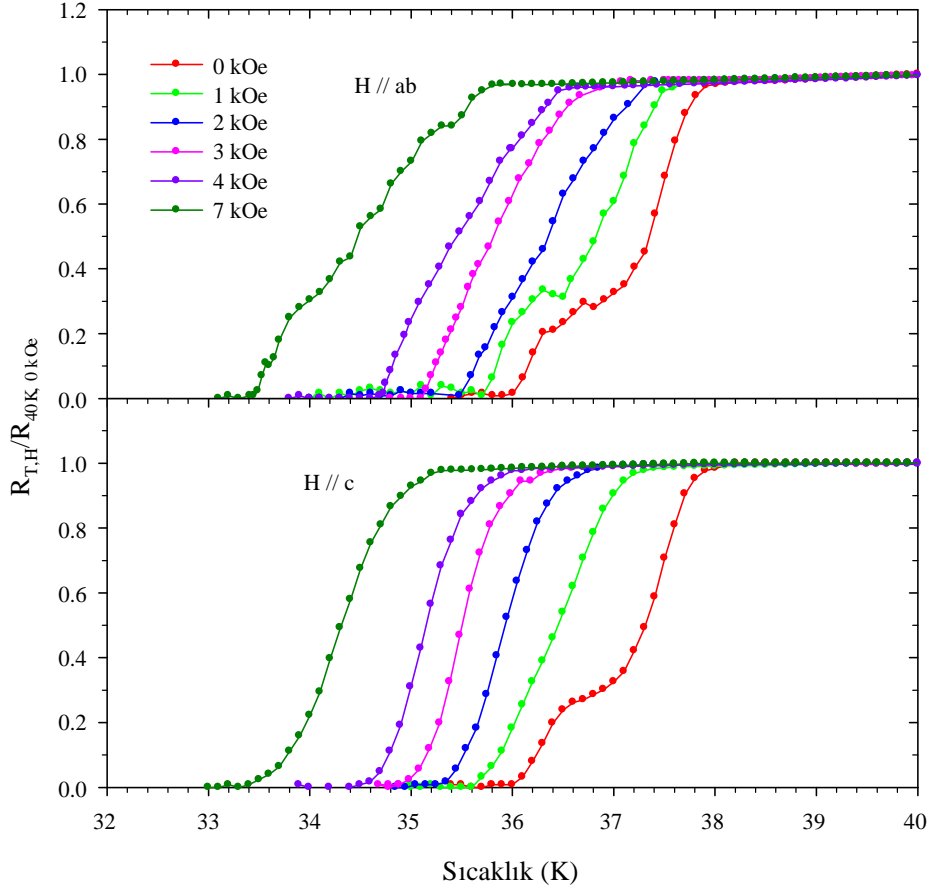


Şekil 3.10. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin ab-düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış H= 0 kOe - 70 kOe manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimleri

Tablo 3.1. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin ab- düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış, farklı manyetik alanlara bağlı olarak T_{c, başlangıç}, T_{c, sıfır} kritik sıcaklık ve ΔT_c geçiş aralık değerleri

Manyetik Alan	H // ab-düzlemi			H // c eksenine		
	T _{c, başlangıç} (K)	T _{c, sıfır} (K)	ΔT_c (K)	T _{c, başlangıç} (K)	T _{c, sıfır} (K)	ΔT_c (K)
0 kOe	37,2	36	1,2	37,2	36	1,2
1 kOe	36,8	35,3	1,5	37,1	35,1	2
10 kOe	34,4	31,6	2,8	34,2	30,5	3,7
20 kOe	33,1	28,6	4,5	32,4	26,1	6,3
30 kOe	31,4	26	5,4	30,3	23,1	7,2
40 kOe	30,4	23,3	7,1	29	19,9	9,1
50 kOe	29	21,1	7,9	27,8	17,7	10,1
60 kOe	27,7	18,6	9,1	26,4	15,2	11,2
70 kOe	26,4	15,8	10,6	25	13,2	11,8

MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film ile r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmi karşılaştıracak olursak, MgO altlıklı filmin daha keskin bir geçiş sıcaklık aralığına sahip olduğu görülmektedir. Bu durum, MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmde daha fazla homojen süperiletken faz olduğunu gösterir (Zhao, 2005). Manyetik alan altında yapılan düşük sıcaklık direnç ölçümlerinde en iyi sonucu MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmde elde edildiği söylenebilir. Ancak bu iki altlık arasındaki farkın çok fazla olmadığı görüldü. Ayrıca sistemde oluşan bir problemden dolayı, r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için uygulanan en yüksek manyetik alan değerleri (7 kOe), MgO altlıklı film için en yüksek uygulanan alandan (70 kOe) 10 kat daha düşük uygulanmak zorunda kaldı. Bu yüzden film yüzeylerine uygulanan manyetik alan değerleri için tam karşılaştırma yapılamamıştır. Diğer süperiletken sistemlerde manyetik alan arttırıldığında $T_{c, \text{başlangıç}}$ sabit kalırken $T_{c, \text{sıfır}}$ 'da bir azalma meydana geldiği bilinmektedir. MgB₂ süperiletken sisteminde, tane sınırlarında zayıf bağ (weak-link) doğasının yokluğundan dolayı manyetik alan arttıkça, hem $T_{c, \text{başlangıç}}$ hem de $T_{c, \text{sıfır}}$ azalmaktadır. Bu çalışmayla MgB₂ filmlerin (MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş filmlerin) tane sınırlarındaki zayıf bağ etkisinin yokluğundan dolayı kritik sıcaklık değerlerinin ikisi birden artan manyetik alanla azaldığı doğrulanmıştır.



Şekil 3.11. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin ab-düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış $H = 0 \text{ kOe} - 7 \text{ kOe}$ manyetik alanlarda direncin sıcaklığa göre değişimleri

Tablo 3.2. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin ab- düzlemine ve c-eksenine paralel olarak uygulanmış, farklı manyetik alanlara bağlı olarak $T_{c, \text{başlangıç}}$, $T_{c, \text{sıfır}}$ kritik sıcaklık ve ΔT_c geçiş aralık değerleri

Manyetik Alan	H // ab-düzlemi			H // c eksen		
	$T_{c, \text{başlangıç}}$ (K)	$T_{c, \text{sıfır}}$ (K)	ΔT_c (K)	$T_{c, \text{başlangıç}}$ (K)	$T_{c, \text{sıfır}}$ (K)	ΔT_c (K)
0 kOe	38,1	36	2,1	38,1	36	2,1
1 kOe	37,7	35,7	2	37,4	35,6	1,8
2 kOe	37,4	35,5	1,9	36,9	35,2	1,7
3 kOe	37,1	35,1	2,0	36,5	34,9	1,6
4 kOe	36,7	34,6	2,1	36	34,4	1,6
7 kOe	35,8	33,5	2,3	35,3	33,3	2,0

3.3.1.1. MgB₂ İnce Filmlerin Üst Kritik Manyetik Alan (H_{c2}) Değerlerinin ve Mikroskopik Parametrelerinin Belirlenmesi

Üst kritik magnetik alan (H_{c2}), örneğin süperiletken durumunu kaybetmeden önceki, örneğe uygulanabilen maksimum alan olarak tanımlanır. Üst kritik magnetik alanı (H_{c2}) belirlemek için çeşitli ölçüm teknikleri vardır. Bu teknikler; DC manyetizasyon ölçümleri, AC alınganlık ölçümleri, direnç ölçümleri ve özısı ölçümleri şeklindedir. Direnç ölçümleri metoduyla H_{c2}'nin bulunması, deneysel tekniklerin tutarlılığı açısından önemlidir (Seeber, 1998).

Manyetik alana bağlı düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden normalize edilmiş direncin %90 kriteri (Zhao vd., 2006(a); Takahashi vd., 2009; Matsumoto vd., 2010) kullanılarak her sıcaklık için MgB₂ filmlerin üst kritik alanı (H_{c2}) tahmin edildi. Şekil 3.12 ve 3.13'te, MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film ile r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin yüzeylerine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişimi verildi. Normalize olmuş direncin %90 kriteri için 0K'deki üst kritik manyetik alan H_{c2}(0), T=0 K sıcaklığına H_{c2}(T) değerlerinin lineer ekstrapolasyonu ile hesaplandı. Elde edilen sonuçlardan MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için H_{c2}//ab (0) ve H_{c2}//c (0) değerlerinin sırasıyla, 215 kOe ve 181 kOe olduğu bulundu. Literatüre göre H_{c2}//ab (0) = 140 - 390 kOe aralığında ve H_{c2}//c (0) = 20 - 240 kOe aralığındadır (Buzea ve Yamashita, 2001). Elde edilen sonuçlar literatür ile uyum içerisindedir. r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için ise H_{c2}//ab (0) ve H_{c2}//c (0) değerlerinin sırasıyla, 113 kOe ve 90 kOe olduğu bulundu. r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için H_{c2}//c (0) değerlerinin literatürle uyum içerisinde olmasına rağmen H_{c2}//ab (0) değerinin literatüre göre yaklaşık 20 kOe düşük çıkmasının nedeninin ölçüm esnasında oluşan bir problemden dolayı ancak 7 kOe'e kadar ölçüm alınabilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Eğer MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için uygulanan 70 kOe'lik yüksek manyetik alan bu filme uygulanmış olsaydı hesaplamaların literatür ile tamamen uyum içerisinde olacağı tahmin edilmektedir. Manyetik alanın filmin yüzeyine paralel olmasıyla elde edilen mutlak sıfır sıcaklığındaki üst kritik manyetik alan değerinin daha yüksek olduğu görüldü. Temiz MgB₂ ince filmlerin üst kritik alanı (H_{c2}), geleneksel metalik süperiletkenlerle (Nb₃Sn'nin H_{c2} ≅ 30 T) karşılaştırdığında çok yüksek değildir (Haruta vd., 2005(a)). Diğer taraftan dikkate değer yüksek H_{c2}, safsızlıkların girmesiyle kirli MgB₂ ince filmlerde rapor edildi (Braccini vd., 2005; Gurevich vd., 2004).

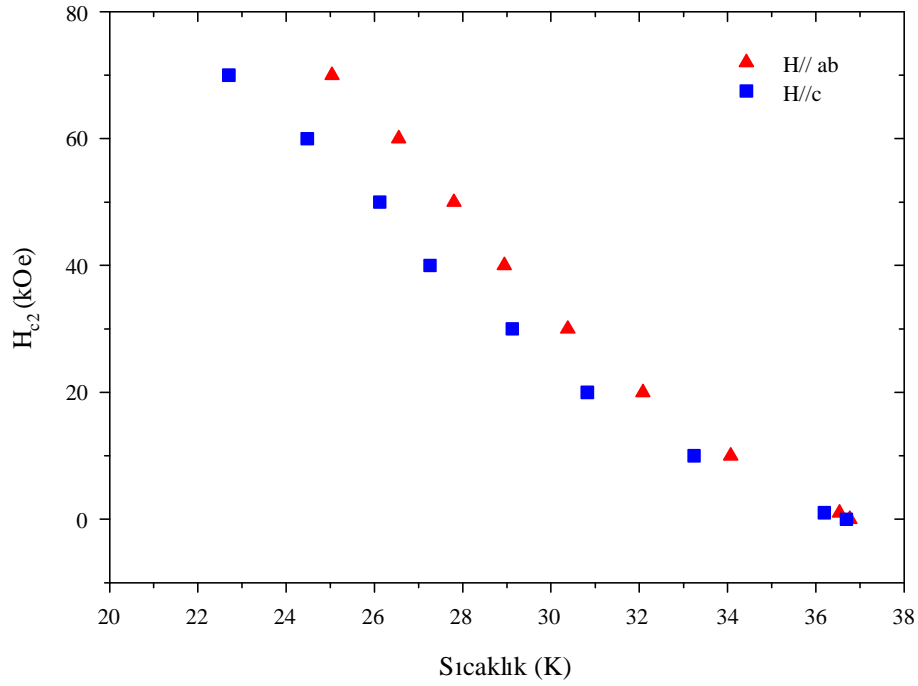
Süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan H_{c2} , süperiletken durumdaki anizotropi ve süperiletken koherens uzunluğu gibi mikroskobik parametreler hakkında doğrudan bilgi verdiğinden dolayı önemli bir faktördür. MgB_2 , Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerine (HTS) göre düşük anizotropi ve daha büyük koherens uzunluğu sergiler. Süperiletken malzemelerde anizotropi değeri, sadece bu malzemelerin fiziksel özelliklerini anlamak için değil, aynı zamanda da potansiyel uygulamalar için çok önemlidir. MgB_2 'de anizotropi değeri 1,1 – 9 aralığında değişmektedir (Ilonca vd., 2007). MgB_2 ince filmlerde ise anizotropi değeri 1,2 - 2,4 arasında bir değerdedir (Ferrando vd., 2003; Patnaik vd., 2001). Süperiletken anizotropi oranı MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için $\gamma = H_{c2}^{//ab} / H_{c2}^{//c} = 1,2$ olarak ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için ise $\gamma = H_{c2}^{//ab} / H_{c2}^{//c} = 1,26$ olarak bulundu ve bu değerlerin diğer araştırmacıların bulduğu değerlerle uyum içerisinde olduğu görüldü.

Üst kritik manyetik alandan anizotropik koherens uzunluğu değerleri hesaplamak için aşağıda verilen anizotropik Ginzburg-Landau teorik denklemleri kullanıldı (Thinkam, 1996):

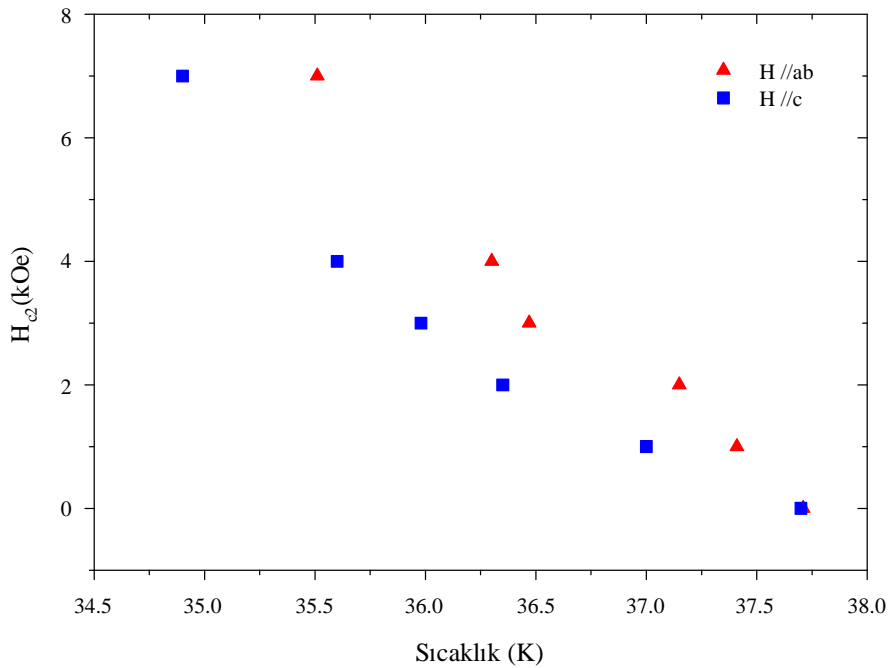
$$H_{c2}^{//c} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}^2}, \quad \text{c-ekseni boyunca uygulanmış manyetik alan için} \quad (3.1)$$

$$H_{c2}^{//ab} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{ab}\xi_c}, \quad \text{ab-düzlemi boyunca uygulanmış manyetik alan için} \quad (3.2)$$

Burada Φ_0 akı kuantumu ($\Phi_0 = 2,067833636 \times 10^{-15} \text{Tm}^2$) ve ξ_{ab} , ξ_c sırasıyla ab-düzlemi ve c-ekseni boyunca koherens uzunluklarıdır. Denklem (3.1) ve (3.2) kullanılarak MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için koherens uzunlukları $H//ab$ -düzlemi için $\xi_{ab}(0) = 4,2$ nm ve $H//c$ -ekseni için $\xi_c(0) = 3,6$ nm olarak, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için ise, $H//ab$ -düzlemi için $\xi_{ab}(0) = 6,1$ nm ve $H//c$ -ekseni için $\xi_c(0) = 4,7$ nm olarak hesaplandı. Literatüre göre $\xi_{ab}(0) = 3,7 - 12,8$ nm aralığında ve $\xi_c(0) = 1,6 - 5$ nm aralığındadır (Buzea ve Yamashita, 2001). Elde edilen sonuçlardan, MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin koherens uzunluklarının tamamen literatür ile uyum içerisinde olduğu görüldü.



Şekil 3.12. MgO tek kristal altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişimi



Şekil 3.13. r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişimi

3.3.1.2. MgB₂ İnce Filmlerin Aktivasyon Enerjilerinin Belirlenmesi

MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin yüzeyine dik ve paralel olarak farklı dış manyetik alanlar altında ölçülen direnç değerlerinden farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri hesaplandı. Bunun için öncelikle farklı dış manyetik alanlar altında ölçülen filmlerin direnç değerleri, 40 K ve 0 kOe manyetik alandaki direnç değerlerine normalize edildi ve daha sonra (3.3) denklemi ile verilen Arrhenius kanunu kullanılarak MgB₂ filmlerin aktivasyon enerjileri (U_0) hesaplandı (Sidorenko vd., 2005; Palstra vd., 1989; Palstra vd., 1990).

$$\rho(T, H) = \rho_0 \exp[-U_0 / k_B T] \quad (3.3)$$

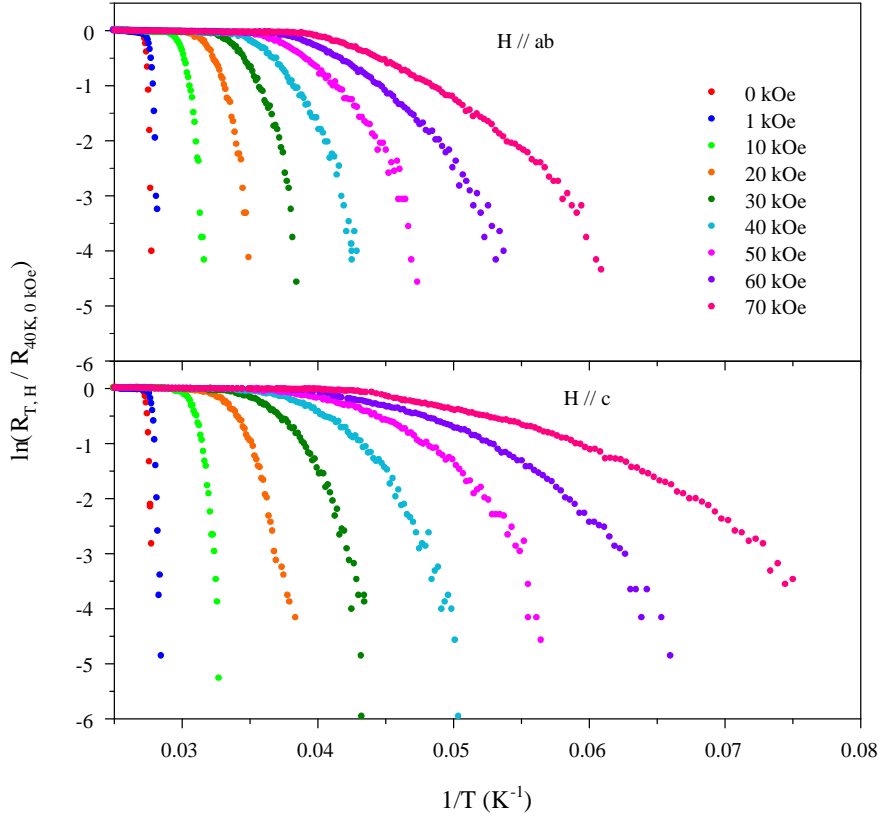
Bu ifadedeki U_0 , uygulanan dış manyetik alan (H) altındaki örnekte, termal olarak uyarılmış akı akışının (TAFF: Thermally Activated Flux Flow) olması için gerekli olan aktivasyon enerjisi; k_B Boltzmann sabiti; $\rho(T, H)$ manyetik alan altındaki ve T sıcaklığındaki örneğin öz direnci ve ρ_0 ise 40 K ve 0 kOe manyetik alandaki öz direnç değeridir. Bu ifadede öz dirençler yerine $\rho = RA/l$ ve $\rho_0 = R_0 A/l$ olarak yazılırsa ifade dirence dönüşür. Bağntı ise aşağıdaki gibi olacaktır:

$$R(T, H) = R_0 \exp(-U_0 / k_B T) \quad (3.4)$$

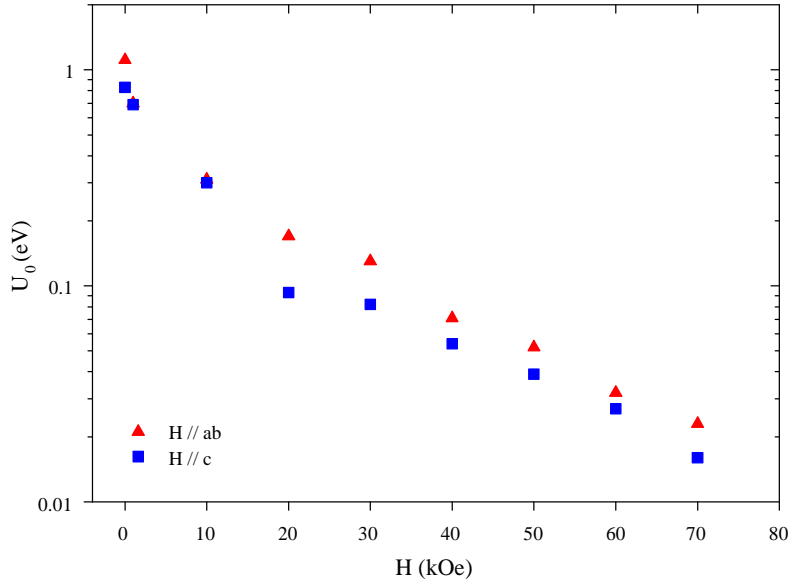
Denklem (3.4) ifadesinden de görüldüğü gibi normalize edilmiş direnç değerlerinin doğal logaritmasının sıcaklığın tersine göre değişimi ($\ln(R/R_0) - 1/T$) sabit olup, bu değer aktivasyon enerjisinin (U_0) Boltzmann sabitine oranının negatif değerine eşittir. Şekil 3.14 ve 3.16'da, MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film ile r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin yüzeylerine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri verildi. Yüzeye dik ve paralel alanlarda, $\ln(R/R_0) - 1/T$ eğrilerindeki her lineer parça, termal olarak uyarılmış akı akışını (TAFF: Thermally Activated Flux Flow) temsil eder (Zhao vd., 2006(b)). Şekil 3.15 ve 3.17'de, Şekil 3.14 ve 3.16'daki her lineer parçanın eğiminden faydalanılarak hesaplanan, akı akış aktivasyon enerjilerinin manyetik alana göre değişimleri verildi. MgB₂ ve diğer süperiletkenlerin literatür bilgilerine göre U_0 , manyetik alana $U_0 \sim B^{-n}$ şeklinde bağımlıdır (Palstra vd., 1990; Yang vd., 2002; Fogel vd., 1997; Xu vd., 2003).

Şekil 3.15, yüzeye dik ve paralel uygulanan manyetik alanların artmasıyla MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin aktivasyon enerjisindeki azalmanın 10 kOe'e kadar hızlı olduğunu, daha büyük manyetik alanlarda ise azalmada yavaşlamanın olduğunu açık bir şekilde gösterir. Manyetik alanın yüzeye dik ve paralel uygulanmasına bakarak aktivasyon enerjisinin yaklaşık olarak aynı seviyede olduğu görüldü. Bununla beraber manyetik alanın yüzeye dik olarak uygulandığı durumdaki aktivasyon enerjisinin, paralel uygulandığı duruma göre daha çabuk düştüğü görüldü. Manyetik alanın yüzeye dik uygulandığındaki aktivasyon enerjisindeki düşüklük, paralel uygulandığı duruma göre daha kolay TAFF durumunu ima eder (Zhao, 2005). Alan film yüzeyine paralel olduğunda, yüksek alanlarda hafif bir şekilde daha iyi çivileme performansı olduğunu gösterir (Zhao, 2005). Manyetik alanın varlığında aktivasyon enerjisindeki azalma, manyetik alanın artmasıyla çivileme kuvvetinin zayıflamasından dolayı örneğin kritik akım yoğunluğundaki azalmayı gösterir (Ansari vd., 2010; Shi vd., 2007; Ding vd., 2010). Fakat bu çalışmada, standart dört nokta yöntemiyle kritik akım yoğunluğu ölçümü olmadığı için karşılaştırılmadı. Şekil 3.15'te gösterilen sonuçlar literatürde tartışılan düşünceleri tamamen destekler.

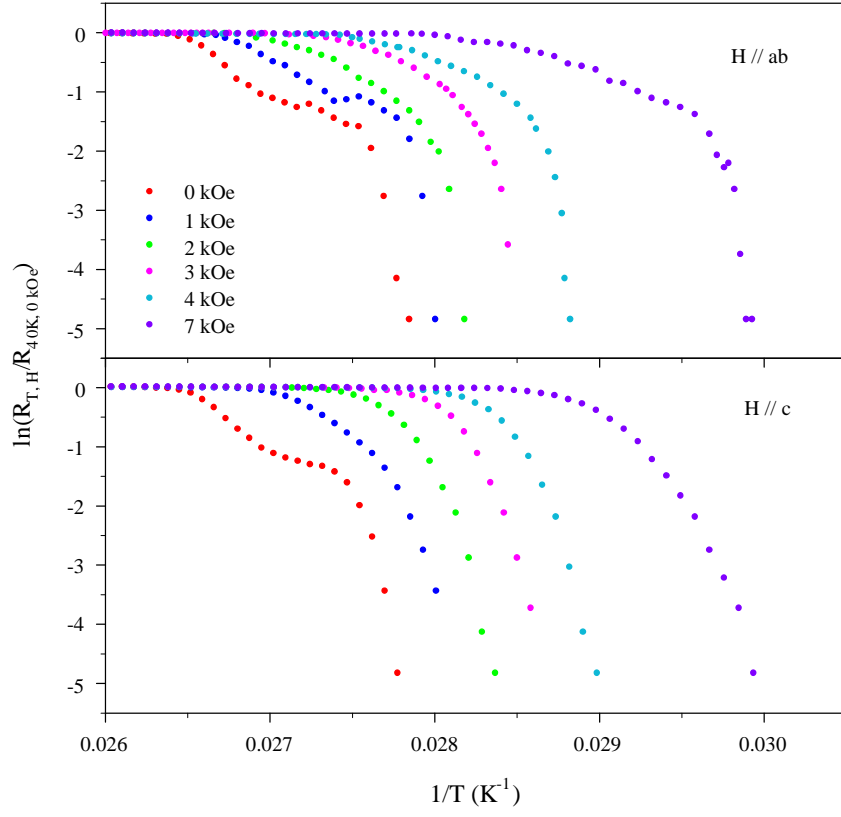
Şekil 3.17, yüzeye dik ve paralel uygulanan manyetik alanlara göre, r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin aktivasyon enerjisinde 7 kOe manyetik alana kadar hafif bir şekilde azalmanın olduğu görüldü. Eğer MgO altlık için olan ölçümlerde olduğu gibi 70 kOe'lik bir manyetik alan uygulanmış olsaydı azalmanın açık bir şekilde görüleceği tahmin edilmektedir. Yukarıda MgO altlık için ifade edilen aktivasyon enerjilerindeki değişimin, r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ film için de geçerli olduğu görüldü. Manyetik alanın yüzeye dik ve paralel uygulanmasına bakarak aktivasyon enerjisinin yaklaşık olarak aynı seviyede olduğu görüldü. Bununla beraber manyetik alanın yüzeye dik olarak uygulandığı durumdaki aktivasyon enerjisinin, paralel uygulandığı durumdakinden daha düşük olduğu görüldü.



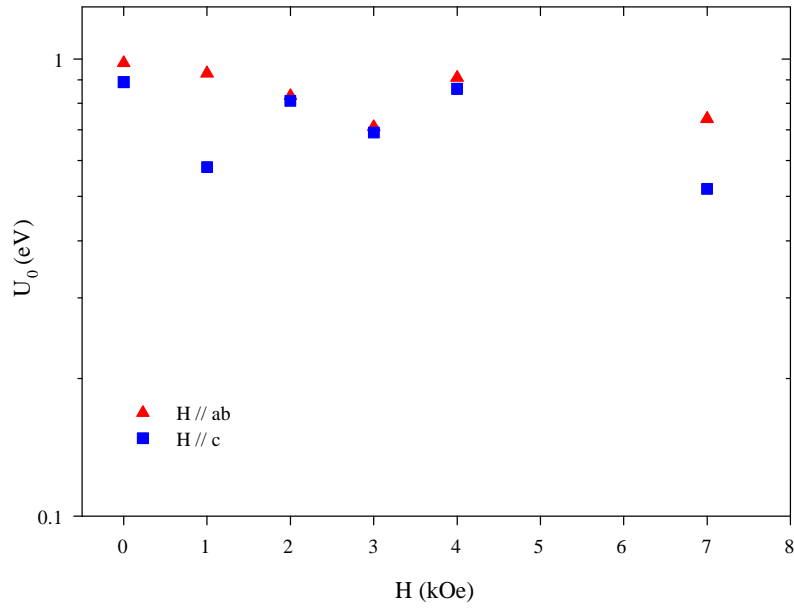
Şekil 3.14. MgO altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri



Şekil 3.15. MgO altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri



Şekil 3.16. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için normalize edilmiş direncin Arrhenius grafikleri



Şekil 3.17. r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için akı akış aktivasyon enerjisinin manyetik alana göre değişimleri

3.3.2. Uygulanan Alanın Fonksiyonu Olarak Manyetizasyon Ölçümleri

Üretilmiş olan 600 nm kalınlığındaki filmlerin manyetizasyon ölçümleri 5, 15 ve 25 K'lık sabit sıcaklıklarda, 100 Oe/s'lik süpürme hızında ve -3,5 T ile +3,5 T arasında manyetik alan uygulanarak yapıldı. Her ölçüm öncesinde filmler, filmlerin içerisinde tuzaklanabilecek akıyı yok etmek için T_c 'nin üzerindeki sabit bir sıcaklığa (50 K) ısıtıldıktan sonra alan uygulamaksızın (ZFC), ilgili sıcaklık değerlerine soğutuldu. Bu sıcaklıklarda, filmler 0,05K hassasiyetinde dengeye getirildikten sonra manyetizasyon ölçümleri yapıldı. Manyetizasyon ölçümlerinde, manyetik alan değişimleri beş aşamada gerçekleştirildi: 1. aşama (0T) - (+3,5T), 2. aşama (+3,5T) – (0T), 3. aşama (0T) - (-3,5T), 4. aşama (-3,5T) – (0T), 5. aşama (0T) - (+3,5T) şeklindedir. Her iki aşama arasında beklenmeden bir sonraki aşamaya geçildi. Ölçüm süresince manyetik alan, boyutları yaklaşık olarak $3 \times 3 \text{ mm}^2$ olan filmlerin yüzeyine dik olarak uygulandı. VSM sisteminde kullanılan manyetometre, manyetik momenti “emu” cinsinden ölçülmekte olup, alınan ölçüm sonuçları filmin hacmine bölünerek “emu/cm³” cinsinden birim hacimdeki manyetik dipol momentlerin bileşkesi olan manyetizasyona dönüştürüldü.

Şekil 3.18, 3.19 ve 3.20'den görüldüğü gibi, süperiletken malzemelerin sahip olduğu diyamanyetik davranışı gösteren histerisiz eğrileri elde edildi. Elde edilen histerisiz eğrilerine bakıldığında bu eğrilerin, tersinmez II. tip süperiletkenlerdeki manyetizasyonun dış manyetik alana karşı değişimlerini gösteren M-H eğrileri ile aynı davranışı sergilediği görüldü. Bu histerisiz eğrilerinin x-y eksenlerine göre belirli bir simetriklik sergilediği görüldü. Şekil 3.18, 3.19 ve 3.20'de, her filmin kritik sıcaklık değerine yaklaşıldıkça, manyetizasyon değerlerinin azaldığı ayrıca görüldü.

MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmlerin 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda yapılmış olan manyetizasyon ölçümlerinden elde edilen M-H eğrileri Şekil 3.18'de verildi. Hem MgO hem de r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmlerin aynı manyetik alanlarda, manyetizasyon ölçümünün gerçekleştirildiği sıcaklık arttıkça manyetizasyon eğrilerindeki ΔM (M-H ilmeğinde ikinci ve beşinci çeyreklerdeki manyetizasyon değerleri arasındaki farktır) değerinin azaldığı Şekil 3.18'den açık bir şekilde görüldü. Şekil 3.18 (a)'daki $T=5 \text{ K}$ için olan ölçümde, MgO altlık üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmin M-H eğrisinde düşük alanda dentritik bir yapı gözlemlendi. MgB_2 'de düşük sıcaklıklarda güçlü akı kararsızlığı sıkça bildirilmiştir (Jin vd., 2001; Johansen vd., 2002; Yanmaz vd., 2009). Johansen ve arkadaşları (2002), Manyeto Optik Görüntüleme

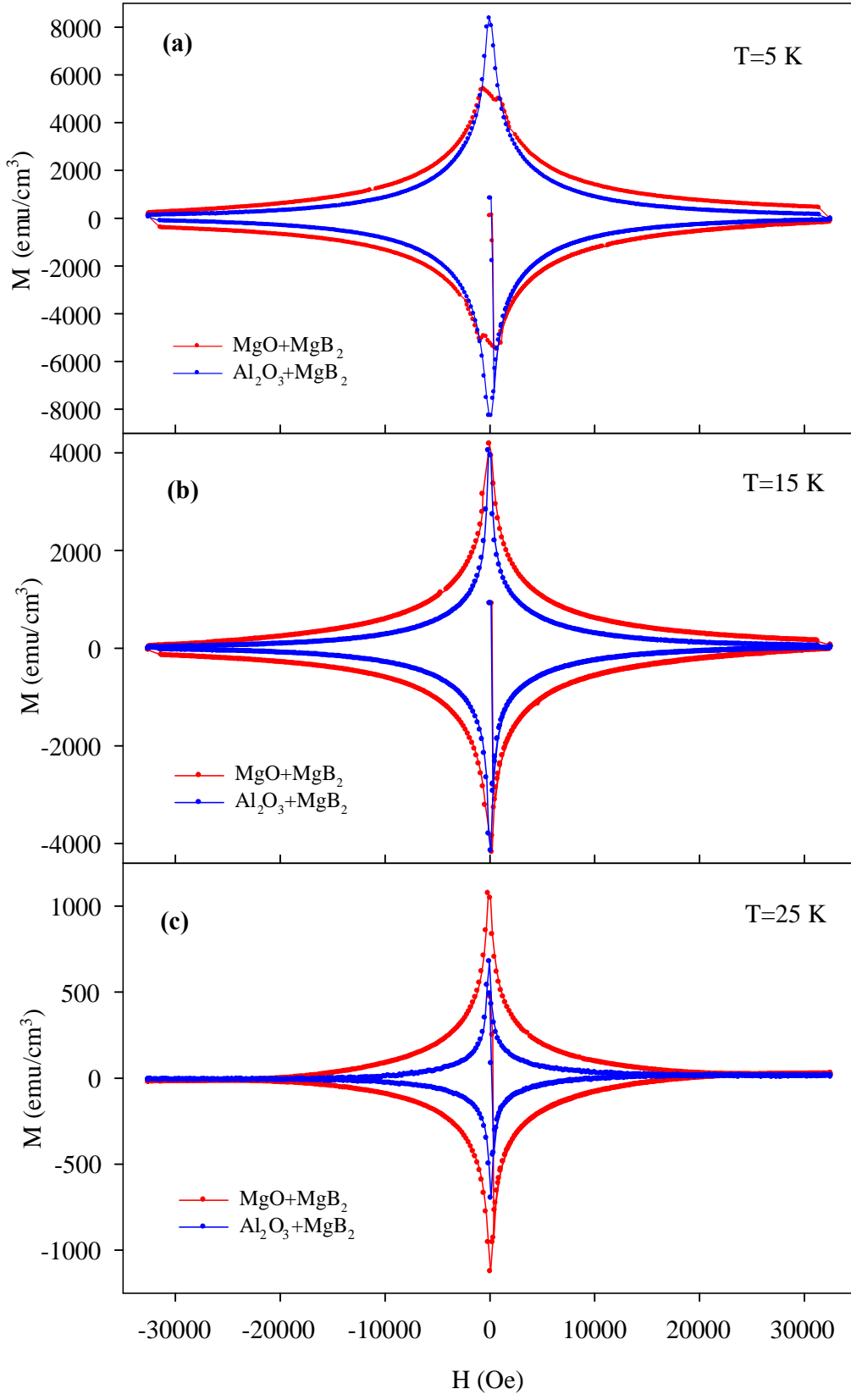
(magneto-optical imaging-MOI) kullanarak iki aşamalı tavlama işlemiyle yapılmış MgB_2 filmlerde (Kang vd., 2001) manyetik alan film içerisine girdiği zaman 10 K'nin altında, manyetik akının dendritik yapılarının aniden oluştuğunu buldular. Bu durum, akı hareketinin ısıyı yaydığı ve bölgesel çivilemeyi azaltan, daha ileriye akı hareketini kolaylaştıran bölgesel bir sıcaklık artışına yol açan bir çıkış işlemidir (Xi, 2009). Dendritik akı artışları (jumpları), düşük sıcaklık ve düşük alanda manyetizasyonun histerezis döngülerini ve böylece J_c 'yi bastırmaktadır (Xi, 2009). MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin M-H eğrisinde düşük alanda dendritik yapı gözlenirken, ve bu yüzden r-düzlem Al_2O_3 altlık için olandan daha dar ΔM değeri sergilerken, alanın artmasıyla beraber MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmin diğerine göre daha geniş ΔM değeri sergilediği Şekil 3.18 (a)'daki $T=5$ K için verilen grafikten görüldü. Şekil 3.18 (b) ve (c)'deki $T=15$ ve 25 K için olan ölçümlerden de MgO altlık için olan ΔM değerlerinin r-düzlem Al_2O_3 altlık için olandan daha yüksek olduğu görüldü. En iyi düşük sıcaklık direnç ölçümlerinin ve en yüksek $H_{c2}(0)$ değerinin çıktığı MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin, manyetizasyonunun da yüksek değerlerde çıktığı görüldü. Altlıklar üzerindeki MgB_2 filmin aynı olmasına rağmen bu farklılıkların Al_2O_3 altlıklı filmin yapısındaki ikinci fazdan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin 5, 15 ve 25 K'de ölçülen M-H eğrileri Şekil 3.19'da verildi. MgB_2 filmin ve Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin aynı manyetik alanlarda, manyetizasyon ölçümü için filmlerin kritik sıcaklık değerine yaklaştıkça manyetizasyon eğrilerindeki ΔM değerinin azaldığı Şekil 3.19'dan açık bir şekilde görüldü. Şekil 3.19 (a)'daki $T=5$ K için olan histerisiz eğrisine bakıldığında %50 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin $0T$ 'da en geniş ΔM değerine sahip olduğu görüldü. Daha sonra sırasıyla %33 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin, hiç kaplanmamış filmin ve %100 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin ΔM değerlerinin geldiği görüldü. Şekil 3.19 (a)'da $T=5$ K için elde edilen manyetizasyon ölçümlerinde, artan manyetik alan ile birlikte en geniş ΔM değerine %33 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin sahip olduğu görüldü. Şekil 3.19 (b) ve (c)'deki $T=15$ ve 25 K için olan ölçümlerden $0T$ ve artan manyetik alanla en yüksek ΔM değerine yine %33 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin sahip olduğu belirlendi.

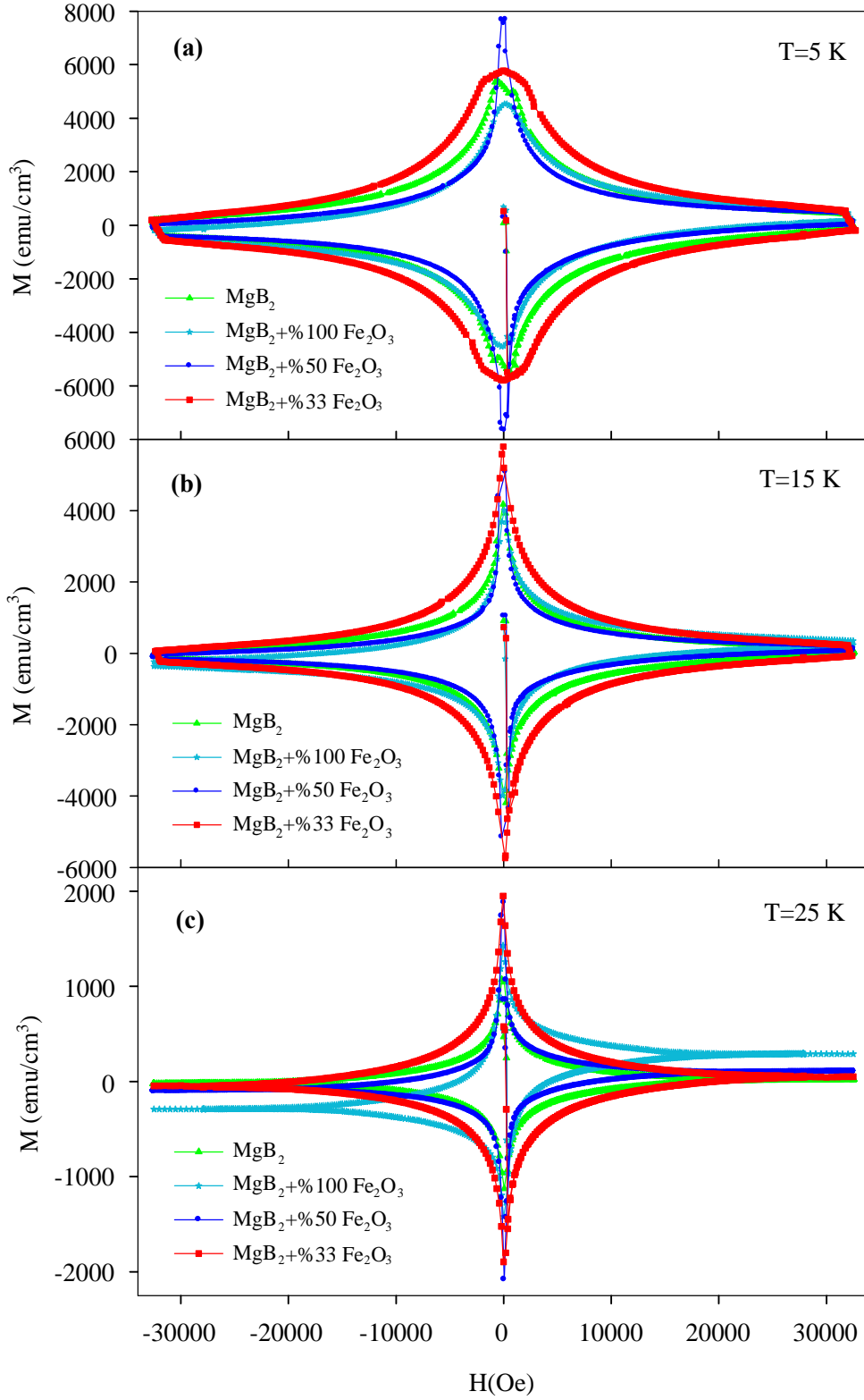
Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin 5, 15 ve 25 K'de ölçülen M-H eğrileri Şekil 3.20'de

verildi. MgB_2 filmin ve Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin aynı manyetik alanlarda, manyetizasyon ölçümü için, sıcaklık arttıkça manyetizasyon eğrilerindeki ΔM değerinin azaldığı Şekil 3.20'den de açık bir şekilde görüldü. Şekil 3.20 (a)'daki $T=5$ K için olan histerisiz eğrisinde, 0 T'da kaplanmamış filmin ve kaplanmış filmlerin yaklaşık olarak aynı ΔM değerine sahip olduğu görüldü. Artan manyetik alan ile birlikte Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmlerin, kaplanmamış filme göre daha yüksek ΔM değerine ve özellikle %50 kaplı filmin en yüksek ΔM değerine sahip olduğu görüldü. Şekil 3.20 (b) ve (c)'deki $T=15$ ve 25 K için olan ölçümlerden 0 T ve artan manyetik alanla en yüksek ΔM değerine %50 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin sahip olduğu ve %100 ve %25 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmlerin yaklaşık olarak aynı manyetizasyon genişliğine sahip olduğu belirlendi. Şekil 3.20'deki, r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin 5, 15 ve 25 K'de ölçülen M-H eğrilerinden, farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmlerin hepsinin 0 T ve manyetik alanın artmasıyla birlikte hiç kaplanmamış olan MgB_2 filminden daha geniş ΔM değerine sahip olduğu açık bir şekilde görüldü.

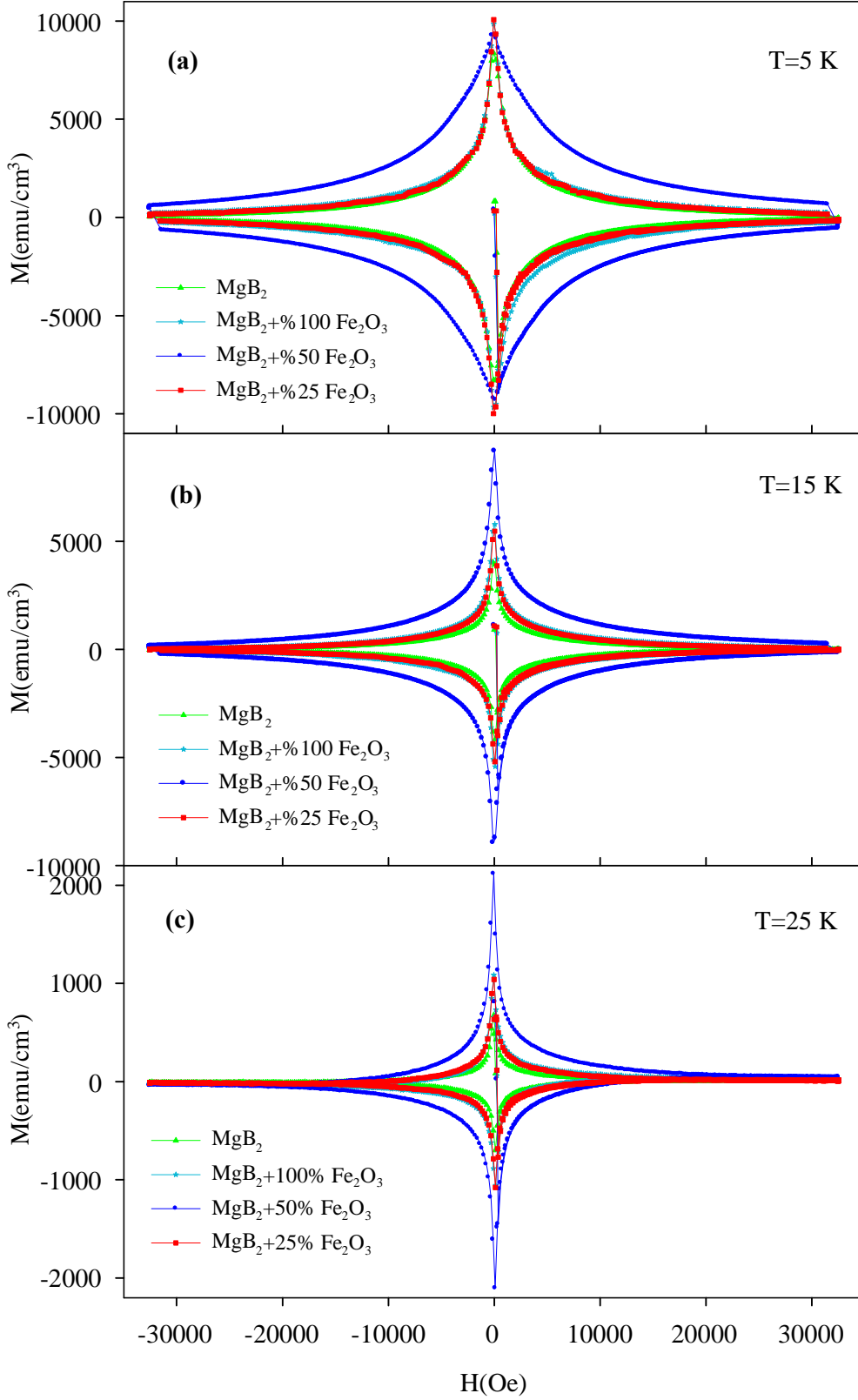
Şekil 3.19 ve 3.20 grafiklerindeki sonuçlara göre, MgB_2 filmlerin Fe_2O_3 nanopartikül ile kaplanmasının histerisiz eğrilerinde değişime yol açtığı görüldü. M-H eğrilerinin altlığın çeşidine göre değiştiği gözlemlendi. Ferromanyetik çivileme merkezleri olarak görev yapan bu Fe_2O_3 nanopartikülleri, MgO altlık için %33 konsantrasyonda olduğunda; r-düzlem Al_2O_3 altlık da ise, konsantrasyonların hepsinde ΔM de bir artış gözlemlendi.



Şekil 3.18. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmlerin (a) $T=5\text{ K}$, (b) $T=15\text{ K}$ ve (c) $T=25\text{ K}$ 'de ölçülen M-H eğileri



Şekil 3.19. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5$ K, (b) $T=15$ K ve (c) $T=25$ K'de ölçülen M-H eğrileri



Şekil 3.20. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5\text{ K}$, (b) $T=15\text{ K}$ ve (c) $T=25\text{ K}$ 'de ölçülen M-H eğrileri

3.3.3. Kritik Akım Yoğunluğu Hesapları

Süperiletkenlerin pratik uygulamalarının çoğu için, manyetik alan varlığında yüksek akım taşıma yeteneği çok önemlidir (Lambalestier vd., 2001(a)). Yani süperiletkenlerin teknolojik uygulamaları öncelikle kritik akım yoğunluğuna bağlıdır. Süperiletkenlerin pratik uygulamalarında yüksek manyetik alan altında, süperiletkenlerden yüksek akımlar geçirebilmek için mümkün olduğunca çok çivileme merkezlerinin bulunması istenir. Bütün bunlara dayanarak, kritik akım yoğunluğunun manyetik alan altında yüksek kalabilmesi için MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ ince filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerinin, hangi oranda film üzerinde çivileme merkezleri olarak görev yaptığı bu bölüm altında araştırıldı.

MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ süperiletken filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren filmlerin kritik akım yoğunlukları (J_c), farklı sıcaklıklarda uygulanan alanın fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümlerinden hesaplandı. Bunun için M-H ilmeğinde manyetik alan arttırılırken ve azaltılırken filmlerin sahip olduğu pozitif ve negatif manyetizasyon değerleri ele alındı. Manyetizasyon verilerinden kritik akım yoğunluğu hesaplamak için, Bean'in kritik durum modeline dayandırılmış aşağıdaki bağıntı kullanıldı (Chen ve Goldfarb, 1989).

$$J_c = \frac{20\Delta M}{a\left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (3.5)$$

Bu bağıntıda a ve b uygulanan manyetik alana dik doğrultudaki kısa ve uzun kenarları (a<b) temsil etmektedir. ΔM ise manyetizasyon farkı olup, M-H ilmeğinde ikinci ve beşinci çeyreklerdeki manyetizasyon değerleri arasındaki farktır. Burada ΔM , emu/cm³ ve J_c , A/cm² birimlerindedir. Böylece kritik akım yoğunluklarının manyetik alan bağılılığı (3.5) eşitliği kullanılarak hesaplandı ve sonuçlar grafiklerle gösterildi.

Şekil 3.21, 3.22 ve 3.23'te, MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin sırasıyla 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alana göre değişimleri gösterildi. Şekil 3.21'de, 0 T'da r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin kritik akım yoğunluğu, MgO altlık üzerine çökeltilmiş filminkinden daha yüksek olduğu görüldü. Bunun sebebi yukarıda (uygulanan alanın

fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümleri kısmında) açıklandığı gibi M-H eğrisindeki düşük alanda dentritik bir yapının gözlenmesinden kaynaklanmaktadır ve bu yüzden MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmin kritik akım yoğunluğu daha düşük çıkmıştır. Alanın artmasıyla birlikte MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin kritik akım yoğunluğu, dış alana karşı daha dayanıklı oldu. Şekil 3.22 ve 3.23'ten de MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmin kritik akım yoğunluğunun, dış alandan daha az etkilendiği görüldü. Tablo 3.3'te, Şekil 3.21, 3.22 ve 3.23'ten elde edilen MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu değerleri verildi. Yukarıda verilmiş olan, MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin aktivasyon enerjilerinin belirlenmesi kısmında (Şekil 3.15 ve 3.17), manyetik alanın varlığında aktivasyon enerjisinde bir azalma olduğu görülmüştü. Aktivasyon enerjisindeki bu azalmanın, manyetik alanın artmasıyla çivileme kuvvetinin zayıflamasından dolayı örneğin kritik akım yoğunluğundaki azalmayı gösterdiği vurgulanmıştı (Ansari vd., 2010; Shi vd., 2007). Şekil 3.21, 3.22 ve 3.23'teki sonuçlar literatürde tartışılan düşünceyi destekler. Şekil 3.21, 3.22 ve 3.23'te, sabit sıcaklıkta uygulanan manyetik alanın artmasıyla birlikte kritik akım yoğunluğunun azaldığı açık bir şekilde görüldü.

Tablo 3.3. MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu değerleri

Altlık	J_c (5K, 0T) (A/cm ²)	J_c (15K, 0T) (A/cm ²)	J_c (25K, 0T) (A/cm ²)	J_c (5K, 3T) (A/cm ²)	J_c (25K, 1.8T) (A/cm ²)
MgO	1,0x10 ⁶	9,1x10 ⁵	2,2x10 ⁵	6,6x10 ⁴	4,5x10 ³
r-düzlem Al ₂ O ₃	1,7x10 ⁶	7,9x10 ⁵	1,2x10 ⁵	2,7x10 ⁴	7,4x10 ²

MgB₂ için J_c 'nin, yüksek manyetik alanlarda yüksek değere sahip olabilmesi, akı çivileme performansının iyileştirilmesini gerektirir. Temiz MgB₂'de, doğal kusur eksikliklerinden dolayı manyetik alanla J_c hızlı bir şekilde bastırılır (Bugoslavsky vd., 2001). MgB₂'nin kritik akım yoğunluğunu arttırmak için, çivileme merkezlerinin örneklere eklenmesi gerekmektedir (Li vd., 2003). Akı çivilemesinin iyileştirilmesinin etkili bir yolu MgB₂'nin koherens uzunluğu ile karşılaştırılabilir bir büyüklüğe sahip bir katkı sayesinde MgB₂ içerisine akı çivileme merkezlerinin yerleştirilmesiyle mümkün olabilir (Vajpayee

vd., 2008). Çivileme kuvveti, süperiletken olmayan nanomerkezler veya nötron irradiation ile üretilmiş kusurlar gibi yapay çivileme merkezlerinin eklenmesiyle ayarlanabilir (Wilke vd., 2006). MgB_2 içine, koherens uzunluğu mertebesinde süperiletken olmayan nanoparçacıklar eklenirse yapay çivileme merkezleri yaratılmış olur (Sandu vd., 2011). MgB_2 külçe örneklerine Fe_2O_3 nanoparçacıklarının (manyetik nanoparçacıkların) gömülmesiyle iyileştirilmiş vorteks çivilemesinden dolayı manyetik histerisizin artışı görüldü (Prozorov vd., 2003). Manyetik nano boyutlu çivileme merkezlerinin varlığında, nanoparçacık ve vorteksler arası manyetik etkileşmeden dolayı çivileme kuvvetinin arttığı hesaplandı (Snezhko vd., 2005). Manyetik çivileme kuvvetinin etkili olarak artması için, nanoparçacıkların uygun çapı bu hesaplamalarla belirlendi. MgB_2 'nin koherens uzunluğu yaklaşık $\xi_{ab}(0)=5$ nm (0 K'de) olarak bulundu (Canfield vd., 2003(b); de Lima vd., 2001). Çivileme merkezlerinin boyutunun, yaklaşık olarak koherens uzunluğunun iki katı kadar (2ξ) olması gerekir (Seeber, 1998).

MgB_2 filmlerin koherens uzunluğu yaklaşık olarak $\xi_{ab}(0)=5$ nm olduğu yukarıdaki bölümlerde hesaplandı. Bütün bunlara dayanarak, çivileme merkezi olarak kullanılacak olan nanopartiküllerin boyutunun yaklaşık 10 nm olması gerekir. MgB_2 ince filmler üzerinde, Fe_2O_3 nanopartiküllerinin yapay çivileme merkezleri olarak görev yapıp yapmadığını anlamak için, filmlerin üzerine 10 nm çapındaki Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren çözelti farklı konsantrasyonlarda kaplandı.

Şekil 3.24, 3.25 ve 3.26'da, farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin sırasıyla 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alana göre değişimleri gösterildi. Şekil 3.24'ten 0 T'da en yüksek akım yoğunluğuna %50 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 film sahipken, alanın artmasıyla birlikte en hızlı azalan film olduğu görüldü. %33 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğu ikinci en yüksek olmasına rağmen, alanın artmasıyla birlikte, manyetik alandan en az etkilenen film olduğu görüldü. Şekil 3.24, 3.25 ve 3.26'da, %33 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğunun alana bağlılığının daha zayıf olduğu ve yüksek alanlarda daha yüksek olduğu görüldü. Tablo 3.4'te, Şekil 3.24, 3.25 ve 3.26'dan elde edilen farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu değerleri verildi. %33 kaplanmış filmin dış manyetik alana karşı daha dayanıklı olduğu görüldü. Fe_2O_3 nanopartikülleri tarafından yaratılmış yapay çivileme merkezlerinin etkisinin bir

sonucu olarak dış manyetik alanda %33 kaplı filmin kritik akım yoğunluğunun hafifçe azaldığı gözlemlendi. Elde edilen sonuçlar, kritik akım yoğunluğunu arttırmak için MgB₂ külçe örneklerine Fe₂O₃ nanoparçacıklarını gömerek etkili çivileme merkezleri olarak hareket ettiğini iddia edenlerle uyum içerisinde olduğu görüldü (Prozorov vd., 2003; Snezhko vd., 2005). MgB₂ külçe örneklerde Fe katkısının kritik akım yoğunluğunu çarpıcı bir şekilde bastırıldığını iddia edenlerle uyum içerisinde olmadığı görüldü (Dou vd., 2005).

Tablo 3.4. Farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklığı değerleri

Fe ₂ O ₃ konsantrasyonu (%)	0	33	50	100
T_c (K)	30,7	33,7	33,5	33,5
J_c (5K,0T) ((A/cm ²))	1,0x10 ⁶	1,3x10 ⁶	1,8x10 ⁶	1,0x10 ⁶
J_c (15K,0T) ((A/cm ²))	9,1x10 ⁵	1,3x10 ⁶	1,3x10 ⁶	9,4x10 ⁵
J_c (25K,0T) ((A/cm ²))	2,2x10 ⁵	4,3x10 ⁵	4,1x10 ⁵	3,2x10 ⁵
J_c (5K,3T) ((A/cm ²))	6,6x10 ⁴	1,1x10 ⁵	5,5x10 ⁴	4,9x10 ⁴

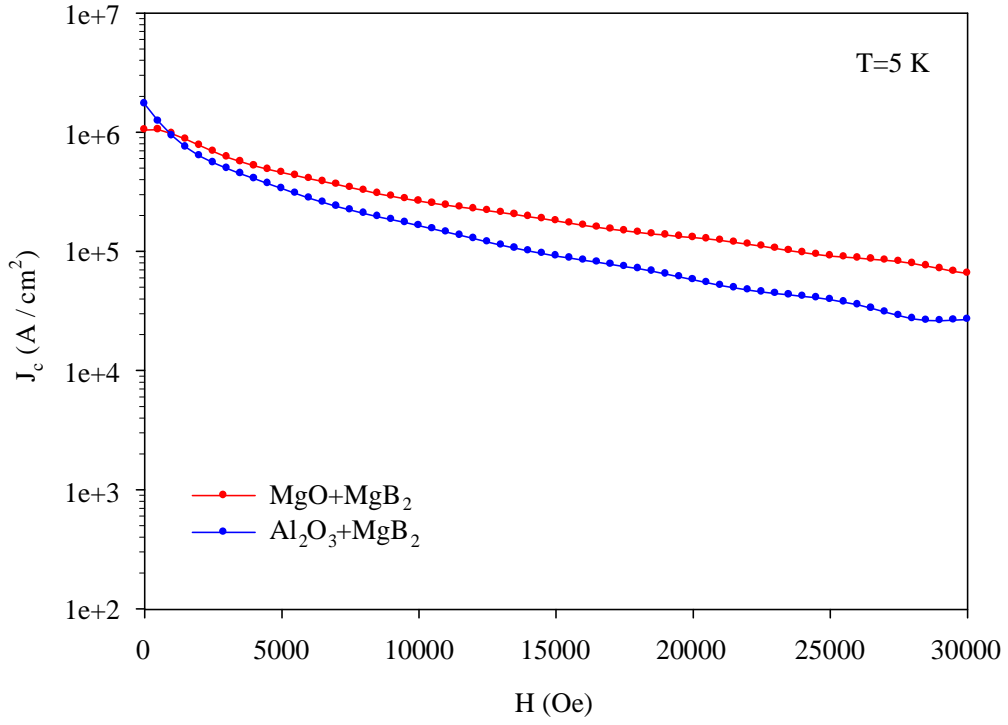
Şekil 3.27, 3.28 ve 3.29'da, farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine MgB₂ filmlerin sırasıyla 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alana göre değişimleri gösterildi. Şekil 3.27, 3.28 ve 3.29'dan, %50 Fe₂O₃ kaplı MgB₂ filmin manyetik alan altında en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu açık bir şekilde görüldü. Fe₂O₃ kaplı MgB₂ filmlerin hepsinin kaplanmamış filme göre daha yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu görüldü. Fe₂O₃ kaplı MgB₂ filmlerin yüksek sıcaklıklarda ve dış manyetik alanlarda kaplanmamış olan filme göre daha dayanıklı olduğu bulundu. Tablo 3.5'te, Şekil 3.27, 3.28 ve 3.29'dan elde edilen farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine MgB₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu değerleri verildi. Tablo 3.5'e bakıldığında, 25 K ve 1,5 T'daki kritik akım yoğunlukları kaplı olmayan filmin 7,2x10²A/cm² iken, %50 Fe₂O₃ kaplı MgB₂ filminki ise 6,8x10³A/cm² olduğu görüldü. Farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al₂O₃ altlıklar

üzerine MgB₂ filmlerin hepsinin dış manyetik alana karşı dayanıklı olduğu görüldü. Fe₂O₃ nanopartikülleri tarafından yaratılmış yapay çivileme merkezlerinin etkisinin bir sonucu olarak dış manyetik alanda kaplanmış filmlerin hepsinin kritik akım yoğunluklarının hafifçe azaldığı görüldü. Kritik akım yoğunluğunu arttırmak için MgB₂ külçe örneklerle Fe₂O₃ nanoparçacıklarını gömerek etkili çivileme merkezleri olarak hareket ettiğini iddia eden Prozorov'un grubunu, elde edilen sonuçlar destekler (Prozorov vd., 2003; Snezhko vd., 2005). MgB₂ külçe örneklerde Fe katkısının kritik akım yoğunluğunu çarpıcı bir şekilde bastırıldığını iddia edenlerle elde edilen sonuçların uyum içerisinde olmadığı görüldü (Dou vd., 2005). Ayrıca Şekil 3.9'daki 3D AFM görüntüleri, yüzey özellikleri ile süperiletkenlik özellikleri arasındaki ilişkiyi açık bir şekilde göstermektedir.

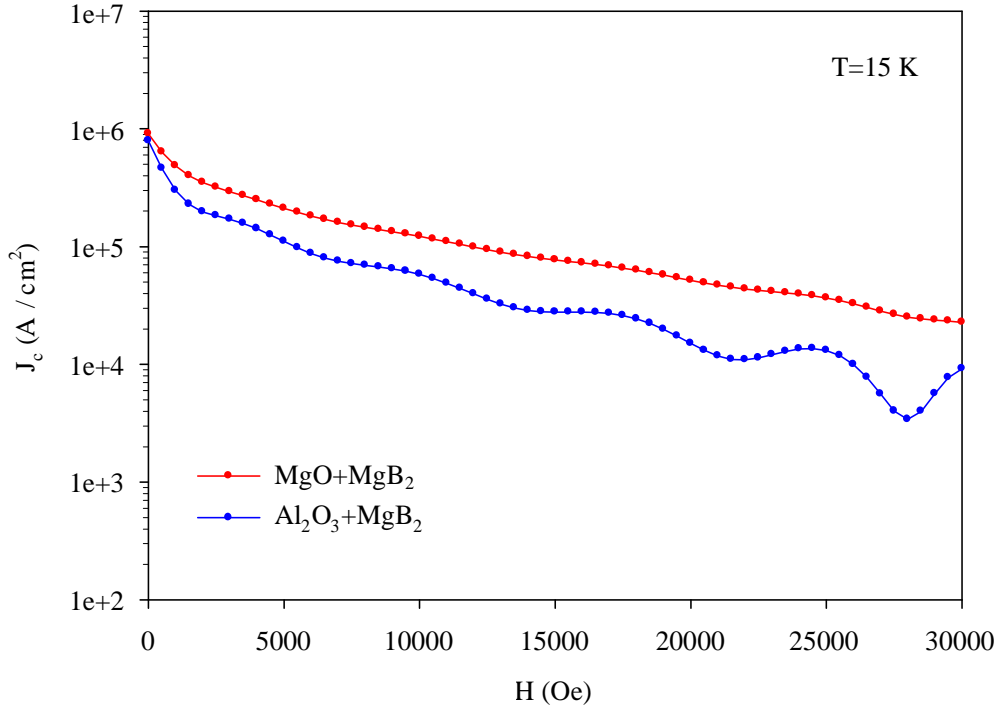
Tablo 3.5. Farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine MgB₂ filmlerin sıcaklığa ve manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklığı değerleri

Fe ₂ O ₃ Konsantrasyonları (%)	0	25	50	100
T_c (K)	31	29	32	31
J_c (5K, 0T) (A/cm ²)	1,7x10 ⁶	2x10 ⁶	1,8x10 ⁶	2x10 ⁶
J_c (15K, 0T) (A/cm ²)	7,9x10 ⁵	1x10 ⁶	1,7x10 ⁶	1,1x10 ⁶
J_c (25K, 0T) (A/cm ²)	1,2x10 ⁵	1,8x10 ⁵	3,6x10 ⁵	1,9x10 ⁵
J_c (5K, 3T) (A/cm ²)	2,7x10 ⁴	4,3x10 ⁴	1,3x10 ⁵	5,2x10 ⁴
J_c (25K, 1.5T) (A/cm ²)	7,2x10 ²	8,2x10 ²	6,8 x10 ³	1,3x10 ³

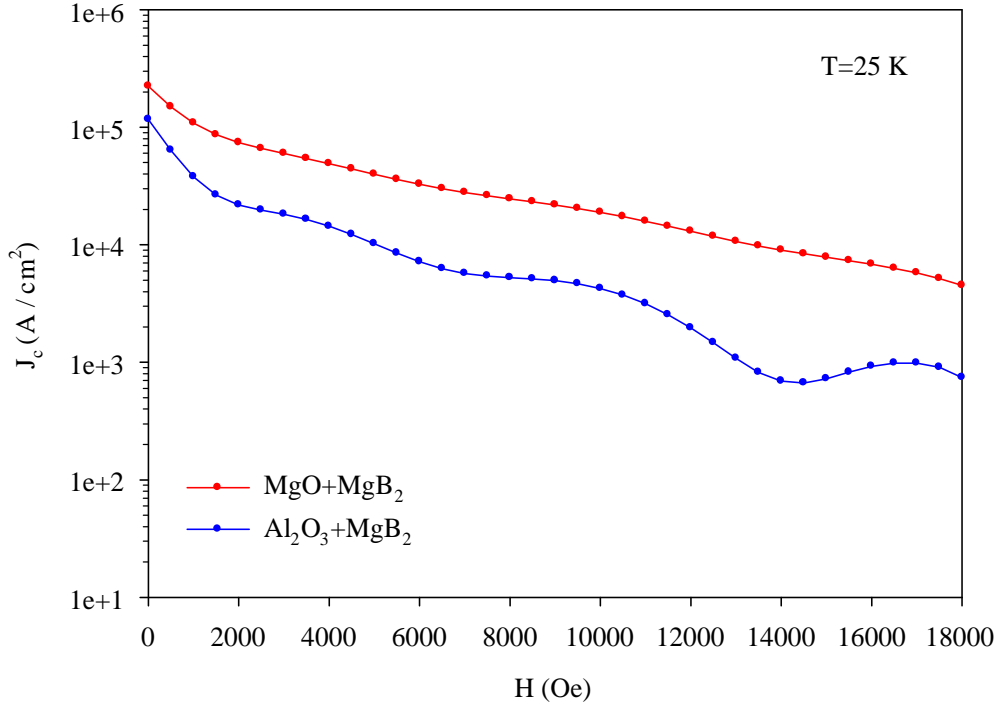
Yukarıdaki sonuçlara göre Fe₂O₃ nanopartikülleri tarafından yaratılmış yapay çivileme merkezlerinin etkisinin bir sonucu olarak dış manyetik alanda kaplanmış filmlerin kritik akım yoğunluklarının hafifçe azaldığı görüldü. Yani hızlı bir şekilde kritik akım yoğunluğu azalmadı. Hatta yüksek sıcaklıklarda kaplanmamış filme göre kritik akım yoğunlukları arasında büyük bir fark olduğu görüldü. Arttırılmış çivileme kuvvetiyle üst kritik alan B_{c2} 'nin attırılması gerekir (Sandu vd., 2011). Eğer MgO altlık için olan %33 kaplanmış filmin ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar için olan kaplı bütün filmlerin manyetik alana bağlı düşük sıcaklık direnç ölçümleri yapılmış olsaydı hesaplanan üst kritik alanın (H_{c2}), kaplı olmayan filmin H_{c2} 'sinden daha yüksek çıkması beklenirdi.



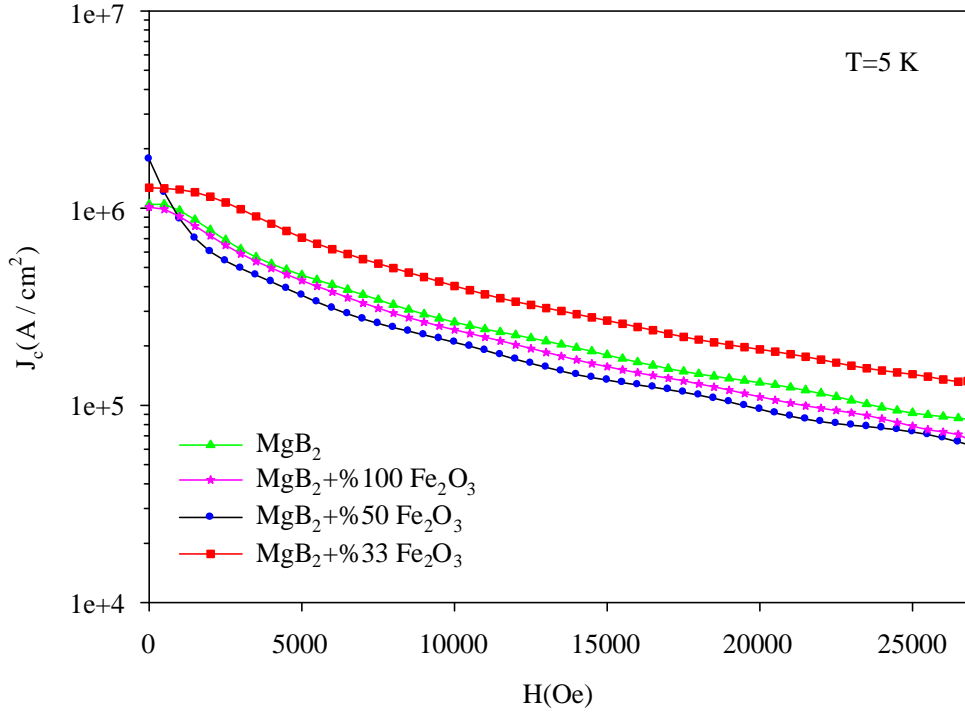
Şekil 3.21. MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin $T=5$ K'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



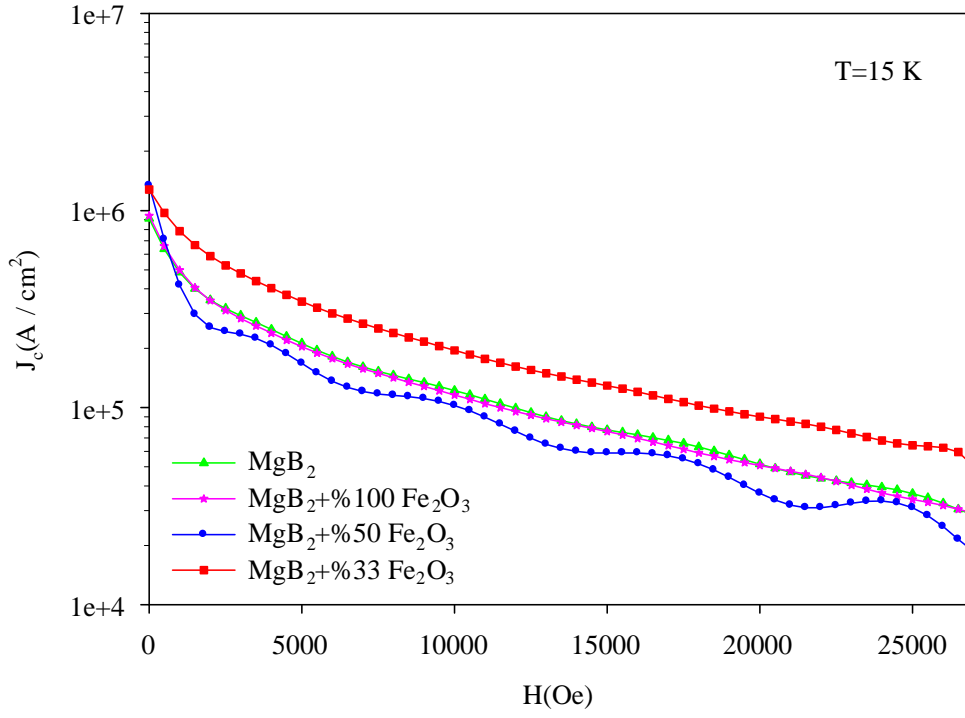
Şekil 3.22. MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin $T=15$ K'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



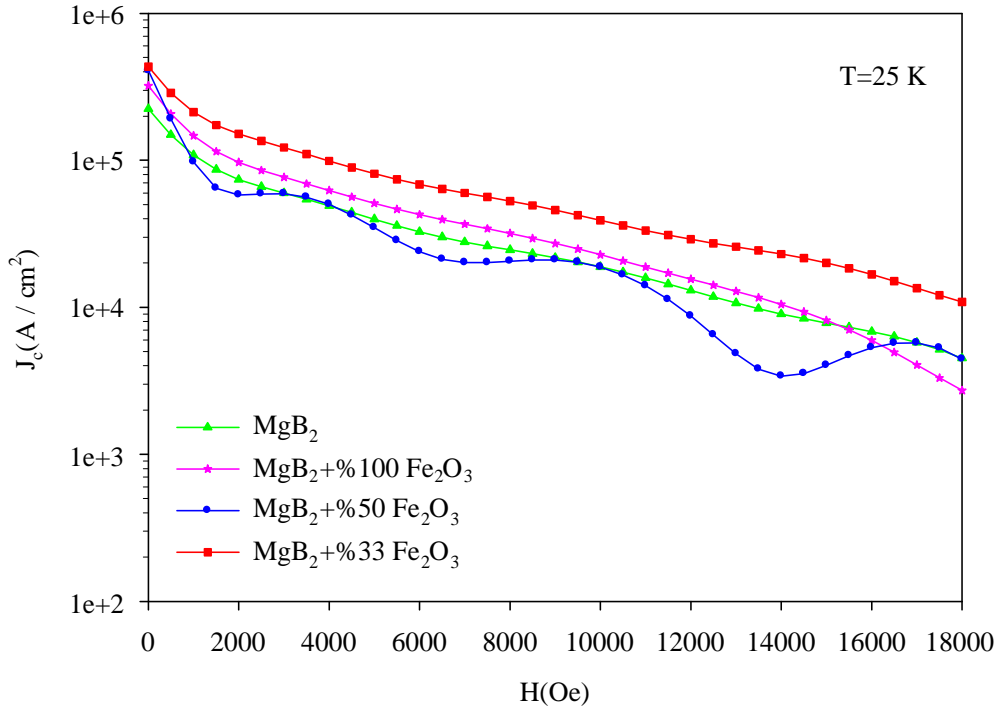
Şekil 3.23. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=25\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



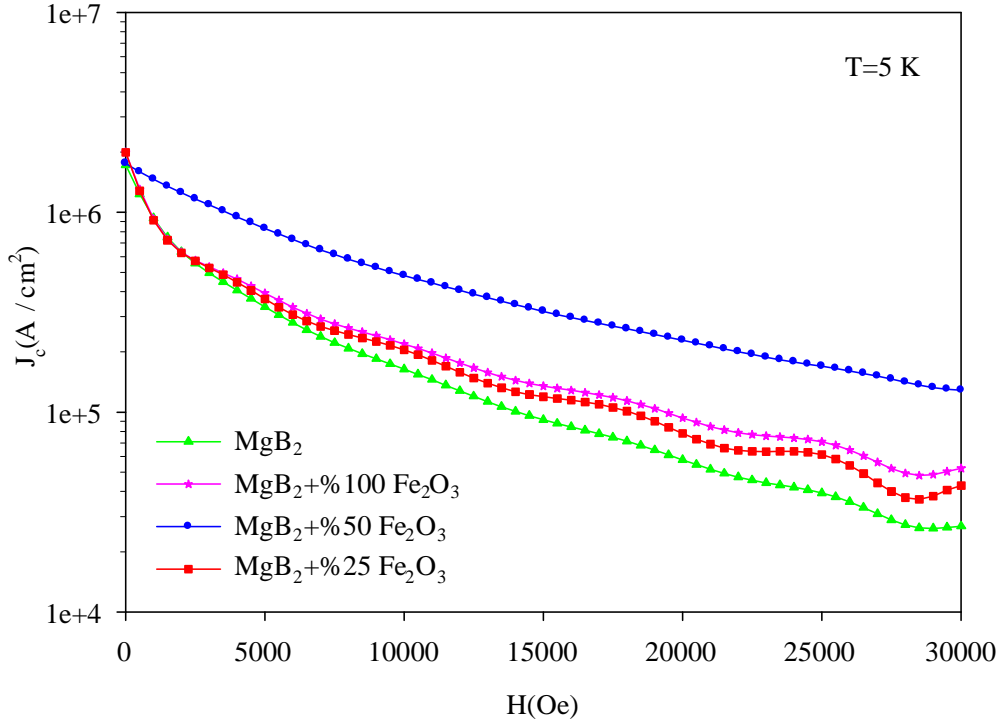
Şekil 3.24. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=5\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



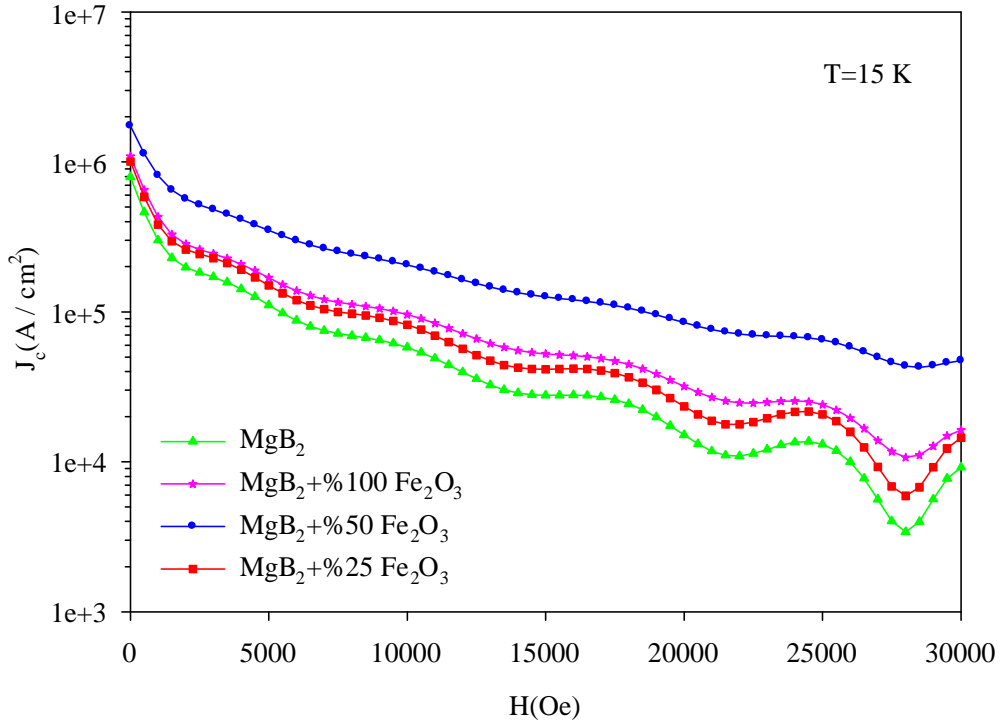
Şekil 3.25. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=15\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



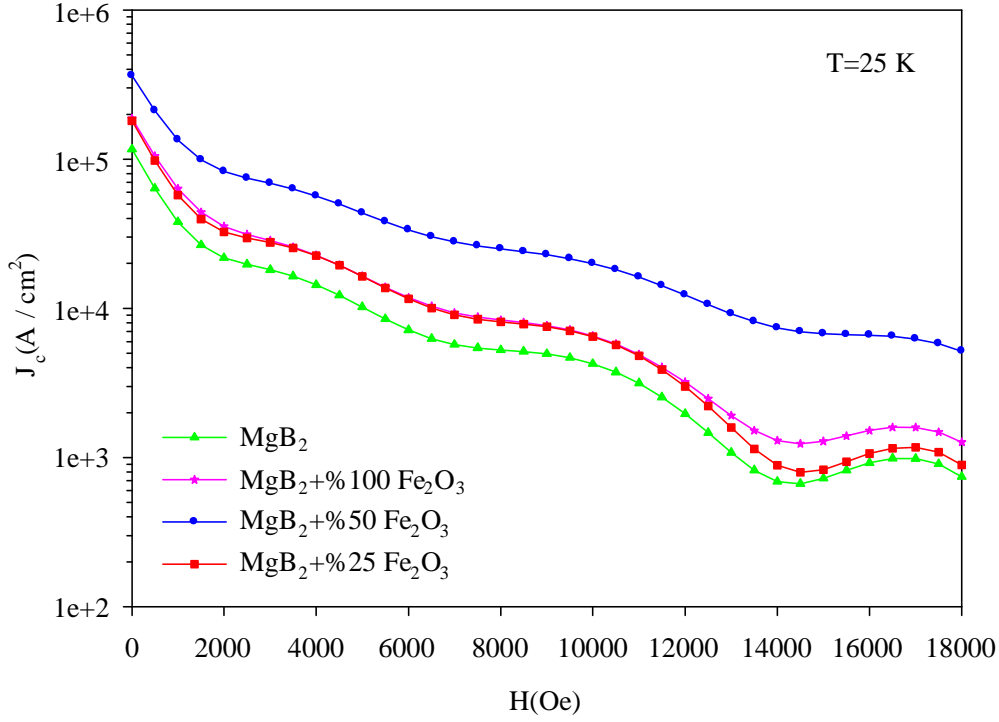
Şekil 3.26. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=25\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



Şekil 3.27. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=5\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



Şekil 3.28. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=15\text{ K}$ 'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi



Şekil 3.29. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin $T=25$ K'deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimi

3.3.4. Çivileme Kuvvet Yoğunluğu Hesapları

MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 süperiletken filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren filmlerin çivileme kuvvet yoğunluğu $f_p(b)$ 'nin manyetik alan bağıllığı bu başlık altında araştırıldı.

Şekil 3.30 ve 3.31'de MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 süperiletken filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren filmlerin $T=5$ K, 15 K ve 25 K'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağıllığı verildi. Bu grafiklerde, düz çizgi $\Delta\kappa$ çivilemesini, noktalı çizgi normal nokta çivilemesini ve kesikli çizgi yüzey çivilemesini temsil etmektedir. Şekil 3.30 ve 3.31, normalize edilmiş çivileme kuvvet yoğunluğunun ($f_b = F_p/F_{p\text{mak}}$) normalize edilen manyetik alana ($b = B/B_{\text{mak}}$) göre farklı sıcaklıklardaki grafikleridir. Burada B_{mak} , F_p 'nin maksimuma ulaştığı alan değeridir. Çivileme mekanizmasını açıklığa kavuşturmak için, filmlerin kritik akım yoğunluğu verilerinden yararlanılarak hesaplanmış $F_p = J_c B$ 'nin genişletilmiş analizi araştırıldı. Süperiletken ince filmler için $f_p - b$ ölçeklendirmesi,

sıklıkla aşağıda verilen (3.6) - (3.8) denklemleri kullanılarak birkaç çivileme mekanizması tarafından analiz edilir (Shigeta vd., 2003; Higuchi vd., 1999; Shi vd., 2007). Bu denklemler, Şekil 3.30 ve 3.31’de ayrıca verildi.

$$f(b) = 3b^2 \left(1 - \frac{2b}{3}\right), \Delta\kappa \text{ çivilemesi için} \quad (3.6)$$

$$f(b) = \frac{9}{4}b \left(1 - \frac{b}{3}\right)^2, \text{ normal nokta çivilemesi için} \quad (3.7)$$

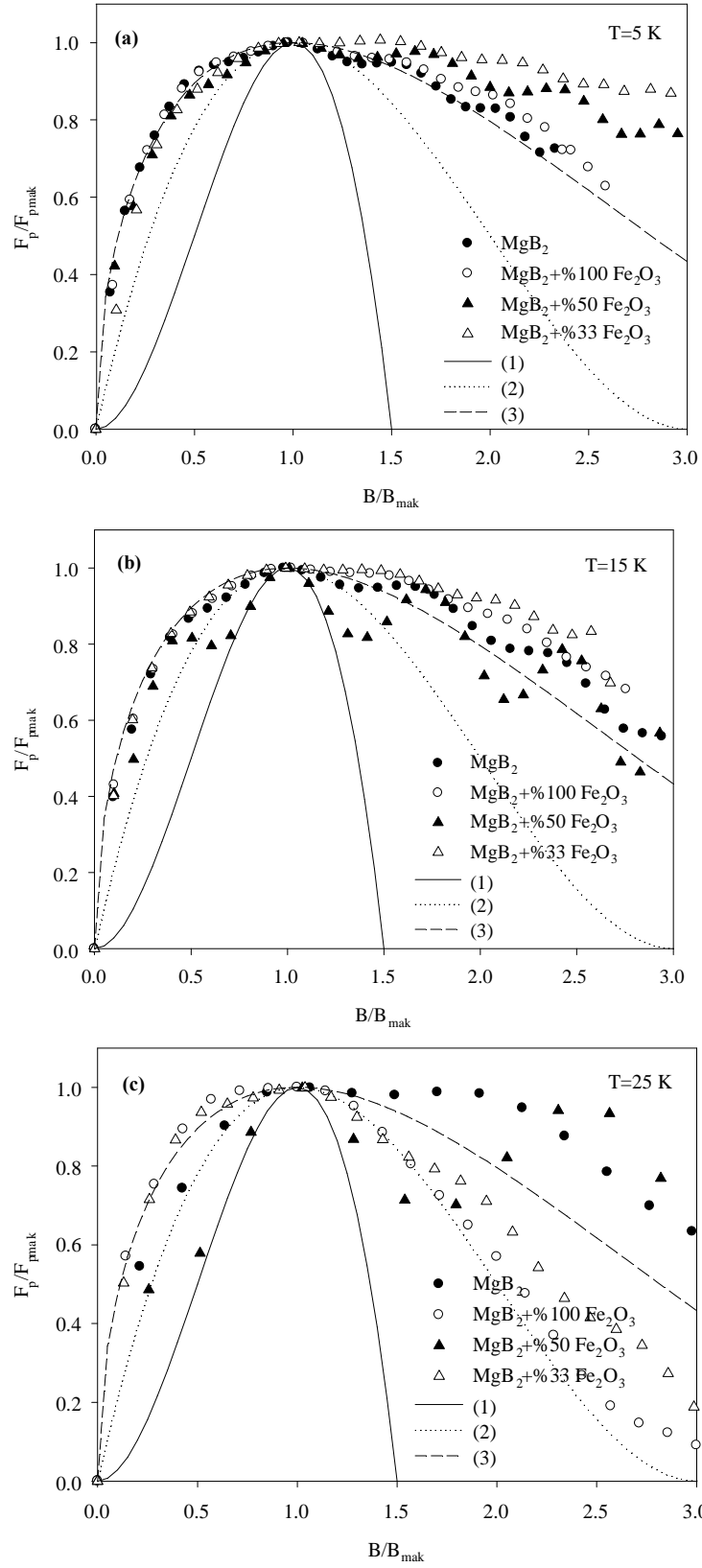
$$f(b) = \frac{25}{16}\sqrt{b} \left(1 - \frac{b}{5}\right)^2, \text{ yüzey çivilemesi için} \quad (3.8)$$

Şekil 3.30 (a) (b)’de, B_{mak} ’ın altında farklı sıcaklıklarda ($T = 5$ ve $15K$) MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin ve farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin bütün sonuçlarının denklem (3.8) ile uyumlu olduğu görüldü. Yani B_{mak} ’ın altındaki filmlerde, yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü. Şekil 3.30 (c)’de, B_{mak} ’ın altında $25 K$ ’de, %100 ve %33 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin denklem (3.8) ile uyumlu olduğu ve böylelikle B_{mak} ’ın altındaki bu filmlerde de, yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü. Bununla beraber, Şekil 3.30 (c)’de, B_{mak} ’ın altında $25 K$ ’de, saf MgB_2 ve %50 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin çivileme mekanizmasının tek bir ana eğri üzerinde olmadığı görüldü. Bu manyetik alan bölgesinde, grafiklerin denklem (3.6) ve (3.8) arasına yerleştiği görüldü. B_{mak} ’ın altında $25 K$ ’deki, saf MgB_2 ve %50 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerde, hem $\Delta\kappa$ çivilemesinin hem de yüzey çivilemesinin etkili olduğu düşünülebilir. Manyetik alan B_{mak} ’dan daha büyük olduğunda, farklı sıcaklıklarda ($T = 5$ ve $15K$), farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmler için çivileme mekanizmalarında, yüzey çivileme davranışından yukarıya doğru sapmalar olduğu görüldü. B_{mak} ’ın yukarısında $25 K$ ’de, %100 ve %33 konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin sonuçlarının, normal nokta çivilemesi ve yüzey çivilemesi için ana eğrilerin arasına yerleştiği ve normal nokta çivilemesine yakın olduğu görüldü. Sonuç olarak, düşük alanlarda ve yüksek alanlarda, farklı sıcaklıklarda ($T=5-25K$), filmlerin çoğu için akı çivileme mekanizmalarında yüzey çivilemesi

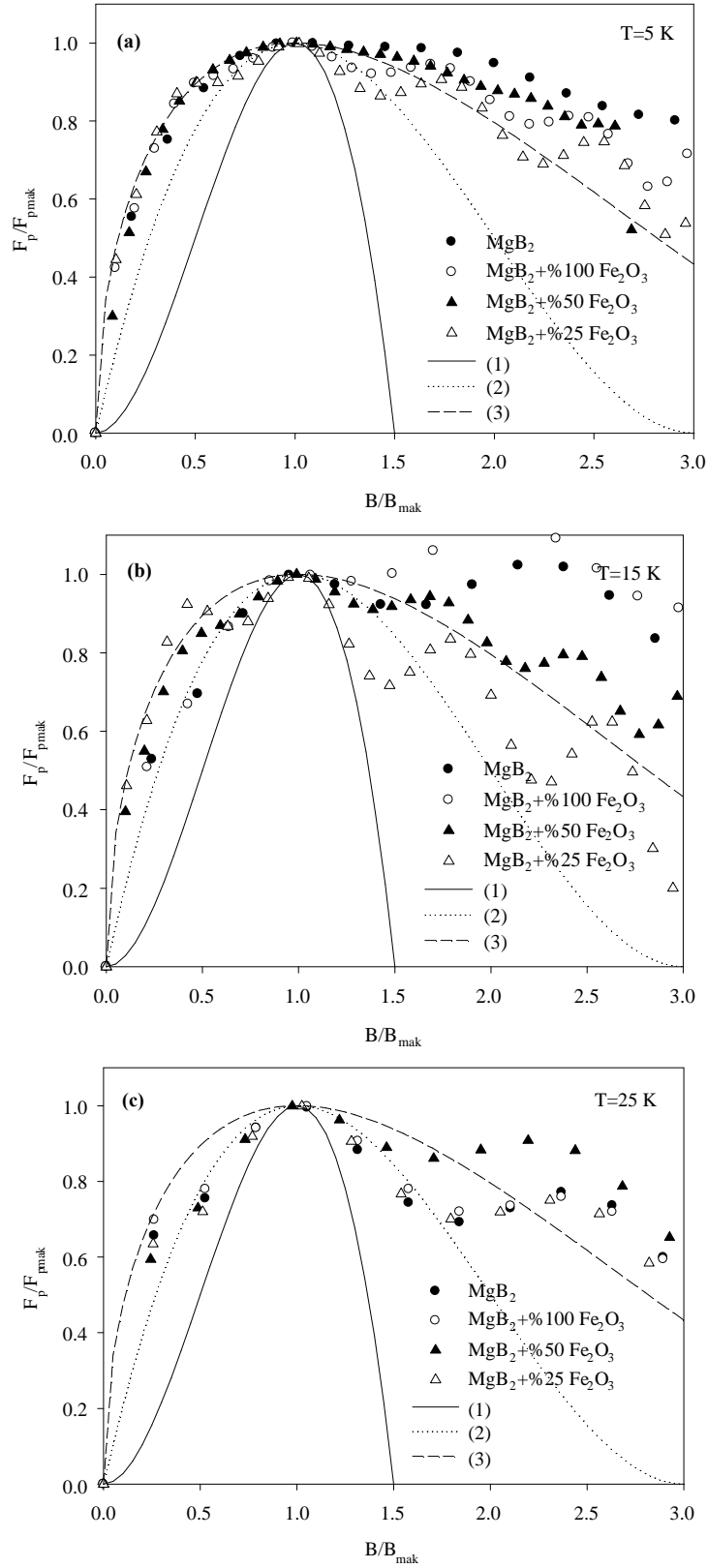
baskınken, daha yüksek alanlarda 25 K sıcaklıkta, % 100 ve %33 konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerinde akı çivileme mekanizmasının normal nokta çivilemesi ve yüzey çivilemesi arasında olduğu belirlendi. Bu nedenle, ana eğriler üzerinde filmlerin çivileme mekanizmasının belirlenmesinin zor olduğu görüldü. Böylece B_{mak} 'ın yukarısındaki manyetik alan bölgesinde, çivileme mekanizmasını belirlemeyi tartışma dışı tutmak gerekir (Shigeta vd., 2003).

Şekil 3.31 (a)'da, B_{mak} 'ın altında ve yukarısında 5 K sıcaklıkta, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin ve farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin bütün sonuçlarının denklem (3.8) ile uyumlu olduğu görüldü. Yani B_{mak} 'ın altındaki ve üstündeki manyetik alanlarda, filmlerde, yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü. Şekil 3.31 (a) ve (b)'de, B_{mak} 'ın altında ve yukarısında 15 K ve 25 K sıcaklıklarda r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin ve farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerin bütün sonuçlarının tek bir ana eğriye uymadığı görüldü. Bu manyetik alan bölgesinde, grafiklerin denklem (3.7) ve (3.8) arasına yerleştiği görüldü. B_{mak} 'ın altındaki ve üstündeki manyetik alanlarda, 15 K ve 25 K sıcaklıklarda, saf MgB_2 ve Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filmlerde, hem normal nokta çivilemesinin hem de yüzey çivilemesinin etkili olduğu düşünülebilir. Sonuç olarak, düşük ve yüksek alanlarda, 5 K sıcaklıkta, filmlerin hepsi için akı çivileme mekanizmasında yüzey çivilemesi baskınken, daha düşük ve daha yüksek alanlarda, 15 K ve 25 K sıcaklıklarda, filmlerin hepsi için, akı çivileme mekanizmalarının hem normal nokta çivilemesinin hem de yüzey çivilemesinin etkili olduğu belirlendi. Bu nedenle, ana eğriler üzerinde filmlerin çivileme mekanizmasının belirlenmesinin zor olduğu burada da görülmüş oldu. Bütün bunlar, filmlerin hepsinin farklı sıcaklıklarda farklı çivileme özelliklerine sahip olduğunun bir göstergesidir (Shigeta vd., 2003).

Elde ettiğimiz bütün bu sonuçlardan, akı çivileme mekanizmasında, düşük manyetik alanlarda yüzey çivilemesinin baskın olduğu ve yüksek manyetik alanlarda normal nokta çivilemesinin ve yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü (Shi vd., 2007). Bu nedenle çivileme enerjisi yüksek alanlarda hızlı bir şekilde azalır. Buna bağlı olarak, yüksek alanlarda, akı sürüklenmesi hızlanır ve kritik akım yoğunluğu hızlı bir şekilde azalır (Shi vd., 2007). Akı sürüklenmesi düşük alanlarda ve sıcaklıklarda daha azdır ve kritik sıcaklık ve H_{c2} yakınlığında hızlı bir şekilde artar (Ding vd., 2010). Elde edilen sonuçların, literatürde olan düşünceleri desteklediği görüldü.



Şekil 3.30. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5\text{ K}$, (b) 15 K ve (c) 25 K 'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağlılığı



Şekil 3.31. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin (a) $T=5$ K, (b) 15 K ve (c) 25K'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağlılığı

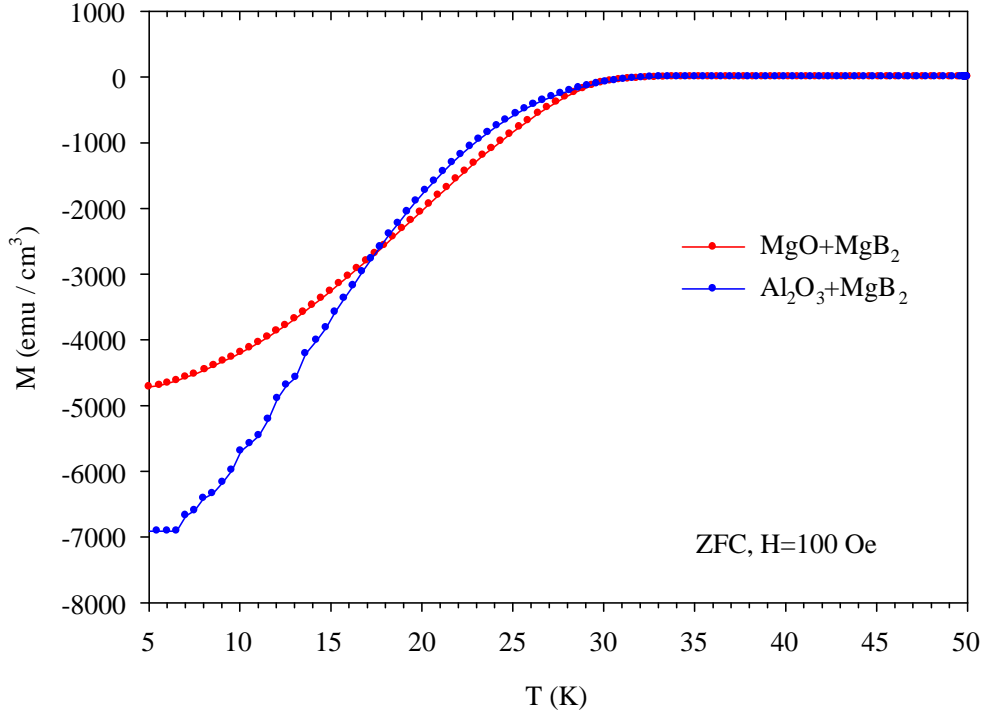
3.3.5. Sıcaklığın Fonksiyonu Olarak Manyetizasyon Ölçümleri

MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri Şekil 3.32'de verildi. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmler arasındaki (örneğin $T=5$ K için), en büyük manyetizasyon değeri (dolayısıyla çivileme kuvveti ve kritik akım yoğunluğu) r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filme aittir ve bu durum önceki sonucumuzu desteklemektedir (0 T'daki en büyük kritik akım yoğunluğu değerine r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 film sahiptir).

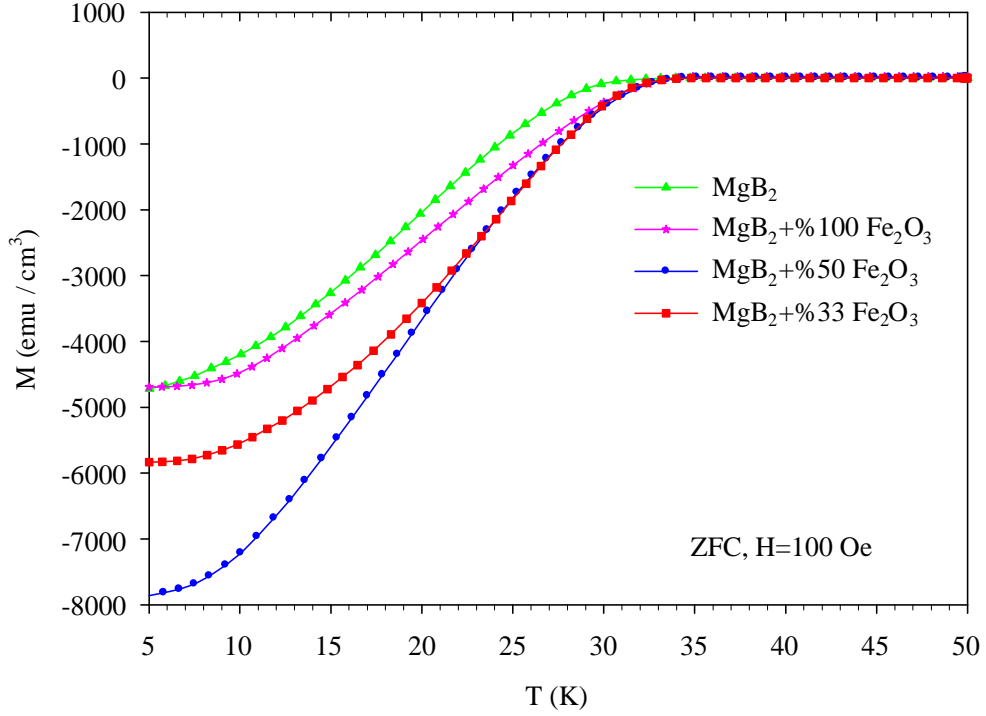
Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri Şekil 3.33'te verildi. Bu dört farklı film içerisinde (örneğin $T=5$ K için), en büyük manyetizasyon değerinin %50 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filme ait olduğu görüldü ve bu durum önceki sonucumuzu desteklemektedir (0 T'daki en büyük kritik akım yoğunluğu değerine %50 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 film sahiptir). Daha sonraki en büyük manyetizasyon değerinin %33 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filme ait olduğu görüldü ve bu durum da önceki sonucumuzu desteklemektedir. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin, bu grafikler yardımıyla elde edilen süperiletken geçiş sıcaklıkları (T_c) Tablo 3.4'te verildi. Tablo 3.4'e bakıldığında Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin kritik sıcaklıklarının yaklaşık aynı olduğu görüldü ve bu durum da %33, %50 ve %100 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin külçe özelliklerinin hemen hemen aynı olduğunu bize göstermektedir. Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin kritik sıcaklıklarının saf MgB_2 filme göre yaklaşık 3 K fazla olduğu Tablo 3.4'ten ayrıca görüldü. MgB_2 örneklerle safsızlık fazı eklendikçe, MgB_2 'nin kritik sıcaklığı (T_c) genellikle düşer. Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerde tam tersi olduğu görüldü. MgB_2 filmler nanopartiküllerle kapladıktan sonra, bu filmlere 80 °C'de 15 dakika ısı işlem uygulandı. Ferromanyetik nanoparçacıkların, MgB_2 filmin kritik sıcaklığını güçlü bir şekilde bastırmasını önlemek için, bu parçacıklar filmlerin hacmi yerine yüzeyi üzerine yerleştirildi ve bu yüzden düşük difüzyon sıcaklığı ve kısa işlem süresi seçildi. Düşük difüzyon sıcaklığında, filmlerin yüzeyi üzerindeki süperiletken taneler arası iletkenlik

geliştirildi. Isıl işlem sıcaklığımızı arttırdığımızda, MgB_2 filmin süperiletken özelliğinin ortadan kalktığı görüldü.

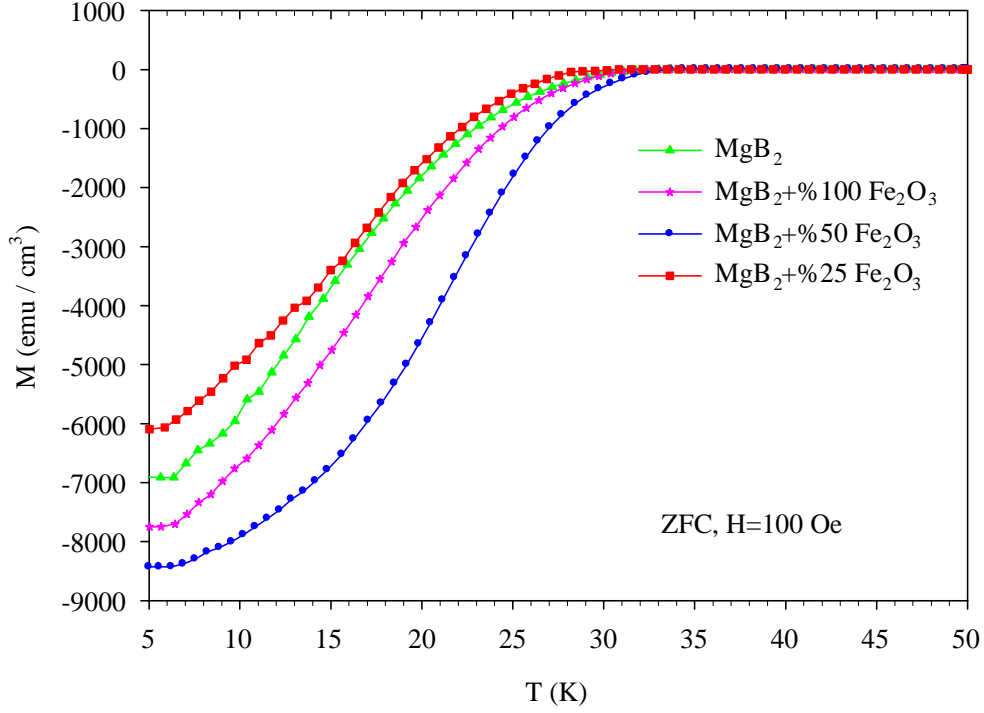
Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri Şekil 3.34'te verildi. Bu dört farklı film içerisinde (örneğin $T=5$ K için), en büyük manyetizasyon değerinin %50 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filme ait olduğu görüldü ve bu durum önceki sonucumuzu desteklemektedir. Daha sonraki en büyük manyetizasyon değerinin %100 Fe_2O_3 nanopartikülleri ile kaplanmış MgB_2 filme ait olduğu görüldü ve bu durum da önceki sonucumuzu desteklemektedir. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin, bu grafikler yardımıyla elde edilen süperiletken geçiş sıcaklıkları (T_c) Tablo 3.5'te verildi. Tablo 3.5'e bakıldığında Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin ve saf MgB_2 filmin kritik sıcaklıklarının yaklaşık 30 K olduğu görüldü. Literatürde manyetron püskürtme (magnetron sputtering) sistemi kullanılarak hazırlanmış MgB_2 filmlerin kritik sıcaklıkları (T_c) genellikle yaklaşık 30 K civarında olduğu verilmiştir (Mancini vd., 2003; Ermolov vd., 2001; Mori vd., 2004; Ohkubo ve Akinaga, 2004; Akinaga, 2003; Vaglio vd., 2002; Ilonca vd., 2007). Yaklaşık 30 K civarında düşük geçiş sıcaklığı, gerçekte 39 K'de geçiş sıcaklığına sahip olan MgB_2 filmin, manyetron püskürtme sistemi kullanılarak hazırlanmasının zor olduğunu gösterir. Çok iyi bilinir ki, bir örneğin manyetik kritik sıcaklığı, transport T_c 'den daha düşüktür. Direnç ölçümlerindeki T_c , yüzey etkilerinden dolayı manyetizasyondaki T_c 'den daha fazla etkilenebileceği için bu fark oluşmuştur (Zhao vd., 2004). Elde ettiğimiz bu kritik sıcaklıkların, sıcaklığın fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümlerinin bir sonucu olduğu unutulmamalıdır. Direnç ölçümlerindeki T_c değerlerinin saf MgB_2 filmler için daha yüksek çıktığı önceki bölümlerde gösterildi.



Şekil 3.32. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri



Şekil 3.33. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine çöktürülmüş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri



Şekil 3.34. Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $T=5-50$ K aralığı ve $H=100$ Oe'lik alan şiddeti için manyetizasyon-sıcaklık eğrileri

3.3.6. AC Manyetik Alınganlık Ölçümleri

Bir numunenin üzerine H manyetik alanı uygulandığı zaman, bu numunenin manyetizasyonu M ise, bu durumda manyetik alınganlık, manyetizasyonun (M) manyetik alan şiddetine (H) oranı olarak (3.9) denklemi ile tanımlanır:

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (3.9)$$

Manyetik alınganlık (χ), malzemenin uygulanan alana tepkisinin ne olduğunu ve dolayısıyla nasıl bir manyetik malzeme olduğunu anlamamızı sağlar. AC ölçümlerde alınganlık (χ), malzemede oluşan manyetizasyonun (M) dışarıdan uygulanan manyetik alana göre değişimidir ve (3.10) denklemiyle verilir.

$$\chi_{AC} = \frac{dM}{dH_{AC}} \quad (3.10)$$

AC alınganlığı, örneğin içerisine manyetik akımın girmesiyle oluşan manyetizasyonun, uygulanan alanın en yüksek ve sıfır noktasındaki değerleri ile ilişkilidir. Manyetik alınganlık $\chi = \chi' + i\chi''$ ile ifade edilir. Burada gerçel (reel) χ' bileşeni, alınganlığın faz içi bileşenini, uygulanan alanla aynı fazda olan alınganlık bileşenini temsil etmektedir ve taneler içi ve taneler arası etkileşmelerle ilgilidir. Sanal (imajiner) χ'' bileşeni de, faz dışı bileşenini temsil etmektedir ve (örnek tarafından, uygulanan manyetik alandan soğulan enerji gibi) enerji kayıpları ile ilgilidir (Youssif vd., 2000).

Özdirenç ölçümlerindeki T_c , numunenin normal durumdan süperiletken duruma geçiş sıcaklığıdır. Manyetik alınganlık ölçümlerinde ise perdeleme akımlarının oluştuğu sıcaklıktır. AC alınganlığın sıcaklığa ve alan şiddetine kuvvetli bağlı olmasına rağmen frekansa bağımlılığı zayıftır.

Bean modeline göre, kritik akım yoğunluğu J_c , hem AC hem de DC manyetizasyon ölçümlerinden elde edilebilir. DC manyetizasyon ölçümlerinde, J_c histerisiz ilmeğinin genişliği ΔM ile orantılıdır. AC manyetizasyon ölçümlerinde, sanal temel alınganlık bileşeni χ'' ($\chi = \chi' + i\chi''$) histeritik kayıplar ile orantılıdır ($\chi'' \propto W \propto \int H dM$), yani χ'' analizinden J_c hesaplanabilir (Öztürk, 2005).

Şekil 3.35'te, MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin $H_{ac} = 3$ Oe (rms)'te ve $f=1$ kHz'de $T=20-45$ K sıcaklık aralığındaki AC alınganlığının gerçel (reel) ve sanal (imajiner) kısımlarının sıcaklıkla değişim eğrileri verildi. Taneli süperiletkenler soğutulduklarında, ilk önce bireysel taneler süperiletken hale geçer ve uygulanan alanı perdelerler. Bu AC alınganlığın gerçel bileşeninde negatif bir χ' olarak kendini gösterir. Yeterince düşük sıcaklıklarda χ' 'nin tanelerarası bileşeni ortaya çıkar. Oldukça düşük sıcaklıklarda, etrafında dolanan süperakım sayesinde tüm numune tarafından perdeleme gerçekleşmesi beklenir ve bu yüzden χ' -T eğrisi doyuma ulaşır (Çelebi vd., 1998). Düşük alanlarda ve yeterince düşük sıcaklıklarda demanyetizasyon düzeltmesi $\chi' = -1$ vermesi gerektiğinden, deneysel AC alınganlık verilerini ($\chi''(T)$ ve $\chi'(T)$) en düşük alan genliğindeki (3 Oe) ve en düşük sıcaklıktaki ($T=20$ K'deki) $|\chi'|$ değeri ile normalize edildi. Her iki film için diyamanyetik geçiş sıcaklıkları 37.8 K olduğu bulundu. Elde edilen bu geçiş sıcaklıkları, transport ölçümlerden elde edilen geçiş sıcaklıkları ile yaklaşık olarak aynı olduğu görüldü. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş

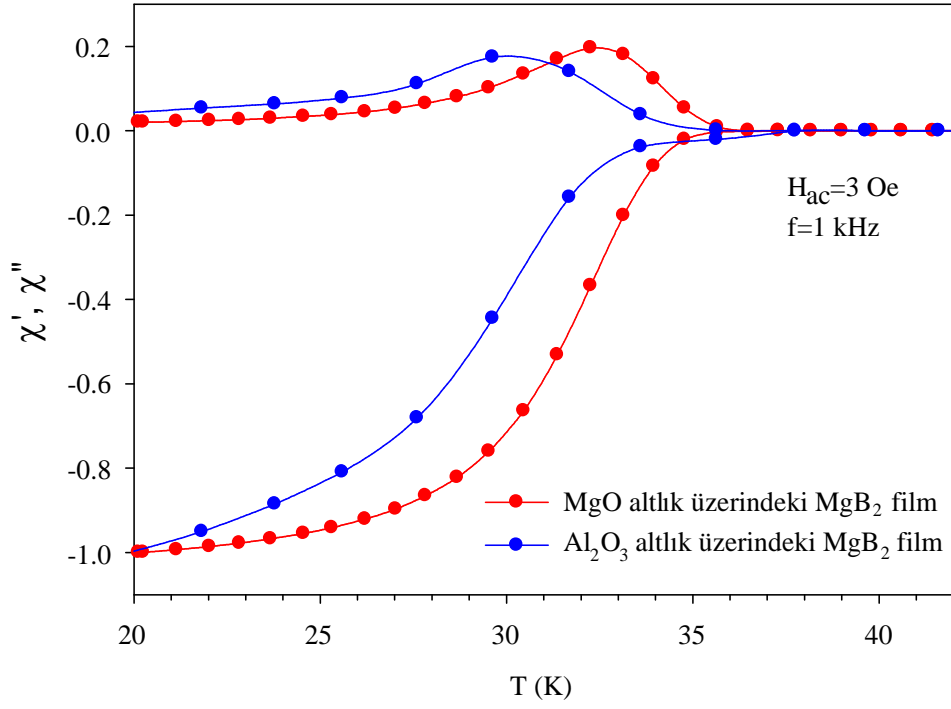
MgB₂ filmlerin geçiş sıcaklıklarının, diğer araştırmacılar tarafından rapor edilmiş değerlere benzediği görüldü (Moon vd., 2001; Kang vd., 2003; Park vd., 2008)

Histeritik II. tip süperiletkenlerde, akı çizgileri malzemeye tamamen nüfuz ettiğinde, yani H_a (H_a=√2 H_{ac} (rms)), ilk tam nüfuz alanı H*’a eşit olduğunda, AC kayıpları (imajiner kısım) maksimuma ulaşır (Clem, 1988). Dik alanda, pik sıcaklığındaki (T_p) kritik akım yoğunluğu J_c(T_p)≈H*/d şeklinde yazılabilir. Burada d, ince diskin kalınlığıdır (Jönsson vd., 1998). Bu ilişki, bazı araştırmacılar tarafından Y-Ba-Cu-O ince filmlerde kritik akım yoğunluğunun sıcaklık bağıllığını çıkartmak için kullanıldı (Wurlitzer vd., 1997). Bu yaklaşımlar altında ve Clem’in aşağıda verilen (3.11) ve (3.12) denklemleri kullanılarak (Clem, 1988; Ravi ve Seshu Bai, 1994), filmlerin tanelerarası kritik akım yoğunluğunun (J_{c, inter}) sıcaklık bağıllığı tahmin edildi ve Şekil 3.36’da gösterildi:

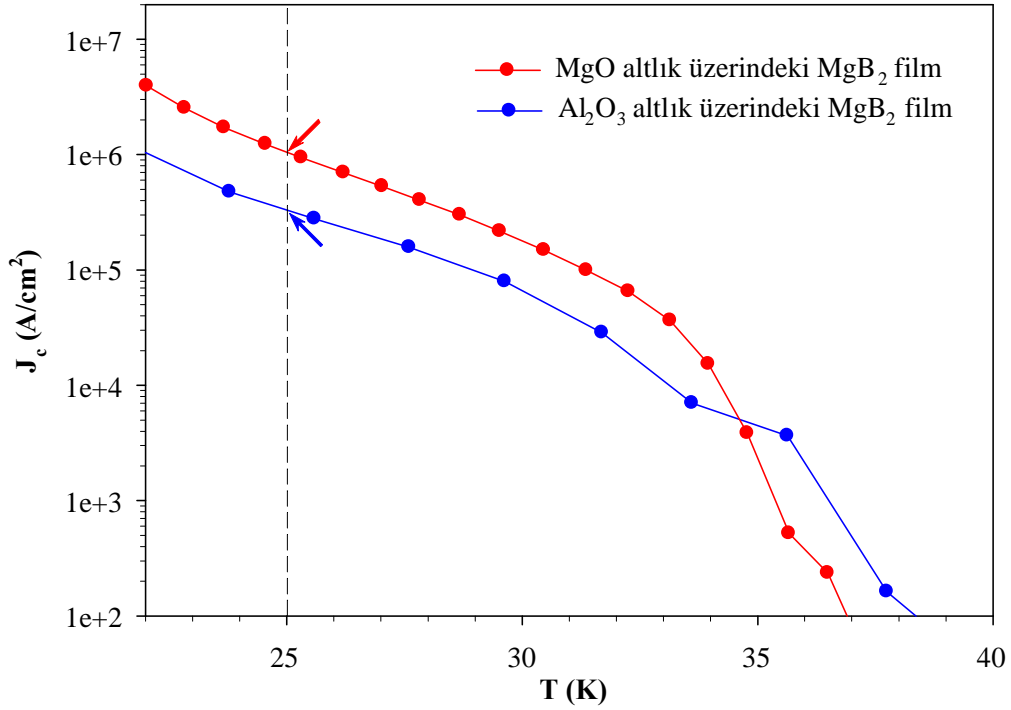
$$\chi'(T) = -1 + \frac{J_c(T_p)}{J_c(T)} \left(1 - \frac{5}{16} \frac{J_c(T_p)}{J_c(T)} \right) \quad T < T_p \text{ için} \quad (3.11)$$

$$\chi'(T) = \frac{-5}{16} \frac{J_c(T)}{J_c(T_p)} \quad T > T_p \text{ için} \quad (3.12)$$

Burada T_p, AC alınganlığın sanal kısmının maksimumuna karşılık gelen sıcaklığı ve J_c(T_p) ise J_c(T_p)≈H*/d denklemi ile verilen bu sıcaklıktaki kritik akım yoğunluğunu göstermektedir. Çalışılan düşük alanda (H_{ac}= 3 Oe (rms)) filmlerin AC alınganlığının χ'' imajiner kısmında yalnızca tek pik gözlemlendiğinden, bu pikin tanelerarası bileşenden kaynaklandığı düşünüldü (Varilci vd., 2009). Bu nedenle yukarıdaki (3.11) ve (3.12) eşitlikleri tanelerarası bileşenler için kullanıldı. MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çökeltmiş MgB₂ filmler için denklem (3.11) ve (3.12) kullanılarak elde edilen tanelerarası kritik akım yoğunluğunun (J_{c, inter}), sıcaklıkla değişimi Şekil 3.36’da verildi. T=25 K sıcaklığında ve H_{ac}=3 Oe alan için AC alınganlık değerlerinden elde edilen filmlerin kritik akım yoğunluklarının, T=25 K’de ve hemen hemen sıfır alanda M-H eğrilerinden elde edilen kritik akım yoğunluklarıyla (Şekil 3.23) uyum içerisinde olduğu Şekil 3.36’dan görüldü. Böylece, kritik akım yoğunluğundaki yüksekliğe bakarak, ex-situ tavlanmış MgB₂ filmleri çökeltmek için MgO altlık kullanımının Al₂O₃ altlık kullanımına göre faydalı olduğu bir kez daha görülmüş oldu.



Şekil 3.35. MgO ve Al₂O₃ altlıklara üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin H_{ac} = 3 Oe (rms)'te ve f=1 kHz'de T=20-45 K sıcaklık aralığındaki AC alınganlık ölçümleri



Şekil 3.36. H_{ac} = 3 Oe (rms)'te ve f=1 kHz'de sıcaklığın fonksiyonu olarak MgO ve Al₂O₃ altlıklara üzerine çökeltilmiş MgB₂ filmlerin tanelerarası kritik akım yoğunluğu (J_{c,inter})

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, ex-situ işlemi olarak adlandırılan iki adım sentezleme metodu kullanılarak MgO ve r-düzlem Al₂O₃ altlıklar üzerine çöktürülmüş MgB₂ süperiletken ince filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe₂O₃ nanopartikülleri içeren filmlerin yapısal, elektriksel ve manyetik özellikleri incelendi. Filmlerin yapısal özellikleri x-ışını kırınım analizi, taramalı elektron mikroskobu ve atomik kuvvet mikroskobu ölçümleriyle; elektriksel özellikleri kapalı döngü ⁴He soğutucusu kullanılarak R-T ölçümleriyle ve manyetik özellikleri de, PPMS sistemi kullanılarak manyetizasyon ve manyetik alınganlık ölçümleriyle incelendi. Saf MgB₂ filmlerin düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden, filmlerin geçiş sıcaklıkları, OK'deki ab-düzlemine paralel ve dik olan üst kritik manyetik alan ($H_{c2//ab}(0)$ ve $H_{c2//c}(0)$) değerleri ve farklı alanlardaki aktivasyon enerjileri hesaplandı. Hesaplanan üst kritik manyetik alan değerlerinden süperiletken durumdaki anizotropiler ve süperiletken koherens uzunlukları ($\xi_{ab}(0)$ ve $\xi_c(0)$) gibi mikroskobik parametreler bulundu. Farklı sıcaklıklardaki manyetizasyon ölçümlerinden farklı sıcaklıklardaki kritik akım yoğunluğunun (J_c) alan bağıllığı değerleri belirlendi. Kritik akım yoğunluğu hesabından da yararlanılarak filmlerin çivileme kuvveti hesabı yapıldı ve çivileme mekanizması belirlendi. M-T ölçümlerinden filmlerin geçiş sıcaklıkları belirlendi. Manyetik alınganlık ölçümlerinden de sıcaklığın fonksiyonu olarak tanelerarası kritik akım yoğunlukları tahmin edildi.

Elde edilen ölçümler ve incelemeler sonucunda aşağıdaki sonuçlar bulundu:

1. Filmlerin XRD desenleri incelendiğinde,

a) Tek kristal MgO altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseninden birbirine çok yakın olan (200) MgO tek kristal altlık piki ile (101) MgB₂ pikinin üst üste (overlapping) geldiği görüldü. Bu yüzden MgB₂ piki, direk olarak kırınım deseninden gözlenemedi.

b) r-düzlem Al₂O₃ altlık üzerine çöktürülmüş MgB₂ filmin x-ışını kırınım deseninden (012) Al₂O₃ altlık piki ile (001) MgB₂ pikinin, (024) Al₂O₃ altlık piki ile (002) MgB₂ pikinin üst üste geldiği görüldü. Bu yüzden MgB₂ pikleri, kırınım deseninden burada da direk olarak gözlenemedi.

c) Literatür yorumlarına bağlı kalarak, üretilen MgB₂ filmlerin tane büyüklüğü nm mertebesinde olduğu ve MgB₂ ana fazın oluştuğu sonucuna varıldı.

2. Filmlerin SEM görünleri incelendiğinde,

a) MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş olan saf MgB_2 filmlerin tanecikli bir yapıya sahip olduğu, yüzey morfolojilerinin benzediği ve tane büyüklüklerinin birbirine yakın olduğu görüldü. Altlık yüzeyleri üzerinde tanecikli yapının homojen bir şekilde dağıldığı görüldü. Böylelikle MgB_2 filmin altlık üzerinde sadece bir bölgede oluşmadığını, altlık üzerinde homojen bir şekilde dağılarak oluştuğu anlaşılmış oldu.

b) MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 ve %33 ve %50 konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerine sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmlerin SEM görüntüleri farklı yüzey morfolojilerini gösterdi. %33 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllerine sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüsünden kristal yüzeyindeki parlaklıktan dolayı tanelerin iletkenliğinin saf filmde daha iyi olduğu sonucuna varıldı.

c) r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş sırasıyla saf MgB_2 ve %50 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllerine sahip çözelti ile kaplanmış MgB_2 filmin SEM görüntüleri de farklı yüzey morfolojilerini gösterdi. %50 Fe_2O_3 nanopartikülleriyle kaplanmış MgB_2 filmin de kristal yüzeylerinin parlaklığından dolayı tanelerin iletkenliğinin saf filmde daha iyi olduğu sonucuna varıldı.

3. Filmlerin atomik kuvvet mikroskobu (AFM) analizlerinden,

a) MgO altlık üzerine çökeltilmiş saf MgB_2 filmin, RMS pürüzlülüğünün 11,43 nm olduğu bulundu.

b) r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş, sırasıyla saf MgB_2 filmin, %25, %50, %100 konsantrasyonda Fe_2O_3 nanopartiküllere sahip çözeltiler ile kaplanmış MgB_2 filmlerin, RMS pürüzlülüklerinin sırasıyla, 11,94 nm, 6,27 nm, 2,41 nm and 1,69 nm oldukları bulundu. Kaplama çözeltisi olan Fe_2O_3 nanopartiküllerinin konsantrasyonunun artmasıyla MgB_2 filmin yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu görüldü.

c) Yüzey pürüzlülüğü sonuçlarına bakarak üretilmiş olan MgB_2 filmin, in-situ şartlarda üretilmiş kadar düşük bir yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu belirlendi.

4. Filmlerin düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden,

a) MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanmış farklı manyetik alanlarda ($H=0-70$ kOe) direncin sıcaklığa göre değişimlerinden; manyetik alanın artmasıyla birlikte hem $T_{c, başlangıç}$ hem de $T_{c, sıfır}$ değerlerinin düştüğü gözlemlendi ve yine artan manyetik alanla, filmin normal halden süperiletkenliğe geçişteki ΔT_c ($\Delta T_c = T_{c, başlangıç} - T_{c, sıfır}$) sıcaklık aralığının genişlediği görüldü.

b) r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeyine paralel ve dik uygulanmış farklı manyetik alanlarda ($H=0-7$ kOe) direncin sıcaklığa göre değişimlerinden; MgB_2 filmin manyetik alan yokken ve filmin yüzeyine paralel uygulanan 1 kOe manyetik alan varken ki R-T eğrilerinde ikinci bir fazın olduğu açıkça görüldü. Bununla r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerindeki filmin yapısındaki kusur ve safsızlıklardan kaynaklanabileceği düşünüldü.

c) Uygulanan manyetik alanın c-eksenine paralel olduğu durumlarda T_c , ab-düzlemine paralel olduğu durumlardakinden daha hızlı azaldığı görüldü. Uygulanan alanın ab-düzlemine paralel olduğu durumda geçiş aralık değerinin ayrıca daha dar olduğu bulundu.

d) MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film ile r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmi karşılaştıracak olursak, MgO altlıklı filmin daha keskin bir geçiş sıcaklık aralığına sahip olduğu görüldü. Manyetik alan altında yapılan düşük sıcaklık direnç ölçümlerinden en iyi sonuç, MgO altlık üzerine çökeltilmiş filmde elde edildi.

5. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film ile r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin yüzeylerine dik ve paralel uygulanan manyetik alanlar için sıcaklığın fonksiyonu olarak üst kritik manyetik alanlarının (H_{c2}) değişiminden,

a) MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için $H_{c2} // ab$ (0) ve $H_{c2} // c$ (0) değerlerinin sırasıyla, 215 kOe ve 181 kOe olduğu bulundu.

b) r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için ise $H_{c2} // ab$ (0) ve $H_{c2} // c$ (0) değerlerinin sırasıyla, 113 kOe ve 90 kOe olduğu bulundu.

c) Manyetik alanın filmin yüzeyine paralel olmasıyla elde edilen mutlak sıfır sıcaklığındaki üst kritik manyetik alan değerinin daha yüksek olduğu görüldü.

6. Süperiletken anizotropi oranı MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için $\gamma = H_{c2}^{//ab} / H_{c2}^{//c}$ 1,2 olarak ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için ise $\gamma = H_{c2}^{//ab} / H_{c2}^{//c} = 1,26$ olarak bulundu.

7. MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için koherens uzunlukları H//ab-düzlemi için $\xi_{ab}(0) = 4,2$ nm ve H//c-ekseni için $\xi_c(0) = 3,6$ nm olarak, r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 film için ise, H//ab-düzlemi için $\xi_{ab}(0) = 6,1$ nm ve H//c-ekseni için $\xi_c(0) = 4,7$ nm olarak bulundu.

8. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin yüzeyine dik ve paralel olarak farklı dış manyetik alanlar altında ölçülen direnç değerlerinden hesaplanan farklı alanlardaki aktivasyon enerjilerinden,

a) Yüzeye dik ve paralel uygulanan manyetik alanların artmasıyla MgO altlık ve üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin aktivasyon enerjisindeki azalmanın 10 kOe'e kadar hızlı olduğunu, daha büyük manyetik alanlarda ise azalmada yavaşlamanın olduğu görüldü.

b) r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin aktivasyon enerjisinde 7 kOe manyetik alana kadar, küçük bir miktar azalmanın olduğu görüldü.

c) Manyetik alanın yüzeye dik olarak uygulandığı durumdaki aktivasyon enerjisinin, paralel uygulandığı duruma göre daha çabuk düştüğü görüldü.

9. Filmlerin uygulanan alanın fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümlerinden,

a) Süperiletken malzemelerin sahip olduğu diyamanyetik davranışı gösteren histerisiz eğrileri elde edildi. Elde edilen histerisiz eğrilerine bakıldığında bu eğrilerin, tersinmez II. tip süperiletkenlerdeki manyetizasyonun dış manyetik alana karşı değişimlerini gösteren M-H eğrileri ile aynı davranışı sergilediği görüldü.

b) Filmlerin ölçüm sıcaklığı arttıkça manyetizasyon eğrilerinin alanının azaldığı görüldü.

c) MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin ΔM değerlerinin r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filminkinden daha yüksek olduğu görüldü.

d) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin, T=5, 15 ve 25 K'de ölçülen M-H eğrilerinin hepsinde en geniş ΔM değerine %33 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin sahip olduğu görüldü. T=5 K için %50 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin 0T'da en geniş ΔM değerine sahipken, artan manyetik alan ile birlikte en geniş ΔM değerine %33 Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmin sahip olduğu görüldü.

e) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin 5, 15 ve 25 K'de ölçülen M-H eğrilerinden; T=5 K için 0 T'da kaplanmamış filmin ve kaplanmış filmlerin yaklaşık olarak aynı ΔM değerine sahip olduğu görüldü. Artan manyetik alan ile birlikte Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış filmlerin, kaplanmamış filme göre daha yüksek ΔM değerine ve özellikle %50 kaplı filmin en yüksek ΔM değerine sahip olduğu görüldü.

f) Ferromanyetik çivileme merkezleri olarak görev yapan bu Fe_2O_3 nanopartikülleri, MgO altlık için %33 konsantrasyonda olduğunda; r-düzlem Al_2O_3 altlık da ise, konsantrasyonların hepsinde ΔM de bir artış gözlemlendi.

10. Filmlerin kritik akım yoğunluğu hesaplarından,

a) 0T'da r-düzlem Al_2O_3 altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğu, MgO altlık üzerine çökeltilmiş filminkinden daha yüksek olduğu ve alanın artmasıyla birlikte MgO altlık üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğu, dış alana karşı daha dayanıklı olduğu görüldü.

b) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgO altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin sırasıyla 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alana göre değişimlerinden; %33 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filmin kritik akım yoğunluğunun alana bağlılığının daha zayıf olduğu ve yüksek alanlarda daha yüksek olduğu görüldü. Fe_2O_3 nanopartikülleri tarafından yaratılmış yapay çivileme merkezlerinin etkisinin bir sonucu olarak dış manyetik alanda %33 kaplı filmin kritik akım yoğunluğunun hafifçe azaldığı görüldü.

c) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine MgB_2 filmlerin sırasıyla 5, 15 ve 25 K sıcaklıklarda hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alana göre değişimlerinden, %50 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filmin manyetik alan altında en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu görüldü. Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filmlerin hepsinin kaplanmamış filme göre daha yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu bulundu. 25 K ve 1,5 T'daki kritik akım yoğunlukları kaplı olmayan filmin $7,2 \times 10^2 \text{ A/cm}^2$ iken, %50 Fe_2O_3 kaplı MgB_2 filminki ise $6,8 \times 10^3 \text{ A/cm}^2$ olduğu görüldü. Fe_2O_3 nanopartikülleri tarafından yaratılmış yapay çivileme merkezlerinin etkisinin bir sonucu olarak dış manyetik alanda kaplanmış filmlerin hepsinin kritik akım yoğunluklarının küçük bir miktar azaldığı görüldü.

11. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 süperiletken filmlerin ve bu filmler üzerine kaplanmış farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartikülleri içeren filmlerin $T=5 \text{ K}$, 15 K ve 25 K 'deki çivileme kuvveti yoğunluğunun ($f_p(b)$) manyetik alana bağlılığından, akı çivileme mekanizmasında, düşük manyetik alanlarda yüzey çivilemesinin baskın olduğu ve yüksek manyetik alanlarda normal nokta çivilemesinin ve yüzey çivilemesinin baskın olduğu görüldü.

12. Filmlerin sıcaklığın fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümlerinden,

a) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve MgO altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin kritik sıcaklıklarının, saf MgB_2 filme göre yaklaşık 3 K fazla olduğu görüldü. Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış MgB_2 filmlerin kritik sıcaklıklarının yaklaşık aynı olduğu görüldü.

b) Farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 nanopartiküllerle kaplanmış ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin ve saf MgB_2 filmin kritik sıcaklıklarının yaklaşık 30 K olduğu görüldü.

c) Saf filmlerin manyetik yöntemle ölçülen kritik sıcaklığı, transport yöntemle ölçülen T_c 'den daha düşük çıktığı görüldü.

13. MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar üzerine çökeltilmiş MgB_2 filmlerin AC alınganlığının gerçel (reel) ve sanal (imajiner) kısımlarının sıcaklıkla değişim eğrilerinden,

a) Bu filmlerin diyamanyetik geçiş sıcaklıklarının 37.8 K olduğu bulundu. Elde edilen bu geçiş sıcaklıkları, transport ölçümlerden elde edilen geçiş sıcaklıkları ile yaklaşık olarak aynı olduğu görüldü.

b) Bu filmlerin $T=25$ K sıcaklığında ve $H_{ac}=3$ Oe alan için AC alınganlık değerlerinden elde edilen tanelerarası kritik akım yoğunluğunun ($J_{c, inter}$), $T=25$ K'de ve hemen hemen sıfır alanda M-H eğrilerinden elde edilen kritik akım yoğunluklarıyla uyum içerisinde olduğu görüldü.

c) Kritik akım yoğunluğundaki yüksekliğe bakarak, ex-situ tavllanmış MgB_2 filmleri çökeltmek için MgO altlık kullanımının Al_2O_3 altlık kullanımına göre faydalı olduğu bir kez daha görüldü.

Elde edilen sonuçlardan, MgB_2 ince filmlerin koherens uzunluğu ile karşılaştırılabilir bir büyüklüğe sahip 10 nm çapındaki Fe_2O_3 nanopartikülleriyle kaplanmasının akı çivilemesini iyileştirerek kritik akım yoğunluğunu hafifçe arttırdığı gözlemlendi. Özellikle Fe_2O_3 kaplanmış filmlerin dış manyetik alana karşı daha dayanıklı olduğu görüldü. Bunların bir sonucu olarak, Fe_2O_3 nanopartiküllerinin yapay çivileme merkezleri olarak görev yaptığı belirlendi.

5. ÖNERİLER

İki bandlı MgB_2 süperiletkeninde üst kritik manyetik alan (H_{c2}) gibi kritik parametrelerin daha fazla araştırılmaya ihtiyacı vardır. Bu nedenle, en iyi özellikleri gösteren, MgO altlık için olan %33 Fe_2O_3 kaplamış MgB_2 filmin ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar için olan farklı konsantrasyonlarda Fe_2O_3 kaplı bütün MgB_2 filmlerin manyetik alana bağlı düşük sıcaklık direnç ölçümleri yapılarak üst kritik alanlarının (H_{c2}) ve aktivasyon enerjilerinin hesaplanması, ayrı bir çalışma olarak incelenebilir.

Bu çalışmada, rf manyetron püskürtme sistemi kullanıldı. Daha sonra yapılacak olan çalışmalarda, MgB_2 ince filmleri çökeltme teknikleri içinde en etkilisi olan hibrid fiziksel-kimyasal buhar çökeltme (HPCVD) yöntemi kullanılabilir.

Yapılan çalışmada, ex-situ işlemi olarak adlandırılan iki adım sentezleme metodu kullanıldı. Bundan sonra yapılacak olan çalışmalarda, MgB_2 film sentezleme yöntemlerinden ek işlemsiz (as-grown) film büyütme ve in-situ yöntemi kullanılabilir.

Bu çalışmada, 600 nm kalınlığında filmler kullanıldı. Sonraki çalışmalarda, daha yüksek kritik akım yoğunluğuna (J_c) ve üst kritik alana (H_{c2}) ulaşmak için, bu filmlerin kalınlığı azaltılabilir (100 nm gibi).

Yapılan çalışmada, MgO ve r-düzlem Al_2O_3 altlıklar kullanıldı. Sonraki çalışmalarda, daha yüksek kritik akım yoğunluğuna (J_c) ve üst kritik alana (H_{c2}) ulaşmak için, özellikle SiC gibi farklı altlıklar denenebilir.

Bu çalışmada, Fe_2O_3 ferrromanyetik kaplama malzemesi kullanıldı. Sonraki çalışmalarda, daha yüksek kritik akım yoğunluğuna (J_c) ve üst kritik alana (H_{c2}) ulaşmak için, farklı ferrromanyetik kaplama malzemeleri denenebilir.

Yapılan çalışmada, yüzey pürüzlülüğü sonuçlarına bakarak üretilmiş olan MgB_2 filmlerin, in-situ şartlarda üretilmiş kadar düşük bir yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu belirlendi. Elde edilen filmlere desenleme (litografi) yapılarak süperiletken elektroniği (Josephson eklemeleri gibi) için, uygulamalar yapılabilir.

6. KAYNAKLAR

- Abrikosov, A., 1957. On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group, Soviet Physics JTEP, 5, 6, 1174-1182.
- Ansari, I.A., Shahabuddin, M., Alzayed, N.S., Vajpayee, A., Awana, V.P.S. ve Kishan, H., 2010. Enhancement of activation energy in nano diamond doped MgB₂ superconductor, Physica C, 470, 369-372.
- Akimitsu, J., 2001. Superconductivity of metallic boron in MgB₂, Symposium on Transition Metal Oxides, January, Sendai, Japan.
- Akinaga, M. 2003. Synthesis of as-grown superconducting MgB₂ thin films by sputtering method, Cryogenics, 43, 567-570.
- Balamurugan, S., Nakamura, T., Osamura, K., Muta, I. ve Hoshino, T., 2004. Structural and superconducting properties of PIT processed sintered MgB₂/Fe wires, Physica C, 412-414, 1184-1188.
- Bardeen, J., Cooper, L.N. ve Schrieffer, J.R., 1957. Theory of Superconductivity, Physical Review, 108, 5, 1175-1204.
- Bean, C. P., 1962. Magnetization of Hard Superconductors, Phys. Rev. Lett., 8, 6, 250-253.
- Bednorz, J.G. ve Müller, K.A., 1986. Possible High-T_c Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System, Z. Phys., 64, 189-193.
- Blank, D. H. A., Hilgenkamp, H., Brinkman, A., Mijatovic, D., Rijnders, G. ve Rogalla, H., 2001. Superconducting Mg-B films by pulsed-laser deposition in an insitu two-step process using multicomponent targets, Appl. Phys. Lett., 79, 394.
- Braccini, V., Gurevich, A., Giencke, J.E., Jewell, M.C., Eom, C.B., Larbalestier, D.C., Pogrebnikov, A., Cui, Y., Liu, B.T., Hu, Y.F., Redwing, J.M., Li, Q., Xi, X.X., Singh, R.K., Gandikota, R., Kim, J., Wilkens, B., Newman, N., Rowell, J., Moeckly, B., Ferrando, V., Tarantini, C., Marre, D., Putti, M., Ferdeghini, C., Vaglio, R. ve Haanappel, E., 2005. High-field superconductivity in alloyed MgB₂ thin films, Phys. Rev. B, 71, 012504.
- Brinkman A., Mijatovic D., Rijnders G., Leca V., Smilde H.J.H., Oomen I., Golubov A.A., Roesthuis F., Harkema S., Hilgenkamp H., Blank D.H.A. ve Rogalla H., 2001. Superconducting thin films of MgB₂ on Si by pulsed laser deposition, Physica C, 353, 1-2, 1-4.
- Brinkman A., Mijatovic D., Hilgenkamp H., Rijnders G., Oomen I., Veldhuis D., Roesthuis F., Rogalla H. ve Blank D.H.A., 2003. The road to magnesium diboride thin films, Josephson junctions and SQUIDS, Supercond. Sci. Technol., 16, 246.

- Bu, S. D., Kim, D. M., Choi, J. H., Giencke, J., Patnaik, S., Cooley, L., Hellstrom, E. E., Larbalestier, D. C., Eom, C. B., Lettieri, J., Schlom, D. G., Tian, W. ve Pan, X. Q., 2002. Synthesis and properties of c-axis oriented epitaxial MgB₂ thin films, Appl. Phys. Lett., 81, 1851-1853.
- Bud'ko, S.L., Lapertot, G., Petrovic, C., Cunningham, C.E., Anderson, N. ve Canfield, P.C., 2001. Boron isotope effect in superconducting MgB₂, Phys. Rev. Lett., 86, 1877-1880.
- Bugoslavsky, Y., Perkins, G.K., Qi, X., Cohen, L.F. ve Caplin, A.D., 2001. Vortex dynamics in superconducting MgB₂ and prospects for applications, Nature, 410, 563-565.
- Buzea, C. ve Yamashita, T., 2001. Review of the superconducting properties of MgB₂, Supercond. Sci. Technol., 14, R115-R146.
- Canfield, P. C. ve Crabtree, G.W., 2003(a). Magnesium diboride: better late than never, Physics Today, 56, 3, 34-40.
- Canfield, P.C., Bud'ko, S.L. ve Finnemore, D.K., 2003(b). An overview of the basic physical properties of MgB₂, Physica C, 385, 1-2, 1-7.
- Canfield, P.C. ve Bud'ko, S.L., 2005. Low-temperature superconductivity is warming up, Scientific American, 80-87.
- Chen, D.X. ve Goldfarb, R.B., 1989. Kim Model for Magnetization of Type-II Superconductors. J. Appl. Phys., 66, 6, 2499.
- Cheng, C. H., Zhao, Y., Zhu, X. T., Nowotny, J., Sorrell, C. C., Finlayson, T. ve Zhang, H., 2003. Chemical doping effect on the crystal structure and superconductivity of MgB₂, Physica C, 386, 588-592.
- Choi, H. J., Roundy, D., Sun, H., Cohen, M. L. ve Louie, S. G., 2002. The origin of anomalous superconducting properties of MgB₂, Nature, 418, 758-760.
- Christen, H., Zhai, H., Cantoni, C., Paranthaman, M., Sales, B., Rouleau, C., Norton, D., Christen, D. ve Lowndes, D., 2001. Superconducting magnesium diboride films with T_c ≈ 24 K grown by pulsed laser deposition with in situ anneal, Physica C, 353, 3-4, 157-161.
- Clem, J.R., 1988. Granular and superconducting-glass properties of the high-temperature superconductors, Physica C, 153-155, 50-55.
- Çelebi, S., Karaca, I., Aksu, E., ve Gencer, A., 1998. Frequency dependence of the intergranular AC loss peak in a Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O bulk superconductor, Physica C, 309, 131-137.

- Dai, Q., Wang, Y., Ma, X., Yang, Q., Zhang, H., Nie, R., Feng, Q. ve Wang, F., 2012. 20 nm MgB₂ superconducting film with T_c above 34 K and J_c ~10⁶ A cm⁻² at 30 K, Physica C, 475, 57–59.
- de Lima O.F., Cardoso, C.A., Ribeiro, R.A., Avila, M.A. ve Coelho, A.A., 2001. Angular dependence of the bulk nucleation field H_{c2} of aligned MgB₂ crystallites, Phys. Rev. B, 64, 144517.
- Dhalle, M., Toulemonde, P., Beneduce, C., Musolino, N., Decroux, M. ve Flukiger, R., 2001. Transport- and inductive critical current densities in superconducting MgB₂, Physica C, 363, 155-165.
- Ding, Y., Lv, H., Zhang, Y.X. ve Shi, Z.X., 2010. Comparative Study on Transport and Magnetic J_c of Textured MgB₂ Thin Film, J. Supercond. Nov. Magn., 23, 1031-1034.
- Doi, T., Masuda, K., Fukuyama, K., Hamada, S., Kobayashi, Y., Hakuraku, Y. ve Kitaguchi, H., 2007. Flux pinning centers in MgB₂ thin films prepared by an electron beam evaporation technique, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 17, 2, 2899-2902.
- Dou, S.X., Wang, X.L., Horvat, J., Milliken, D., Li, A.H., Konstantinov, K., Collings, E.W., Sumption, M.D. ve Liu H.K., 2001. Flux jumping and a bulk-to-granular transition in the magnetization of a compacted and sintered MgB₂ superconductor, Physica C, 361, 79-83.
- Dou, S. X., Soltanian, S., Zhao, Y., Getin, E., Chen, Z., Shcherbakova, O. ve Horvat, J., 2005. The effect of nanoscale Fe doping on the superconducting properties of MgB₂. Supercond. Sci. Technol., 18, 710–715.
- Ellmer, K., 2000. Magnetron sputtering of transparent conductive zinc oxide: relation between the sputtering parameters and the electronic properties, J. Phys D: Appl. Phys., 33, R17-R32.
- Eltsev, Yu., Lee, S., Nakao, K., Chikumoto, N., Tajima, S., Koshizuka, N. ve Murakami, M., 2002. Anisotropic superconducting properties of MgB₂ single crystals probed by in-plane electrical transport measurements, Physical Review B, 65, 140501, 1-4.
- Eom, C.B., Lee, M.K., Choi, J.H., Belenky, L.J., Song, X., Cooley, L.D., Naus, M.T., Patnaik, S., Jiang, J., Rikel, M., Polyanskii, A., Gurevich, A., Cai, X.Y., Bu, S.D., Babcock, S.E., Hellstrom, E.E., Larbalestier, D.C., Rogado, N., Regan, K. A., Hayward, M. A., He, T., Slusky, S., Inumaru, K., Hass, M. K. ve Cava, R. J., 2001(a). High critical current density and enhanced irreversibility field in superconducting MgB₂ thin films, Nature, 411, 558-560.

- Eom, C.B., Lee, M.K., Choi, J.H., Belenky, L.J., Song, X., Cooley, L.D., Naus, M.T., Patnaik, S., Jiang, J., Rikel, M., Polyanskii, A., Gurevich, A., Cai, X.Y., Bu, S.D., Babcock, S.E., Hellstrom, E.E., Larbalestier, D.C., Ermolov S. N., Indenbom M. V., Rossolenko A. N., Bdikin I. K., Uspenskaya L. S., Stepanov N. S. ve Glebovski V. G., 2001(b). Superconducting MgB₂ Films Obtained by Magnetron Sputtering, JETP Lett., 73, 10, 557–561.
- Ermolov, S.N., Indenbom, M.V., Rossolenko, A.N., Bdikin, I.K., Uspenskaya, L.S., Stepanov, N.S. ve Glebovski, V.G. 2001. Superconducting MgB₂ films obtained by magnetron sputtering, JETP Letters, 73, 10, 557-561.
- Ferrando, V., Amoruso, S., Bellingeri, E., Bruzzese, R., Manfrinetti, P., Marr`e, D., Velotta, R., Wang, X. ve Ferdeghini, C., 2003. Growth methods of c-axis oriented MgB₂ thin films by pulsed laser deposition, Supercond. Sci. Technol., 16, 241–245.
- Fogel, N.Y., Cherkasova, V.G., Koretzkaya, O.A. ve Sidorenko, A.S., 1997. Thermally assisted flux flow and melting transition for Mo/Si multilayers, Phys. Rev. B, 55, 1, 85-88.
- Fu, B. Q., Feng, Y., Zhao, Y., Pradhan, A. K., Cheng, C. H., Ji, P., Liu, X. H., Liu, C. F., Yan, G. ve Zhou, L., 2003. Microstructures and superconducting properties in Ti-doped MgB₂/Ta/Cu tape, Physica C, 386, 659-662.
- Gao, L., Xue, Y.Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R. L., Ramirez, D. ve Chu, C. W., 1994. Superconductivity up to 164 K in HgBa₂Ca_{m-1}Cu_mO_{2m+2+δ} (m=1, 2 ve 3) under quasihydrostatic pressures, Phys. Rev. B, 50, 6, 4260-4263.
- Gao, Y. D. , Ding, J., Chen, Q., Rao, G. V. S. ve Chowdari, B. V. R., 2004. Structure, superconductivity and magnetic properties of mechanically alloyed Mg_{1-x}Fe_xB₂ powders with x=0-0,4, Acta Materialia, 52, 1543-1553.
- Gedik, Z., 2011. Süperiletkenlik: Asırlık efsane, Bilim Teknik Dergisi, Temmuz, 34-37.
- Goto, D., Machi, T., Zhao, Y., Koshizuka, N., Murakami, M. ve Arai, S., 2003. Improvement of critical current density in MgB₂ by Ti, Zr and Hf doping, Physica C, 392, 272-275.
- Grassano, G., Ramadan, W., Ferrando, V., Bellingeri, E., Marré, D., Ferdeghini, C., Grasso, G., Putti, M., Manfrinetti, P., Palenzona, A. ve Chincarini, A., 2001. As-grown magnesium diboride superconducting thin films deposited by pulsed laser deposition, Supercond. Sci. Technol., 14, 762–764.
- Gu, D. W., Cai, Y. M., Yau, J. K. F., Cui, Y. G., Wu, T., Yuan, G. Q., Shen, L. J. ve Jin, X., 2003. Effect of Pb substitution in bulk superconducting MgB₂, Physica C, 386, 643-647.

- Gurevich, A., Patnaik, S., Braccini, V., Kim, K.H., Mielke, C., Song, X., Cooley, L.D., Bu, S.D., Kim, D.M., Choi, J.H., Belenky, L.J., Giencke, J., Lee, M.K., Tian, W., Pan, X.Q., Siri, A., Hellstrom, E.E., Eom, C.B. ve Larbalestier, D.C., 2004. Very high upper critical fields in MgB₂ produced by selective tuning of impurity scattering, Supercond. Sci. Technol., 17, 278-286.
- Haruta, M., Fujiyoshi, T., Sueyoshi, T., Miyahara, K., Doi, T., Kitaguchi, H., Awaji, S. ve Watanabe, K., 2005(a). Critical current density of MgB₂ thin film with pinning centres introduced by deposition in oxygen atmosphere, Supercond. Sci. Technol., 18, 1460-1463.
- Haruta, M., Fujiyoshi, T., Sueyoshi, T., Miyahara, K., Doi, T. ve Kitaguchi, H., 2005(b). The E-J characteristics of MgB₂ thin film prepared by electron beam evaporation method, Physica C, 426-431, 174-178.
- He, T., Cava, R.J. ve Rowell, J.M., 2002. Reactivity of MgB₂ with common substrate and electronic materials, Applied Physics Letters, 80, 2, 291.
- Heitmann, T.W., Bu, S.D., Kim, D.M., Choi, J.H., Giencke, J., Eom, C.B., Regan, K.A., Rogado, N., Hayward, M.A., He, T., Slusky, J.S., Khalifah, P., Haas, M., Cava, R.J., Larbalestier, D.C. ve Rzchowski, M.S., 2004. MgB₂ energy gap determination by scanning tunnelling spectroscopy, Supercond. Sci. Tech., 17, 237-242.
- Higuchi, T., Yoo, S.I. ve Murakami, M., 1999. Comparative study of critical current densities and flux pinning among a flux-grown NdBa₂Cu₃O_y single crystal, melt-textured Nd-Ba-Cu-O, and Y-Ba-Cu-O bulks, Phys. Rev. B, 59, 2, 1514-1527.
- Hinks, D.G., Claus, H. ve Jorgensen, J.D., 2001. The complex nature of superconductivity in MgB₂ as revealed by the reduced total isotope effect, Nature, 411, 457-460.
- Hirsch, J.E. ve Marsiglio, F., 2001. Electron-Phonon or Hole Superconductivity in MgB₂, Cond-mat, 0102479.
- Hol'anova, Z., Kacmarcik, J., Szabo, P., Samuely, P., Sheikin, I., Ribeiro, R. A., Bud'ko, S. L. ve Canfield, P.C., 2004. Critical fluctuations in the carbon-doped magnesium diboride, Physica C, 404, 195-199.
- Hur, N., Sharma, P. A., Guha, S., Cieplak, M. Z., Werder, D. J., Horibe, Y., Chen, C. H. ve Cheong, S.-W., 2001. High-quality MgB₂ films on boron crystals with onset T_c of 41.7 K, Appl. Phys. Lett., 79, 4180-2.
- Ilonca, G., Yang, T.R., Pop, A.V., Toma, V., Balint, P., Bodea, M., Marconi, D. ve Jurcut, T., 2007. Superconductivity of MgB₂ sputtered thin films with aluminium nitride buffer layers, Physica C, 460-462, 557-559.
- Ionescu, M., Zhao, Y., Roussel, M., Dou, S.X., Ramer, R. ve Tomsic, M., 2004. Flux pinning in MgB₂ thin films grown by pulsed laser deposition, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, 6, 1, 169-176.

- Jadhav, A. B. ve Pawar, S. H., 2003. Electrochemical synthesis of superconducting magnesium diboride films: a novel potential technique, Supercond. Sci. Technol., 16, 752-759.
- Jergel, Mi., Andrade, E., Chromik, S., Jergel, Ma., Falcony, C., Strbik, V., Rocha, M.F. ve Zavala, E.P., 2003. Composition depth profiles of superconducting MgB₂ thin films determined by ion beam analysis methods, Physica C, 383,287-294.
- Jin, S., Mavoori, H., Bower, C. ve van Dover, R.B., 2001. High critical currents in iron-clad superconducting MgB₂ wires, Nature, 411, 563-565.
- Jo, W., Huh, J.-U., Ohnishi, T., Marshall, A. F., Beasley, M.R. ve Hammond, R.H., 2002. Thin film superconducting MgB₂ as-grown by MBE without post-anneal, Appl. Phys. Lett., 80, 3563–3565.
- Jo, W., Beasley, R. ve Hammond, R.H., 2003. Anisotropy and critical current density of MgB₂ thin films grown in-situ by molecular beam epitaxy, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3257-3260.
- Johansen, T.H., Baziljevich, M., Shantsev, D.V., Goa, P.E., Galperin, Y.M., Kang, W.N., Kim, H.J., Choi, E.M., Kim, M.S. ve Lee, S.I., 2002. Dendritic magnetic instability in superconducting MgB₂ films, Europhys. Lett., 59, 4, 599–605.
- Jönsson, B. J., Rao, K. V., Yun, S. H. ve Karlsson, U. O., 1998. Method to extract the critical current density and the flux-creep exponent in high-T_c thin films using ac susceptibility measurements, Physical Rev. B, 58, 9, 5862–5867.
- Jung, M.H., Jaime, M., Lacerda, A.H., Boebinger, G.S., Kang, W.N., Kim, H.J., Choi, E.M. ve Lee, S.I., 2001. Anisotropic superconductivity in epitaxial MgB₂ films, Chemical Physics Letters, 343, 447-451.
- Kamihara, Y., Watanabe, T., Hirano, M. ve Hosono, H., 2008. Iron-Based Layered Superconductor La[O_{1-x}F_x]FeAs (x = 0.05-0.12) with T_c = 26 K, J. Am. Chem. Soc., 130, 11, 3296-3297.
- Kang, W.N., Kim, H.J., Choi, E.M., Jung, C.U. ve Lee, S.I., 2001. Epitaxial MgB₂ Superconducting thin films with a transition temperature of 39 K, Science, 292, 1521-3.
- Kang, W.N., Choi, E.M., Kim, H.J., Kim, H.J. ve Lee, S.I., 2003. Directional scanning tunneling spectroscopy in MgB₂, Physica C, 385, 1-2, 215-220.
- Kang, S.G., Park, S.C., Chung, J-K., Jeong, D.G., Kim, C-J. ve Kim, C.J, 2009. Microstructure of MgB₂ thin film deposited on r-plane sapphire substrate by co-evaporation method, Physica C, 469, 1571-1573.
- Kim, J., Singh, R. K., Rowell, J. M., Newman, N., Gu, L. ve Smith, D. J., 2004. Thermochemical analysis of MgB₂ synthesis by molecular beam epitaxy, Journal of Crystal Growth, 270, 107-112.

- Kim, H.J., Kang, W. N., Choi, E.M., Kim, M.S., Kim, K.H.P. ve Lee, S.I., 2001(a). High current-carrying capability in c-axis-oriented superconducting MgB₂ thin films, Phys. Rev. Lett., 87, 087002.
- Kim, K. H. P., Kang, W.N., Kim, M.S., Jung, C.U., Kim, H.J., Choi, E. M., Park, M.S. ve Lee, S.I., 2001(b). Origin of the high DC transport critical current density for the MgB₂ superconductor, Cond-mat/0103176.
- King, R.B., 2002. Chemical bonding topology of superconductors. 5. The similarities between magnesium diboride and cuprate superconductors and the role of subvalent magnesium, Polvhedron, 21, 2347-2350.
- Komori, K., Kawagishi, K., Takano, Y., Fujii, H., Arisawa, S., Kumakura, H., Fukutomi, M. ve Togano, K., 2002. Approach for the fabrication of MgB₂ superconducting tape with large in-field transport critical current density, Appl. Phys. Lett., 81, 6, 1047-1049.
- Kortus, J., Mazin, I. I., Belashchenko, K. D., Antropov, V. P. ve Boyer, L. L., 2001. Superconductivity of metallic boron in MgB₂, Phys. Rev. Lett., 86, 20, 4656-4659.
- Kus, P., Plecenik, A., Satrapinsky, L., Xu, Y. ve Sobolewski, R., 2002. Superconducting properties of MgB₂ thin films prepared on flexible plastic substrates, Appl. Phys. Lett., 81, 12, 2199-2201.
- Kuzmann, E., Homonnay, Z., Klencsar, Z., Kühberberger, M., Vertes, A. ve Gritzner, G., 2002. Local environments of iron and cobalt in doped MgB₂ superconductors, Supercond. Sci. Technol., 15, 1479-1485.
- Kühberberger, M. ve Gritzner, G., 2002. Effects of Sn, Co, and Fe on MgB₂, Physica C, 370, 39-43.
- Kühberberger, M., Gritzner, G., Fuger, R., Eisterer, M., Tönies, S. ve Weber, H.W., 2005. Superconducting MgB₂ films on MgO substrates, Appl. Phys. A, 80, 127-129.
- Larbalestier, D.C., Gurevich, A., Feldmann, D.M. ve Polyanskii, A., 2001. High-T_c superconducting materials for electric power applications, Nature, 414, 368-377.
- Li, A.H., Wang, X. L., Ionescu, M., Soltanian, S., Horvat, J., Silver, T., Liu, H. K. ve Dou, S. X., 2001(a). Fast formation and superconductivity of MgB₂ thick films grown on stainless steel substrate, Physica C, 361, 73-78.
- Li, S. Y., Xiong, Y. M., Mo, W. Q., Fan, R., Wang, C. H., Luo, X. G., Sun, Z., Zhang, H. T., Li, L. Cao, Z. L. ve Chen, X. H., 2001(b). Alkali metal substitution effects in Mg_{1-x}A_xB₂ (A=Li and Na), Physica C, 363,4, 219-223.
- Li, H. L., Ruan, K. Q., Li, S. Y., Yu, Y., Wang, C. Y. ve Cao, L. Z., 2003. Upper critical field and the effect of Li doping on the activation energy in MgB₂, Physica C, 386, 560-564.

- Li, W., 2010. Explorations of superconductivity mechanism and high critical current performance of MgB₂, PhD Thesis, Wollongong University, Institute of Superconducting & Electronic Materials Faculty of Engineering, Australia.
- Liu, Z. K., Schlom, D. G., Li, Q. ve Xi, X. X., 2001. Thermodynamics of the Mg-B system: implications for the deposition of MgB₂ thin films, Appl. Phys. Lett., 78, 3678-3680.
- Liu, Z.-J., Zhou, S.H., Xi, X.X. ve Liu, Z.-K., 2003. Thermodynamic reactivity of the magnesium vapor with substrate materials during MgB₂ deposition, Physica C, 397, 87-94.
- London, F. ve London, H., 1935. The Electromagnetic Equations of the Supraconductor, Proc. R. Soc. Lond. A, 149, 866, 71-88.
- Ma, Y., Kumakura, H., Matsumoto, A., Hatakeyama, H. ve Togano, K., 2003. Improvement of critical current density in Fe-sheathed MgB₂ tapes by ZrSi₂, ZrB₂ and WSi₂ doping, Supercond. Sci. Technol., 16, 852-856.
- Mancini, A., Galluzzi, V., Vetrella, U.B., Boffa, V., Celentano, G., Ciontea, L., Gambardella, U., Grassano, G., Petrisor, T., Rufoloni, A., Sprio, S. ve Vadrucchi, M., 2003. Properties of MgB₂ films grown by means of different vapor phase techniques, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 3305-3308.
- Matsumoto, A., Kitaguchi, H. ve Kumakura, H., 2010. Superconducting properties of C-doped MgB₂ thin film fabricated by the precursor and post-annealing method using the PLD process, Physica C, 470, 1446-1448.
- Mattox, D.M., 1998. Handbook of physical vapor deposition, Noyes Publications, New Jersey, A.B.D, 31 s, 358 s.
- Mazin, I. I., Andersen, O. K., Jepsen, O., Dolgov, O. V., Kortus, J., Golubov, A. A., Kuzmenko, A. B. ve van der Marel, D., 2002. Superconductivity in MgB₂: clean or dirty?, Phys. Rev. Lett., 89, 10, 107002, 1-4.
- Meissner, W.H. ve Ochsenfeld, R., 1933. Upper Critical Field of High T_c Superconducting Y-Ba-Cu-O, Nature, 132, 931-935.
- Mijatovic, D., Brinkman, A., Rijnders, G., Hilgenkamp, H., Rogalla, H. ve Blank, D.H.A., 2002. Superconducting thin films of MgB₂ by pulsed-laser deposition, Physica C, 372-376, 1258-1261.
- Mijatovic, D., 2004(a). MgB₂ Thin Films and Josephson Devices, Ph.D. thesis, University of Twente, Enschede, The Netherlands.
- Mijatovic, D., Brinkman, A., Hilgenkamp, H., Rogalla, H., Rijnders, G. ve Blank, D.H.A., 2004(b). Pulsed-laser deposition of MgB₂ and B thin films, Appl. Phys. A, 79, 1243-1246.

- Monticone, E., Gandini, C., Portesi, C., Rajteri, M., Bodoardo, S., Penazzi, N., Dellarocca, V. ve Gonnelli, R. S., 2004. MgB₂ thin films on silicon nitride substrates prepared by an in situ method, Supercond. Sci. Technol., 17, 649-652.
- Moon, S.H., Yun, J.H., Lee, H.N., Kye, J.I., Kim, H.G., Chung, W. ve Oh, B., 2001. High critical current densities in superconducting MgB₂ thin films, Appl. Phys. Lett., 79, 2429–2431.
- Moon, S. H., Kim, H. M., Yim, S. S., Kim, K. B., Kim, Y. W., Yoo, S. I. ve Lee, H. N., 2004. Superconducting properties and microstructures of MgB₂ thin films prepared by the ex-situ annealing process, Supercond. Sci. Technol., 17, S15-S19.
- Mori, Z., Doi, T., Ishizaki, Y., Kitaguchi, H., Okada, M., Saitoh, K. ve Hakuraku, Y., 2004. Superconducting properties of two-step in situ annealed MgB₂ thin films, Physica C, 412-414, 1371-1375.
- Mori, Z., Doi, T., Hakuraku, Y. ve Kitaguchi, H., 2006. Enhancement of J_c of MgB₂ thin films by introduction of oxygen during deposition, Physica C, 445-448, 880-883.
- Mori, Z., Doi, T., Masuda, K., Fukuyama, K., Hakuraku, Y. ve Kitaguchi, H., 2007. Multilayered MgB₂/B thin films prepared by electron beam evaporation technique, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 17, 2, 2887-2890.
- Moritomo, Y. ve Xu, Sh., 2001. Effects of transition metal doping in MgB₂ superconductor, Cond-mat/ 0104568v1.
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. ve Akimitsu, J., 2001. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride, Nature, 410, 63-64.
- Nagatomo K., Doi T., Mori Z., Kitaguchi H., Kobayashi Y., Hakuraku Y., Saito K. ve Okada M., 2005. Fabrication of MgB₂ thin films by electron beam evaporation technique, Physica C, 426–431, 1459-1463.
- Naito, M. ve Ueda, K., 2004. MgB₂ thin films for superconducting electronics, Supercond. Sci. Technol., 17, R1-R18.
- Ohkuba, H. ve Akinaga, M., 2004. Fabrication of as-grown superconducting MgB₂ thin films, Physica C, 408-410, 898.
- Onnes, H.K., 1911, Superconductivity and Magnetizm, Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden, 119-120.
- Öztürk, A., 2005. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Elektriksel ve Manyetik Özelliklerinin Deneysel Modelleme ile İncelenmesi, D. Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Palstra, T.T.M., Batlogg, B., Dover, R.B.v., Schneemeyer, L.F. ve Waszczak, J.V., 1989. Critical current and thermally activated flux motion in high-temperature superconductors, Appl.Phys.Lett., 54, 8, 763.

- Palstra, T.T.M., Batlogg, B., van Dover, R.B., Schneemeyer, L.F. ve Waszczak, J.V., 1990. Dissipative flux motion in high-temperature superconductors, Phys. Rev. B, 41, 10, 6621-6632.
- Park, S.C., Chung, J.-K., Kang, S.G., Song, K.J., Kim, C.-J. ve Kim, C.J., 2008. Fabrication of MgB₂ thin films on r-Al₂O₃ substrates by rf sputtering and thermal evaporation, Physica C, 468, 1879-1883.
- Patnaik, S., Cooley, L.D., Gurevich, A., Polyanskii, A. A., Jiang, J., Cai, X. Y., Squitieri, A. A., Naus, M. T., Lee, M. K., Choi, J. H., Belenky, L., Bu, S. D., Letteri, J., Song, X., Schlom, D. G., Babcock, S.E., Eom, C. B., Hellstrom, E.E. ve Larbalestier, D. C., 2001. Electronic anisotropy, magnetic field-temperature phase diagram and their dependence on resistivity in c-axis oriented MgB₂ thin films, Supercond. Sci. Technol., 14, 315-319.
- Pippard, A.B., 1953. An Experimental and Theoretical Study of the Relation between Magnetic Field and Current in a Superconductor, Proc. R. Soc. Lond. A, 216, 1127, 547-568.
- Prabhakar, P., Singh, P. ve Jiji, T. J., 2002. Theoretical study of magnetism and superconductivity in three-dimensional transition-metal-MgB₂ alloys, Journal of Physics: condensed Matter, 14, 12441-12449.
- Paranthaman, M., Cantoni, C., Zhai, H. Y., Christen, H. M., Aytug, T., Sathyamurthy, S., Specht, E. D., Thompson, J. R., Lowndes, D. H., Kerchner, H. R. ve Christen, D. K., 2001. Superconducting MgB₂ films via precursor postprocessing approach, Appl. Phys. Lett., 78, 3669.
- Paranthaman, M.P., Christen, D.K., Christen, H.M., Thompson, J.R., Kerchner, H.R., Cantoni, C. ve Zhai H.Y., 2002. Growth of high current density MgB₂ films using ex-situ precursor approach, Physica C, 378-381, 1252-1255.
- Plecenik, A., Satrapinsky, L., Kus, P., Gazi, S., Benacka, S., Vavra, I. ve Kostic, I., 2001. MgB₂ superconductor thin films on Si and Al₂O₃ substrates, Physica C, 363, 224-230.
- Prikhna, T. A., Gawalek, W., Savchuk, Y.M., Moshchil, V. N., Sergienko, N. V., Habisreuther, T., Wendt, M., Hergt, R., Schmidt, C., Dellith, J., Melnikov, V. S., Assmann, A., Litzkendorf, D. ve Nagorny, P. A., 2004. High-pressure synthesis of MgB₂ with addition of Ti, Physica C, 402, 223-233.
- Prozorov, T., Prozorov, R., Snezhko, A. ve Suslick, K. S., 2003. Sonochemical modification of the superconducting properties of MgB₂, Applied Physics Letters, 83, 10.
- Ravi, S. ve Seshu Bai, V., 1994. AC susceptibility study in the 85 K phase of the Bi-Sr-Ca-Cu-O system, Physica C, 230, 1-2, 51-60.

- Rizzo, N. D., Wang, J. Q., Prober, D. E., Motowidlo, L. R. ve Zeitlin, B. A., 1996. Ferromagnetic artificial pinning centers in superconducting $\text{Nb}_{0.36}\text{Ti}_{0.64}$ wires, Appl. Phys. Lett., 69, 15, 2285.
- Rui, X. F., Zhao, Y., Xu, Y. Y., Zhang, L., Sun, X. F., Wang, Y. Z. ve Zhang, H., 2004. Improved flux pinning behaviour in bulk MgB_2 achieved by nano- SiO_2 addition, Supercond. Sci. Technol., 17, 689-691.
- Saito, A., Kawakami, A., Shimakage, H. ve Wang, Z., 2002. As-grown deposition of superconducting MgB_2 thin films by multiple-target sputtering system, Jpn. J. Appl. Phys., 41, L127-129.
- Saito, A., Shimakage, H., Kawakami, A., Wang, Z., Kuroda, K., Abe, H., Naito, M., Moon, W.J., Kaneko, K., Mukaida, M. ve Ohshima, S., 2004. XRD and TEM studies of as-grown MgB_2 thin films deposited on r- and c-plane sapphire substrates, Physica C, 412-414, 1366-1370.
- Sandu, V., Aldica, G., Popa, S., Badica, P., Cimpoiasu, E., Dumitrache, F. ve Sandu, E., 2011. Transport properties of superconducting MgB_2 composites with carbon-encapsulated Fe nanospheres, Journal of Applied Physics, 110, 123921.
- Schober, H., Renker, B. ve Heid, R., 2002. Unravelling superconductivity in MgB_2 , The Institut Laue-Langevin Scientific Coordination Office, Annual Report, France, 54s.
- Seeber, B., 1998. Handbook of Applied Superconductivity, Volume 1: Fundamental theory, basic hardware and low-temperature science and technology, Institute of Physics Publishing (IOP Publishing Ltd.), Bristol, UK, 297-298 s ve 38-39 s.
- Sekkina, M. M. A. ve Elsabawy, K. M., 2003. Narrow range of iridium-substitution on $\text{Mg}_{1-x}\text{Ir}_x\text{B}_2$ superconductor, Physica C, 391, 217-222.
- Shi, Z.X., Zhang, Y.X., Lv, H., Xu, M., Choi, E.-M. ve Lee, S.-I., 2007. Flux pinning in c-axis-oriented MgB_2 thin film, Physica C, 467, 101-105.
- Shigeta, I., Abiru, T., Abe, K., Nishida, A. ve Matsumoto, Y., 2003. Temperature and field dependence of magnetization of MgB_2 polycrystals, Physica C, 392-396, 359-363.
- Shinde, S.R., Ogale, S.B., Greene, R.L., Venkatesan, T., Canfield, P.C., Bud'ko, S., Lapertot, G. ve Petrovic, C., 2001. Superconducting MgB_2 thin films by pulsed laser deposition, Appl. Phys. Lett., 79, 227-229.
- Sidorenko, A., Zdravkov, V., Ryazanov, V., Horn, S., Klimm, S., Tidecks, R., Wixforth, A., Koch, T.H. ve Schimmel, T.H., 2005. Thermally assisted flux flow in MgB_2 : strong magnetic field dependence of the activation energy, Philosophical Magazine, 85, 16, 1783-1790.
- Snezhko, A., Prozorov, T. ve Prozorov, R., 2005. Magnetic nanoparticles as efficient bulk pinning centers in type-II superconductors, Physical Review B, 71, 024527.

- Soltanian, S., Wang, X. L., Horvat, J., Li, A. H. , Liu, H. K. ve Dou, S. X., 2002. Improvement of critical current density in the Cu/MgB₂ and Ag/MgB₂ superconducting wires using the fast formation method, Physica C, 382, 2-3, 187-193.
- Souptel, D., Behr, G., Loser, W., Kopylov, W. ve Zinkevich, M.J., 2003. Crystal growth of MgB₂ from Mg-Cu-B melt flux and superconducting properties, Alloys and Comp., 349, 193-200.
- Takahashi, K.-I., Kitaguchi, H. ve Doi, T., 2009. The effect of MgB₂ layer thickness on superconducting properties of MgB₂/Ni multilayer thin films, Supercond. Sci. Technol., 22, 025008.
- Thinkam, M., 1996. Introduction to Superconductivity, Second Edition, Mc Graw-Hill Book Co., New York, P118.
- Thompson, J. R., Paranthaman, M., Christen, D.K., Sorge, K.D., Kim, H.J. ve Ossandon, J.G., 2001. High temporal stability of supercurrents in MgB₂ materials, Supercond. Sci. Technol., 14, L17-L20.
- Ueda, K. ve Naito, M., 2001. As-grown superconducting MgB₂ thin films prepared by molecular beam epitaxy, Appl. Phys. Lett., 79, 2046-2048.
- Ueda, K. ve Naito, M., 2002. Growth of superconducting MgB₂ thin films, Cond.-mat., 0203181v3.
- Ueda, K. ve Natio, M., 2003. In situ growth of superconducting MgB₂ thin films by molecular beam epitaxy, J. Appl. Phys., 93, 4, 2113-2120.
- URL-1, http://tr.wikipedia.org/wiki/Fiziksel_Buhar_Biriktirme, 20 Nisan 2012.
- URL-2, <http://ia.physik.rwth-aachen.de/research/sputtering/www-sputter-eng.pdf>, 10 Ocak 2012.
- URL-3, http://www.google.com/search?q=magnetron+sputtering&hl=tr&rlz=1T4RNRN_trTR420TR422&prmd=imvnsb&tbm=isch&tbo=u&source=univ&sa=X&ei=kMdtUOS1Kc2Qswa97oHQCg&ved=0CDEQsAQ&biw=991&bih=481, 10 Ocak 2012.
- URL-4, http://en.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscopy, 10 Ocak 2012.
- URL-5, http://www.qdusa.com/sitedocs/appNotes/vsmappnote_5-09.pdf, 10 Ocak 2012.
- Vaglio, R., Maglione, M.G., ve Capua, R.D., 2002. High-quality MgB₂ thin films in situ grown by dc magnetron sputtering, Supercond. Sci. Technol., 15, 1236-1239.

- Vajpayee, A., Awana, V. P. S., Bhalla, G. L. ve Kishan, H., 2008. Superconductivity of the bulk MgB_2 + nano(n)-SiC composite system: a high field magnetization study, Nanotechnology, 19, 125708.
- Varilci, A., Yegen, D., Tassi, M., Stamopoulos, D. ve Terzioglu, C., 2009. Effect of annealing temperature on some physical properties of MgB_2 by using the Hall probe ac-susceptibility method, Physica B, 404, 4054-4059.
- Wilke, R. H. T., Bud'ko, S. L., Canfield, P. C., Farmer, J. ve Hannahs, S. T., 2006. Systematic study of the superconducting and normal-state properties of neutron-irradiated MgB_2 , Phy. Rev. B, 73, 134512, 1-17.
- Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y. Q. ve Chu, C. W., 1987. Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure, Physical Review Letters, 58, 9, 908-910.
- Wurlitzer, M., Lorenz, M., Zimmer, K. ve Esquinazi, P., 1997. ac susceptibility of structured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ thin films in transverse magnetic ac fields, Phys.Rev. B, 55, 17, 11816-11822.
- Xi, X. X., 2009. MgB_2 thin films, Supercond. Sci. Technol., 22, 043001, 1-15.
- Xu, S.Y., Li, Q., Wertz, E., Hu, Y.F., Pogrebnyakov, A.V., Zeng, X.H., Xi, X.X. ve Redwing, J.M., 2003. High critical current density and vortex pinning of epitaxial MgB_2 thin films, Phys.Rev. B, 68, 224501, 1-8.
- Xu, G. J., Grivel, J. C., Abrahamsen, A. B., Chen, X. P. ve Andersen, N. H., 2004. Superconducting properties of Zn and Al double-doped $\text{Mg}_{1-x}(\text{Zn}_{0.5}\text{Al}_{0.5})_x\text{B}_2$, Physica C, 403, 3, 113-118.
- Yang, T., Wang, Z.H., Zhang, H., Nie, Y., Fang, J., Luo, H., Wu, X.F. ve Ding, S.Y., 2002. In-plane and out-of-plane magnetoresistivity in a MTG Er-doped YBCO crystal, Supercond. Sci. Technol., 15, 586-591.
- Yakıncı, M. E., Balcı, Y. ve Aksan, M. A., 2004. Enhanced J_c properties of MgB_2 materials processed under a magnetic field, Physica C, 408-410, 132-133.
- Yanmaz, E., Savaşkan, B., Başoğlu, M., Taylan Koparan, E., Dilley, N.R. ve Grovenor, C.R.M., 2009. Complete flux jumping in nano-structured MgB_2 superconductors prepared by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds, 480, 203–207.
- Yonekura, K., Kajita, R., Fujiyoshi, T., Sueyoshi, T., Doi, T., Kitaguchi, H., Awaji, S. ve Watanabe, K., 2008. Two-dimensional flux pinning in multilayered MgB_2/Ni thin films prepared by electron beam evaporation, Physica C, 469, 15-20, 1567- 1570.

- Youssif, M.I., Bahgat, A.A. ve Ali, I.A., 2000. AC magnetic susceptibility technique for the characterization of high temperature superconductors, *Egypt. J. Sol.*, 23, 2, 231-250.
- Zauaoui, M., M'chirgui, A., Ben Azzouz, F., Yangui, B. ve Ben Salem, M., 2002. Electron transport properties of silver added polycrystalline MgB₂, *Physica C*, 382, 217-223.
- Zdravkov, V., Sidorenko, A., Koch, Th. ve Schimmel, Th., Device for synthesis of magnesium diboride, submitted patent of Moldova Republic, the date of priority 28.10.2005, Nr. a 2005 0311.
- Zeng, X. H., Pogrebnikov, A. V., Kotcharov, A., Jones, J. E., Xi, X. X., Lysczek, E. M., Redwing, J. M., Xu, S.Y., Li, Q., Lettieri, J., Schlom, D. G., Tian, W., Pan, X. Q. ve Liu, Z.K., 2002. In-situ epitaxial MgB₂ thin films for superconducting electronics, *Nature Materials*, 1, 35-38.
- Zeng, X. H., Pogrebnikov, A. V., Zhu, M. H., Jones, J. E., Xi, X. X., Xu, S.Y., Wertz, E., Li, Q., Redwing, J. M., Lettieri, J., Vaithyanathan, V., Liu, Z.K., Trithaveesak, O. ve Schubert, J., 2003. Superconducting MgB₂ thin films on silicon carbide substrates by hybrid physical-chemical vapor deposition, *Appl. Phys. Lett.*, 82, 13, 2097-2099.
- Zhai H.Y., Christen H.M., Zhang L., Cantoni C., Paranthaman M., Cantoni, C., Sales B.C., Fleming, P. H., Christen D.K. ve Lowndes D.H., 2001(a). Growth mechanism of superconducting MgB₂ films prepared by various methods, *Journal of Materials Research*, 16, 10, 2759-2762.
- Zhang, Y., Kinion, D., Chen, J., Clarke, J., Hinks, D.G. ve Crabtree, G.W., 2001. MgB₂ tunnel junctions and 19 K low-noise dc superconducting quantum interference devices, *Appl. Phys. Lett.*, 79, 24, 3995-3997.
- Zhang, Y.B., Zhu, H.M., Zhou, S.P., Ding, S.Y., Lin, Z.W. ve Zhu, J.G., 2006. Uniform MgB₂ thin films grown on Si(111) and Al₂O₃(0001) substrates prepared by e-beam evaporation and in situ annealing methods, *Journal of Applied Physics*, 99, 08M512, 1-3.
- Zhao, Y., Feng, Y., Huang, D. X., Machi, T., Cheng, C. H., Nakao, K., Chikumoto, N., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. ve Murakami, M., 2002. Doping effect of Zr and Ti on the critical current density of MgB₂ bulk superconductors prepared under ambient pressure, *Physica C*, 378, 122-126.
- Zhao, Y., Ionescu, M., Horvat, J., Li, A.H. ve Dou, S.X., 2004. Si addition in in situ annealed MgB₂ thin films by pulsed laser deposition, *Supercond. Sci. Technol.*, 17, 1247-1252.
- Zhao, Y., 2005. Fabrication and characterization of superconducting PLD MgB₂ thin films, PhD Thesis, Wollongong University, Institute of Superconducting & Electronic Materials Faculty of Engineering, Australia.

- Zhao, Y., Qin, M.J., Dou, S.X., Ionescu, M. ve Munroe, P., 2006(a). Transport properties of multilayered $\text{MgB}_2/\text{Mg}_2\text{Si}$ superconducting thin film, Journal of Applied Physics, 99, 08M503, 1-3.
- Zhao, Y., Dou, S.X., Ionescu, M. ve Munroe, P., 2006(b). Significant improvement of activation energy in $\text{MgB}_2/\text{Mg}_2\text{Si}$ multilayer films, Applied Physics Letters, 88, 012502.
- Zhu, Y., Wu, L., Volkov, V., Li, Q., Gu, G., Moodenbaugh, A.R., Malac, M., Suenaga, M. ve Tranquada, J., 2001. Microstructure and structural defects in MgB_2 superconductor, Physica C, 356, 4, 239-253.
- Zhu, H.M., Zhang, Y.B., Sun, X.L., Xiong, W.J. ve Zhou, S.P., 2007. MgB_2 thin films on Si(111) without a buffer layer prepared by e-beam evaporation, Physica C, 452, 11-15.

ÖZGEÇMİŞ

1 Temmuz 1979 yılında Denizli’de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Denizli’de tamamladı. 1995 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fatih Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği Bölümü’nde başladığı eğitimini 1999 yılında tamamladı. 2000 yılında Pamukkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü’nde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı. 2000-2003 yılları arasına Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda “ $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Ce}_x\text{Cu}_2\text{O}_8$ Süperiletken Sisteminin Üretimi, Yapısal ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi” adlı yüksek lisans tezini tamamladı. 2006 yılına kadar Pamukkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü’nde Araştırma Görevlisi olarak görevini sürdürdü. 2006 yılında Pamukkale Üniversitesi adına, Yüksek Öğretim Kurumu tarafından doktora eğitimini yapmak üzere 35. madde ile Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü’ne gönderildi. 2006 yılında 1 yıllık İngilizce hazırlık eğitiminden sonra 2007 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı’nda doktora eğitimine başladı. Doktora tez konusuyla ilgili çalışmalarının bir kısmını gerçekleştirmek için, 2010 yılında, Yüksek Öğretim Kurumu tarafından verilen yurt dışı doktora araştırma bursunu kazanarak 4 ay süreyle Institute of Electronic Engineering and Industrial Technologies, Academy of Sciences of Moldova’da bulundu. Evli ve bir çocuğu olan Ezgi Taylan Koparan halen 35. maddeye göre bulunduğu K.T.Ü. Fen Fakültesi Fizik Bölümü’nde görevine devam etmekte olup, iyi derecede İngilizce bilmektedir.