

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

TİTANYUMDİOKSİT (TiO_2) KATKISININ $YBa_2Cu_3O_7$ SÜPERİLETKENLERİNİN
YAPISAL, FİZİKSEL VE MAGNETİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Süleyman BALCI

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
“Yüksek Fizikçi”
Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 28-08-2000

Tezin Savunma Tarihi : 29-09-2000

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ

Jüri Üyesi : Doç. Dr. Ali Rıza AKDENİZ

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Asım KADIOĞLU

Trabzon 2000

ÖNSÖZ

“Titanyumdioksit (TiO₂) Katkısının YBa₂Cu₃O_{7-x} Süperiletkenlerinin Yapısal, Fiziksel ve Magnetik Özellikleri Üzerine Etkisi” konulu çalışmada YBa₂Cu₃O_{7-x} süperiletkeni “Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütme” (FQMG) metodu kullanılarak üretildi. Numunelerin yapısal, fiziksel ve magnetik özellikleri incelendi.

Bu çalışma, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Fiziği Laboratuvarında ve Jeoloji Bölümü Optik Mikroskop Laboratuvarında gerçekleştirilmiş olup, Karadeniz Teknik Üniversitesi Araştırma Fonunun 98.111.001.1 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

Yüksek lisans tezi danışmanlığımı üstlenerek, gerek konu seçimi, gerekse çalışmaların yürütülmesi esnasında yapmış olduğu yardım ve katkılarından dolayı danışman hocam sayın, Prof.Dr. Ekrem YANMAZ 'a en içten dileklerle sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunuyorum.

Laboratuarda süren çalışmalar esnasında yardımlarını esirgemeyen sayın Arş.Gör.Dr. Tayfur KÜÇÜKÖMEROĞLU 'na, çalışmalarımın sürdüğü esnada konuya hakim olmamda yardımcı olan Öğr.Gör. Alev Ateş'e ve numunelerin optik fotoğraflarının çekilmesi esnasında yardımlarını esirgemeyen sayın Arş.Gör. Zafer ARSLAN 'a teşekkür ederim. Bana sağlamış oldukları manevi destek ortamından dolayı Fizik Bölüm hocalarım Prof. Dr. Ali İhsan KOPYA, Prof. Dr. Mustafa ALTUNBAŞ, Prof. Dr. Selahattin ÇELEBİ, Yard. Doç. Dr. Belgin KÜÇÜKÖMEROĞLU'na ve tüm araştırma görevlisi arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Süleyman BALCI

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	II
İÇİNDEKİLER.....	III
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
TABLolar DİZİNİ.....	XII
SEMBOLLER DİZİNİ.....	XIII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1 Giriş.....	1
1.2 Süperiletkenlerin Özellikleri.....	4
1.2.1 Meissner Olayı.....	4
1.2.2 Nüfuz(Girme) Derinliği.....	6
1.2.3 Koherens Uzunluğu.....	7
1.3 Süperiletkenlerin Magnetik Özellikleri.....	8
1.3.1 I. Tip Süperiletkenler.....	8
1.3.1.1 Magnetik Alanla Süperiletkenliğin Yok Edilmesi.....	11
1.3.2. II. Tip Süperiletkenler.....	12
1.3.2.1 İdeal Tersinir II. Tip Süperiletkenler.....	12
1.3.2.2 Tersinmez II. Tip Süperiletkenler.....	15
1.3.3 II. Tip Süperiletkenlerde Kritik Akımlar.....	16
2. LİTERATÜR TARAMASI.....	18
2.1 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Süperiletken Sisteminin Genel Özellikleri.....	18
2.1.1 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Bileşiğinin Faz Diyagramı.....	18
2.1.2 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Bileşiğinin Kristal Yapısı.....	20
2.1.3 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Süperiletkenlerin Yapısal Özellikleri.....	21
2.2 Süperiletken Üretim Teknikleri.....	24
2.3 YBCO Süperiletkeninde Katkı İşlemleri.....	25
2.4 Eritme Yöntemleri.....	26

2.4.1	Eritme Yönlendirme Büyütme Yöntemi (Melt-Textured-Growth(MTG))	26
2.4.2.	Geliştirilmiş Eritme Yönlendirme Büyütme Yöntemi(MTG)	27
2.4.3.	Hızlı soğutma-Eritme-Büyütme(Quench- Melt-Growth(QMG))	28
2.5	YBCO Bulk Numunelerde Optik Analiz Çalışmaları	30
2.6	Kaldırma Kuvveti Ölçümleri	32
3.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	41
3.1	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletken Numunesinin Hazırlanması	41
3.2	TiO ₂ Katkılı YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Süperiletken Numunesinin Hazırlanması	44
3.3	X-Işını Kırınım Analizi	47
3.4	Metalografik Analiz	48
3.5	Düşük Sıcaklıkta Sıcaklık-İndüktans Değişim Ölçümleri	49
3.6	Kaldırma Kuvveti Ölçümleri	50
4.	BULGULAR ve TARTIŞMA	52
4.1	Giriş	52
4.2	X-Işını Kırınım Analizi	52
4.3	Titanyum Katkılı ve Katkısız Numunelerin Optik Analizi	56
4.4	Magnetik Alan Altında İndüktans-Sıcaklık Ölçümü	64
4.5	Titanyum Katkılı ve Katkısız Numunelerin Aktivasyon Enerjileri	69
4.6	Kaldırma Kuvveti Ölçümleri	74
5.	SONUÇ	80
6.	KAYNAKLAR	81
7.	ÖZGEÇMİŞ	83

ÖZET

YBa₂Cu₃O_{7-δ} bulk numuneler, 0-10 wt% aralığında titanyum katkı yapılarak FQMG yöntemiyle üretildi. Numunelerin mikroyapıları XRD analizi ve optik mikroskopla belirlendi. Y123 içerisine TiO₂ katkı miktarının %1'den %5'e artırılmasıyla, geçiş sıcaklığının bir miktar düştüğü, %7 ve 10 oranlarındaki katkılarda ise önemsenmeyecek kadar bir artışa sebep olduğu gözlemlendi. Manyetik ölçümler, farklı manyetik alanlarda, sıfır alanda soğutma(ZFC) ve alan altında soğutma(FC) rejimlerinde, 77-300 K sıcaklık aralığında 1 kHz'de çalışan indüktansmetre yardımıyla gerçekleştirildi. Numunelerin tipik itici ve çekici manyetik kuvvetleri, Nd-Fe-B mıknatıs ile numune arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak sıfır alanda soğutma işlemiyle gerçekleştirildi.

Anahtar Kelimeler: Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler, TiO₂ Katkısı, Kaldırma Kuvveti dekompozisyon, Manyetik özellikler.

SUMMARY

Magnetic, Physical and Structural Properties of Melt Textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Superconductors with TiO_2 Doped

Bulk $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ samples, doped with TiO_2 in the range 0-10 wt.% have been prepared by the Flame-Quench-Melt-Growth (FQMG) method and their microstructures have been defined by XRD analysis and optical microscopy. It was found that increasing the content of TiO_2 in Y123 from 1% to 5% caused a decrease of superconducting transition temperature, and from 7-10% wt. caused a slight increase of transition temperature. Magnetic measurements in the zero field cooled (ZFC) and field cooled (FC) regimes for different magnetic fields have been performed on these samples in the temperature range 77-300 K using an inductance-meter operating at 1 kHz. Typical repulsive and attractive magnetic forces as a function of distance, and magnetic history between a permanent magnet and YBCO sample cooled with and without magnetic field are described.

Keywords: High- T_c Superconductors, TiO_2 substitution, decomposition, Magnetic Properties, Levitation Force.

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1. Civa için direnç-sıcaklık eğrisi (Serway, 1990).....	1
Şekil 2. Süperiletkenlik olayının keşfinden günümüze kadar olan geçiş sıcaklığındaki gelişme (Serway, 1992)	2
Şekil 3. Süperiletken bir malzemenin manyetik alanı dışlayarak halka biçimindeki bir mıknatısın üzerinde havada asılı kalması.....	4
Şekil 4. Yarı sonsuz bir süperiletken içinde B manyetik alanının, numune yüzeyine olan x uzaklığı ile değişimi. Süperiletken madde kesikli çizginin sağındadır ve madde dışında ($x < 0$) magnetik alan B_0 'dır (Serway, R. A., 1992).	6
Şekil 5. I. Tip bir süperiletkenin manyetik alana bağlı özellikleri (a) İç alanın uygulanan alanla değişimi, burada $B_{iç} < B_c$ için $B_{iç} = 0$ olur. (b) mıknatıslanmanın uygulanan manyetik alana bağlılığı. $B > B_{iç}$ için $M = 0$ 'dır.....	9
Şekil 6. I. Tip süperiletkenler için H-T eğrisi.....	10
Şekil 7. I. Farklı numune geometrileri için hesaplanan sıcaklık manyetik alan değişimi (Gawalek, 2000).	12
Şekil 8. II. Tip süperiletkenlerde B-T eğrisi ve magnetik alanın şekillenimi (a) Normal hal, (b) Meissner hali, ve (c) Karışık(ara) hal.).....	13
Şekil 9. İdeal II. Tip süperiletkenlerde iç alanın ve mıknatıslanmanın dış alana bağlı olarak değişimi. Çizilen iç alan profilleri şekil 8 a, b, c'de görülmektedir (Serway, R. A., 1992).....	14
Şekil 10. Girdap hareketi engellenmiş, tersinmez, II. Tip süperiletken için iç alan(A) ve mıknatıslanmanın(B), artan ve azalan dış alana bağlı olarak değişimi. Çizilen iç manyetik alan profilleri a, b, c, d ve e noktalarına karşılık gelmektedir.....	15
Şekil 11. $Y_2BaCuO_5 - YBa_2Cu_3O_{7-x}$ çizgisi boyunca YBCO sisteminin taslak halinde faz diyagramı (Murakami, 1990).....	19

Şekil 12.	Ortorhombik yapıdaki $YBa_2Cu_3O_7$ 'nin birim hücresi (Rothman and Routbort, 1989).....	20
Şekil 13.	(a) Ortorhombik $YBa_2Cu_3O_{6.74}$ ve (b) Tetragonal $YBa_2Cu_3O_{6.05}$ fazlarının x-ışınları kırınım deseni (Kikuchi, 1987).....	22
Şekil 14.	(a) Ortorhombik $YBa_2Cu_3O_{6.74}$ ve (b) tetragonal $YBa_2Cu_3O_{6.05}$ fazların özdirencinin sıcaklıkla değişimi (Kikuchi, 1987).....	24
Şekil 15.	YBCO bileşiğinde yttriyumun, nadir toprak elementleri ile yer değiştirmesiyle hazırlanan numunelerin direnç ve geçiş sıcaklıklarının sıcaklığa bağlı değişimi (Chemistry of Superconductor Materials).....	26
Şekil 16.	a) MTG ve b) Geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimi (Murakami, 1992).....	27
Şekil 17.	a) MPMG (QMG) yönteminin şematik gösterimi, b) 1, 2, 3 ve 4 durumlarında numunelerin mikro yapı ilişkisinin şematik gösterimi (Murakami, 1992).....	29
Şekil 18.	Tanelerin tane sınırlarındaki ikizleme zorlarının büyümesinin optik ve şematik gösterimi. a) Düzlemler tane sınırlarında ve tane sınırları yönünde dar açılar yaparak, b) Tane sınırlarına paralel olarak düzenlenmişlerdir (DB; domain boundary, PB; platelet boundary, OP; ortorhombik faz.) (Reddy, E. 1997).....	30
Şekil 19.	Tetragonal ve ortorhombik yapılu Y123 süperiletken numunelerin eritme hızlı soğutma ve oksijen tavlama ısıl işlem şeması (Kim, 1997).....	31
Şekil 20.	Eritilmiş büyütülmüş ve 211 fazı içeren Y123 numunelerinin SEM fotoğrafları a) Tetragonal, b) Ortorombik fazlı numunenin sem fotoğrafı (Kim, 1997).....	32
Şekil 21.	a) Manyetik kuvvet ölçüm mekanizması. b) Manyetik alana paralel olarak yerleştirilmiş silindirik numunenin 0'dan B'ye kadar değişen alanda akı tuzaklaması ve akım dolanımı (Johansen, 2000).....	33
Şekil 22.	a ve b bir mıknatısın süperiletkene doğru hareket ettirilmesiyle manyetik alanın dağılımının şematik gösterimi, c ve d ise uzaklaştırılması ile elde edilen dağılımı göstermektedir (Murakami, 1991).....	34

Şekil 23.	Alan altında soğutma rejiminde magnetik alanın tuzaklanması (Murakami, 1991).....	35
Şekil 24.	Süperiletken numunede alanın tuzaklanması ve itici kuvvetin şematik gösterimi (Murakami,1991).....	35
Şekil 25.	Manyetik akının numuneye girişi(sağda) ve silindirik tanelerin bir bölgesinde perdeleyici akımın dolanımı (solda) görülmektedir. Şekillerde gösterilen üç durum a) $B < B^*$, b) $B > B^*$ ve c) Alanın ΔB kadar azaltılmasından sonraki durumu göstermektedir (Johansen,2000).....	37
Şekil 26.	MPMG yöntemiyle üretilmiş Ag-doped YBaCuO numunesinin 0.4 Tesla'lık bir mıknatısa doğru yaklaştırıldığında ve uzaklaştırıldığında kuvvetin zamana bağlı grafiği (Murakami, 1991)..	38
Şekil 27.	MPMG yöntemiyle üretilmiş YBCO numunenin alan altında soğutma işlemine göre kuvvetin uzaklığa bağlı değişimi (Murakami, 1990).....	39
Şekil 28.	Eritme yöntemiyle hazırlanmış 26 mm çapında ve 12 mm yüksekliğinde YBCO numunesinin 77 K'de tuzaklanmış olduğu alanın değişimi (Fuchs, 1996).....	39
Şekil 29.	Ag katkılı YBCO numunesinin katkı miktarına göre ve uzaklığa bağlı kaldırma kuvveti değişim grafiği (Salah, 1996).....	40
Şekil 30.	Kalsinasyon işleminde sıcaklık profili.....	42
Şekil 31.	Euroterm 808 kontrol ünitesi Lenton marka fırın.....	43
Şekil 32.	Euroterm 818 kontrol ünitesi Lenton marka fırın.....	45
Şekil 33.	Titanyum katkılı numuneler için kristal büyütme işleminde sıcaklık profili.....	45
Şekil 34.	Titanyum katkılı numuneler için oksijen ilavesi işleminde sıcaklık profili.....	45
Şekil 35.	Rigaku D/Max-IIIC marka (CuK_{α}) x-ışını difraktometresi.....	47
Şekil 36.	Otomatik numune parlatma makinası (Logitech PM2).....	48
Şekil 37.	Leybold-Heraus HR1 model kapalı devre düşük sıcaklık kriyostatu ve Walker MG-2A model elektromıknatıs.....	49
Şekil 38.	İndüktans-Sıcaklık ölçüm düzeneği.....	50

Şekil 39.	İtici ve çekici kuvvetlerin, numune ile mıknatıs arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü, kaldırma kuvveti ölçüm düzeneği.....	51
Şekil 40.	Molar ağırlık olarak %0, 1, 3 ve 5 titanyum katkılı YBCO numunelerinin $2\theta = 20^\circ - 60^\circ$ arasındaki x-ışını kırınım desenleri.....	53
Şekil 41.	Molar ağırlık olarak %7 ve 10 titanyum katkılı YBCO numunelerinin $2\theta = 20^\circ - 60^\circ$ arasındaki x-ışını kırınım desenleri.....	54
Şekil 42.	X - Işını kırınımı desenlerinden hesaplanan orthorombik a, b, c örgü parametrelerinin molar olarak titanyum katkı miktarına bağlı değişimi.....	55
Şekil 43.	Titanyum katkısız ve katkılı numunelerin polarize ışık altında çekilen optik fotoğrafları a) katkısız, b) %1, c) %3, d) %5, e) %7 ve f) %10 Ti katkılı.....	63
Şekil 44.	Numunelerin alan altında soğutma(FC) rejimindeki İndüktans-Sıcaklık değişimleri. a) Katkısız Y123, b) % 1, c) % 3, d) % 5, e) % 7 ve f) % 10 Ti katkılı numune.....	65
Şekil 45.	Numunelerin sıfır alan altında soğutma(ZFC) rejimindeki İndüktans-Sıcaklık değişimleri. a) Katkısız Y123, b) % 1, c) % 3, d) % 5, e) % 7 ve f) % 10 Ti katkılı numune.....	66
Şekil 46.	Geçiş sıcaklığının(T_c), a) Sıfır alanda, b)150 mT alanda Ti katkı miktarına göre, sıcaklığa bağlı değişimi.....	68
Şekil 47.	Numunelerin alan altında soğutma(ZFC) rejimindeki $\text{Log}(L)-1/T$ değişimleri. a) Katkısız Y123, b) % 1, c) % 3, d) % 5, e) % 7 ve f) % 10 Ti katkılı numune.....	70
Şekil 48.	Numunelerin alan altında soğutma(FC) rejimindeki $\text{Log}(L)-1/T$ değişimleri a) Katkısız Y123, b) % 1, c)%3, d)%5, e)%7 ve f)%10 Ti katkılı numune.....	71
Şekil 49.	Katkılı ve katkısız numunelerin FC rejimi için değişik alan değerlerindeki normalize edilmiş $\Delta L-T$ değişim eğrileri.....	73
Şekil 50.	Nd-Fe-B mıknatısın, manyetik alanının uzaklıkla değişimi.....	75
Şekil 51.	Süperiletken numunede, itici kuvvetin uzaklıkla değişimi.....	75
Şekil 52.	Süperiletken numunede çekici kuvvetin uzaklıkla değişimi.....	76
Şekil 53.	Süperiletken numunelerde itici ve çekici kuvvetin uzaklıkla değişimi.....	76

Şekil 54. Titanyum katkılı numunelerde itici ve çekici kuvvetin, manyetik alanla değişimi.....	77
Şekil 55. $r = 0$ ve $r = 3$ mm uzaklıkta kaldırma kuvveti yoğunluğu değişimi.....	77



TABLULAR DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. YBCO numunesinin başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler ve miktarları.....	42
Tablo 2. Bulk YBCO numunesi hazırlanırken yapılan katkı maddesinin miktarları elde edilen toplam numune miktarları.....	44
Tablo 3. Titanyum katkılı ve katkısız numunelerin örgü parametreleri.....	55
Tablo 4. Titanyum katkılı numunelerin sıfır alandaki T_c geçiş sıcaklıkları.	69
Tablo 5. Titanyum katkılı numunelerin 150 mT.(FC) alandaki T_c geçiş sıcaklıkları.....	69
Tablo 6. Numunelerin değişik alanlarda hesaplanan aktivasyon enerjilerinin katkı miktarına göre değişimi.....	72

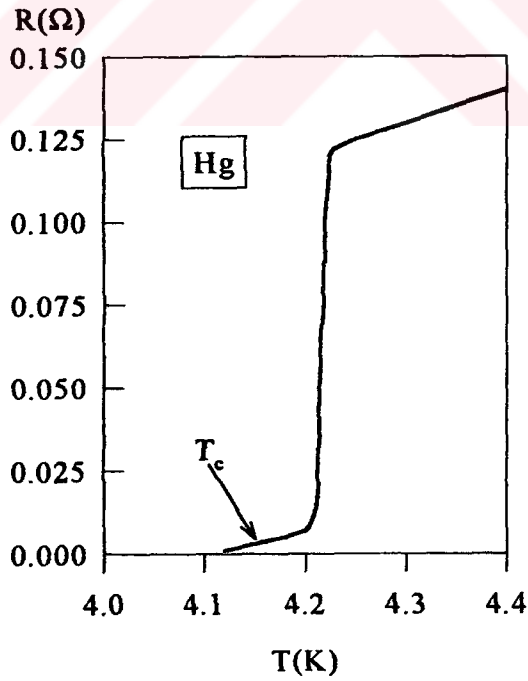
SEMBOLLER DİZİNİ

B	: Numune içindeki Manyetik Akı Yoğunluğu
B_c	: Kritik Manyetik Akı Yoğunluğu
E	: Elektrik Alan
H	: Manyetik Alan
H_c	: Kritik Manyetik Alan
H_{c1}	: Alt Kritik Manyetik Alan
H_{c2}	: Üst Kritik Manyetik Alan
I_c	: Kritik Akım
J	: Elektriksel Akım Yoğunluğu
J_c	: Kritik Akım Yoğunluğu
k	: Boltzmann Sabiti
K_α	: X-Işını Dalga Cinsi
M	: Miknatıslanma
R	: Direnç
T	: Sıcaklık
T_c	: Kritik Geçiş Sıcaklığı
U₀	: Aktivasyon Enerjisi
A	: Hacim
λ	: Nüfuz Derinliği
ρ	: Öz Direnç
χ	: Manyetik Alınganlık
μ	: Manyetik Dipol Momenti
φ	: Manyetik Akı
ξ	: Koherens Uzunluğu

1. GENEL BİLGİLER

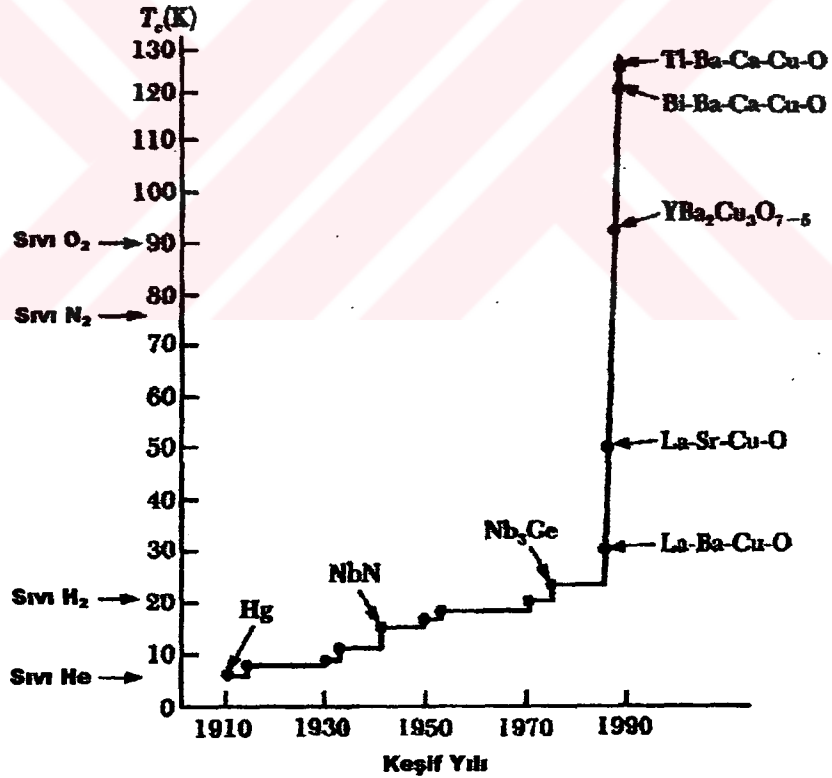
1.1 Giriş

Geçiş sıcaklığı altında direnci sıfıra düşen malzemelere süperiletken malzeme denir ve bu tür malzemelerin yapısal, fiziksel ve manyetik özelliklerini inceleyen katı hal fiziği koluna da süperiletkenlik denir. Süperiletkenin sıcaklıkla direncinin sıfıra düşmesi, süperiletkenleri diğer metaller ve yarıiletkenlerden ayıran en önemli özeliğidir. Bu olay ilk kez Kamerling Onnes tarafından 1911 yılında gözlemlendi (Onnes, 1911). Onnes cıvayı sıvı helyum sıcaklığına (4.2 K) kadar soğuttuğunda, cıvanın direncinin 10^{-16} mertebesine kadar düştüğünü gördü. Şekil 1'de görüldüğü gibi, cıva yüksek sıcaklıklardan düşük sıcaklıklara doğru soğutulurken, direnci lineer olarak azalmaktadır. Fakat sıcaklık belli bir değere düştüğünde cıvanın direnci keskin bir biçimde sıfıra düşmektedir. Dolayısıyla cıva belli bir kritik T sıcaklığından itibaren süperiletkenlik özellik göstermektedir.



Şekil 1. Cıva için direnç-sıcaklık eğrisi (Serway, 1990).

Meissner ve Ochsenfeld 1933 yılında, süperiletken bir numuneyi geçiş sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar soğutup, bir dış magnetik alan uyguladıklarında magnetik alanın numune içerisine girmediğini gördüler (Meissner, 1933). Bu olay fizik literatürüne Meissner Olayı olarak geçti. Süperiletkenlerin önemli özelliklerinden birisi de, geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda ideal diamagnetik özellik göstermeleridir. 1962 yılında ortaya atılan durgun, sürekli bir magnetik alanın numuneye ne kadar gireceği fikri C.P. Bean (Cyrot, 1992) tarafından geliştirildi. Ginzburg ve Landau 1950 yılında normal hal ile süperiletken hal arasında bir düzen parametresinin varlığını ortaya attılar (Ginzburg, 1982). Aynı yıllarda H. Fröhlich (teorik olarak) ve E. Maxwell (deneysel olarak) süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, ortalama izotopik kütlelen artmasıyla düştüğü fikrini ileri sürdüler (Rose-Innes, 1978). Bu olaylar neticesinde de elektron-fonon mekanizmasının varlığı ortaya çıkarıldı.



Şekil 2. Süperiletkenlik olayının keşfinden günümüze kadar olan geçiş sıcaklığındaki gelişme (Serway, 1992).

Süperiletkenliğin mikroskobik anlamda doğasını J. Bardeen, L. Cooper ve J.R. Schrieffer 1957 yılında gerçekleştirdiler ve bu teoriye kısaca "BCS" teorisi adı verildi (Bardeen, 1957). Süperiletkenlik yüksek sıcaklık seramik malzemelerde ilk önce J.G. Bednorz ve K.A. Müller tarafından Ba-La-Cu-O sisteminde yaklaşık 35 K olarak gözlemlendi (Bednorz, 1986). Bu buluştan sonra pek çok bilim adamı araştırma ve incelemelerini bu konuya yöneltti ve süperiletkenlik geçiş sıcaklığı değerini 40 K'den 52 K'e kadar çıkardılar. 1987 yılında Maeda ve Chu tarafından La yerine Yitrium konularak, süperiletkenlik geçiş sıcaklığı 90 K'in üzerine çıkarıldı (Maeda, 1988 ; Chu, 1988). Böylece sıvı azot sıcaklığından (77K) daha yüksek sıcaklıklara çıkılmış oldu. Daha sonra Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde süperiletkenlik gözlemlendi. Geçiş sıcaklığı, bizmutlu sistem için 110 K, talyumlu sistem için ise 125 K olarak birçok araştırmacı tarafından ölçüldü. Bu geçiş sıcaklığının yıllara, bileşiklere ve geçiş sıcaklık değerlerine göre değişimi çizilecek olursa şekil 2'deki gibi bir grafik elde edilir. Grafikten de görüldüğü gibi, 1986 yılından sonra gerçekleştirilen gelişmeler, geçiş sıcaklığının hızlı bir biçimde artırıldığını göstermektedir. Eğer oda sıcaklığında süperiletkenlik elde edilirse, bilimsel ve teknolojik alanda pek çok yeni atılımların gerçekleşeceği muhakkaktır.

Günümüzde süperiletkenler üzerinde yapılan çalışmalar, ince film, şerit, tel, çubuk, disk ve bulk gibi değişik geometrilere, farklı elementler katkı yapılarak, yapısal, fiziksel ve manyetik özelliklerin incelenmesi, artan hızla devam etmektedir. Araştırmacıların farklı geometrilere malzeme üretmeleri, teknolojik açıdan farklı ihtiyaçlara cevap vermek içindir.

Bu çalışmanın amacı, büyük taneli, içerisinde çok miktarda akı sabitleştirme merkezi (pinning centers) bulunan, akım taşıma kapasitesi yüksek ve magnetik alana dayanıklı $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerini molar oranlarda TiO_2 katkısı yaparak üretmek ve bunun, yapısal, fiziksel ve manyetik özellikler üzerindeki etkilerini araştırmaktır. Bunun için uygun üretim tekniği olarak, Eritme-Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme (Flame-Quench-Melt-Growth (FQMG)) yöntemi kullanıldı. Numunelerin özellikleri, optik mikroskopta fotoğraf çekimleri, x-ışını kırınım desenleri, indüktansmetre ve bobin yardımıyla geçiş sıcaklık (T_c) ölçümleri ve kaldırma kuvveti ölçümleri ile belirlendi.

Yapılan çalışmanın daha iyi anlaşılması ve kaynak teşkil etmesi açısından süperiletkenlerin yapısal, fiziksel ve manyetik özellikleri hakkında kısaca bilgi vermek faydalı olacaktır. Ancak süperiletkenlerin teorik özelliklerine konunun kolay anlaşılması açısından detaylı bir biçimde değinilmeyecektir.

1.2 Süperiletkenlerin Özellikleri

1.2.1 Meissner Olayı

Süperiletkenlerin düşük sıcaklıklarda sıfır direnç özelliğinin yanında, T_c 'nin altındaki sıcaklıklarda dışarıdan uygulanan manyetik alanı dışlama özellikleri de vardır.



Şekil 3. Süperiletken bir malzemenin manyetik alanı dışlayarak halka biçimindeki bir mıknatısın üzerinde havada asılı kalması.

Şekil 3'te görüldüğü gibi, süperiletken numune bir dış manyetik alan içerisine konulduğu zaman, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının (T_c) üstündeki sıcaklıklarda, manyetik alan çizgileri numune içerisine girerler. Numune T_c 'nin altına kadar

soğutulduğunda ise, süperiletken hale doğru bir geçiş meydana gelir ve manyetik akı, numunenin yüzeyinde oluşan yüzey akımının oluşturduğu alandan dolayı dışarı itilir ve bu olay Meissner Olayı olarak bilinir.

Meissner olayı bir süperiletkenin sonsuz iletkenliğinin sonucu olarak ortaya çıkmaz. Özelliklerinden biri, sıfır direnç göstermesi ve diğeri de numunenin iç bölgelerinde alanın sıfır olmasıdır. Süperiletken numune, manyetik alan içinde T_c 'nin altındaki bir sıcaklığa soğutulduğu zaman, numunenin iç bölgelerinde safsızlıklardan dolayı alan tuzaklanmış olur.

Dışarıdan uygulanan alan kaldırıldığında, daha önceki alandan dolayı indüklenmiş olan girdap akımları sayesinde numunenin içinde tuzaklanmış olan alan muhafaza edilir. Bu nedenle akının dışarılanmış olması, bu yeni süperiletken durumun, doğru bir termodinamik denge durumu olduğu anlamına gelir.

Bu fikri açıklamak için, $V=IR$ olarak iyi bilinen Ohm Yasası, iletkenlik cinsinden yazılacak olursa aşağıdaki eşitlik elde edilir.

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

Burada E elektrik alan, ρ özdirenç ve J numunenin elektriksel akım yoğunluğudur. Bu formül gereğince direncin sıfır olması elektrik alanının da sıfır olmasını gerektirir. Maxwell denklemini bu durum için yazacak olursak;

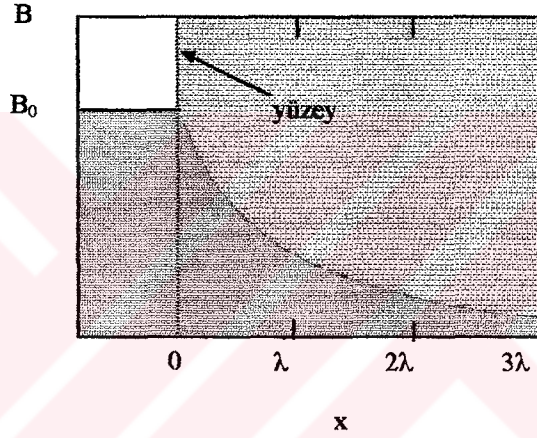
$$\text{Curl}\mathbf{E} = - \partial\mathbf{B}/\partial t \quad (2)$$

$-\partial\mathbf{B}/\partial t=0$ elde edilir. Buradan görülüyor ki, numunenin içindeki manyetik indüksiyonun zamanla değişimi sıfır olmalıdır. Başlangıçta bir dış manyetik alanın varlığında soğutulan numunenin alana karşı davranışı, önceden soğutulmuş daha sonra alan uygulanmış numuneye göre daha farklı olacaktır. İlk durum dikkate alındığında numune içinde tuzaklanmış alan mevcuttur; ancak ikinci durum dikkate alındığında ise; alan sıfır olmak zorundadır. Soğutma ve alan uygulama olaylarının sırasına bakılmaksızın, numunenin aynı termodinamik durumda olması için, süperiletkenin

içindeki alanı daima dışlaması, yani içteki alanın $B = 0$ olması gerekir. Bu özellik, süperiletken durumun bir doğru termodinamik olay olduğunu gösterir.

1.2.2 Nüfuz(Girme) Derinliği

I. tip süperiletkenlerde oluşan yüzey akımları, manyetik alanın numunenin iç bölgelerinden dışlanmasını sağlar. Gerçekte bu akımlar, yalnızca numunenin yüzeyindeki çok ince bir tabakada oluşmazlar. Tersine bu akımlar yüzeyden maddeye nüfuz ederek, sonlu kalınlıkta bir et tabakası üzerinde dağılırlar.



Şekil 4. Yarı sonsuz bir süperiletken içinde B manyetik alanının, numune yüzeyine olan x uzaklığı ile değişimi. Süperiletken madde kesikli çizginin sağındadır ve madde dışında ($x < 0$) magnetik alan B_0 'dır(Serway, R. A.,1992).

B alanı, derinliği yaklaşık 100 nm olan bu ince tabakalarda, derinlikle;

$$B(x) = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (3)$$

şeklinde değişir. Yani alan, tam yüzeydeki B_0 değerinden, sıfır değerine üstel olarak azalır. Burada dış alanın, numune yüzeyine paralel olduğu kabul edilmiştir ve x , numune yüzeyinden olan uzaklığı göstermektedir. Buradaki λ ise “nüfuz derinliği”dir. Manyetik alanın yarı-sonsuz I. tip süperiletken içindeki değişimi, şekil 4'te

görülmektedir. Süperiletken x-ekseninin pozitif yönündeki bölgede bulunmaktadır. Görüldüğü gibi λ 'nın birkaç katına eşit derinliklerde manyetik alan çok küçük değerlere düşmektedir. λ 'nın tipik değeri, 10-100 nm arasındadır. Nüfuz derinliği, sıcaklıkla ampirik olarak;

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

bağıntısına göre değişmektedir. Burada λ_0 , $T = 0$ K'deki nüfuz derinliğidir. T 'nin T_c 'ye yaklaşması halinde, λ 'nın sonsuz olacağı görülmektedir. Hatta, numune süperiletken halde iken; T , T_c 'ye yaklaştıkça, uygulanan bir alan madde içinde daha derin noktalara nüfuz eder. Sonuçta alanın bu nüfuz etmesi, numunenin tamamını kapsayarak onun normal hale gelmesini sağlar (Serway, R. A.,1992).

1.2.3 Koherens Uzunluğu

Süperiletkenlerle ilgili önemli bir parametre de koherens uzunluğu olarak bilinen ξ 'dir. Koherens uzunluğu, üzerinde süperiletkenliğin yaratılabildiği ve yok edilebildiği en küçük boyut olarak düşünülebilir. Başka bir şekilde de koherens uzunluğuna, üzerinde Cooper çiftindeki elektronların birlikte kalabildiği uzunluk olarak bakabiliriz. BCS teorisinde koherens uzunluğu, Cooper çiftindeki iki elektronun birbirleri ile bağlı olarak kaldığı mesafe ile doğrudan ilgilidir.

Koherens uzunluğu, nüfuz derinliğinden büyükse, madde I. Tip süperiletkendir. Pek çok metalik süperiletken bu sınıfa girmektedir. Diğer taraftan λ/ξ oranındaki bir artım, II. Tip süperiletkenliği öne çıkarır. Koherens uzunluğu ve nüfuz derinliği, elektronların ortalama serbest yoluna bağlıdır. Metale safsızlıklar eklendikçe, ortalama serbest yol azalır, nüfuz etme derinliği artar ve koherens uzunluğu azalır(Serway, R. A.,1992).

1.3 Süperiletkenlerin Manyetik Özellikleri

Süperiletkenler, dışardan uygulanan manyetik alana karşı sergilemiş oldukları fiziksel davranışlara göre, I. tip ve II. tip olarak iki gruba ayrılırlar. Niyobyum(Nb) ve vanadyum(V) dışındaki tüm süperiletken olabilen elementler, bileşikler ve alaşımlar I. tip süperiletken davranış gösterirler, ve onların süperiletkenliği, uygulanan düşük bir manyetik alan (B_c) ile, düşük bir sıcaklık değeri (T_c) ile ve küçük bir akım değeri(I_c) ile bozulabilir. Termodinamik kritik alan B_c , süperiletken numunenin iç bölgesindeki ideal diamanyetiklik durumunu tamamen ortadan kaldırmak için uygulanması gereken en düşük manyetik alan şiddeti olarak bilinir. Bu kritik manyetik alan değeri tek olan numunelere I. tip süperiletkenler denir. İki kritik alan değeri olan numunelere ise, II. tip süperiletkenler adı verilir. Bu iki manyetik alan değeri arasında olan numune, karışık halde(mixed state) olma veya vortex halinde bulunma gibi değişik isimlerle adlandırılır.

1.3.1 I. Tip Süperiletkenler

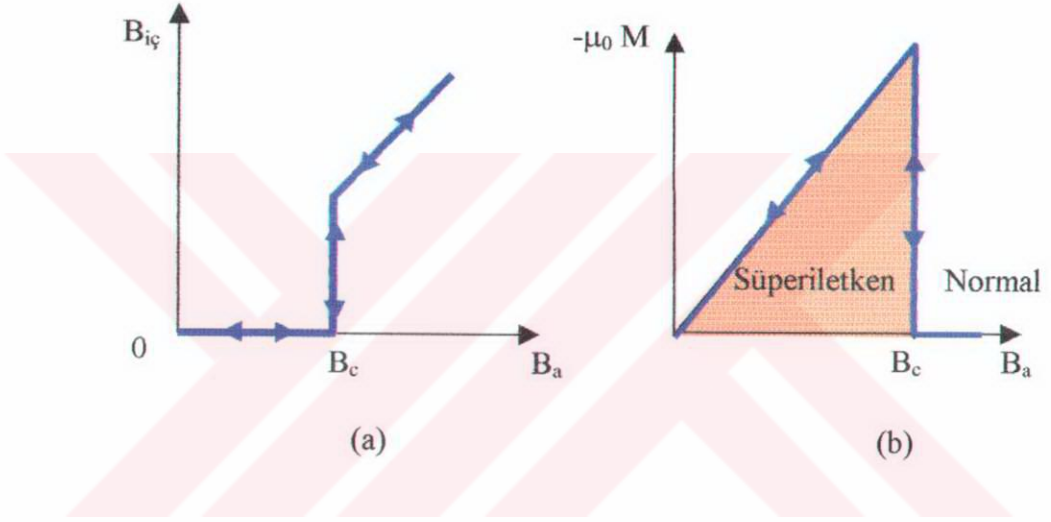
Birinci tip süperiletkenler, $H < H_c(T)$ durumunda, numune yüzeyindeki çok az bir geometri haricinde manyetik akıyı dışarı iterler. $H_c(T)$, numuneleri karakterize eden, her numune için farklı değerde olan ve aynı zamanda sıcaklığa da bağlı bulunan kritik manyetik alandır. Alanın numuneye girebileceği nüfuz derinliği(λ) bölgesindeki küçük manyetik akıyı ihmal edersek, ideal bir birinci tip süperiletkende herhangi bir manyetik akı numune içine giremez. Dolayısıyla;

$$\langle \mathbf{B} \rangle = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \langle \mathbf{M} \rangle = 0 \quad (5)$$

şeklinde verilen standart bağıntıyı kullanarak, magnetizasyon için ;

$$\langle \mathbf{M} \rangle = - \mathbf{H} = -\mathbf{B}/\mu_0 = \chi \mathbf{B} \quad (6)$$

bağıntısı yazılabilir. Bu bağıntıdaki -1 katsayısı, $M = \chi H$ formülü gereği I. tip süperiletkenlerde, magnetik alınganlığın $\chi = -1$ değerini aldığını gösterir ve mükemmel diamagnet olarak adlandırılır. Burada M mıknatıslanma, μ_0 boşluğun manyetik geçirgenlik katsayısı, \mathbf{H} uygulanan manyetik alan ve $\langle \mathbf{B} \rangle$ tüm numune üzerindeki ortalama magnetik akı yoğunluğudur. Bu olay ilk defa Meissner ve Ochsenfeld tarafından gözlenmiştir. Şekil 5, silindirik yapılu bir numunenin tersinir mıknatıslanma davranışını göstermektedir. Numune $H > H_c(T)$ durumundayken normal haldedir ve $\langle \mathbf{B} \rangle = \mu_0 \mathbf{H}$ bağıntısı geçerlidir.



Şekil 5. I. Tip bir süperiletkenin manyetik alana bağlı özellikleri (a) İç alanın uygulanan alanla değişimi, burada $B_{iç} < B_c$ için $B_{iç} = 0$ olur. (b) Mıknatıslanmanın uygulanan manyetik alana bağlılığı. $B > B_{iç}$ için $M = 0$ 'dır.

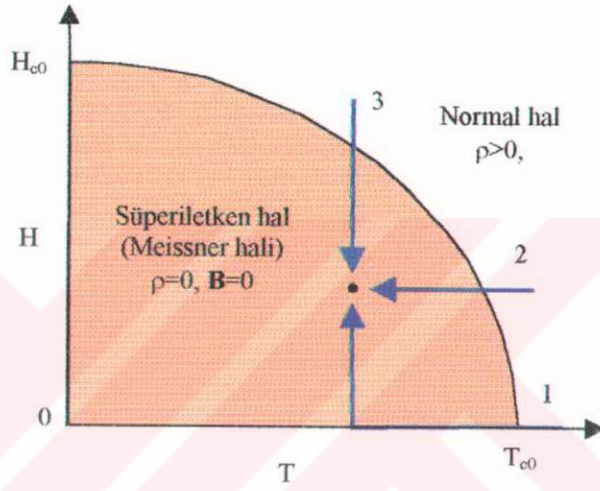
Süperiletkenleri normal hale geçirmek için gerekli olan kritik manyetik alan değerinin iyi bir yaklaşıklıkla sıcaklığa bağımlılığı

$$B_c = B_{c0} \left[1 - \left(\frac{T}{T_{c0}} \right)^2 \right] \quad (7)$$

şeklinde yazılır ve $\langle \mathbf{B} \rangle = \mu_0 \mathbf{H}$ ise;

$$H_c = H_{c0} \left[1 - \left(\frac{T}{T_{c0}} \right)^2 \right] \quad (8)$$

formülü elde edilir. Buradaki H_{c0} , $T=0$ 'daki kritik alandır; T_{c0} ise, $H=0$ 'daki kritik sıcaklıktır. Elde edilen benzer iki denklemin grafiği paraboliktir. Bu durumu gösteren grafik aşağıdaki biçimde çizilir.



Şekil 6. I. Tip süperiletkenler için H-T eğrisi

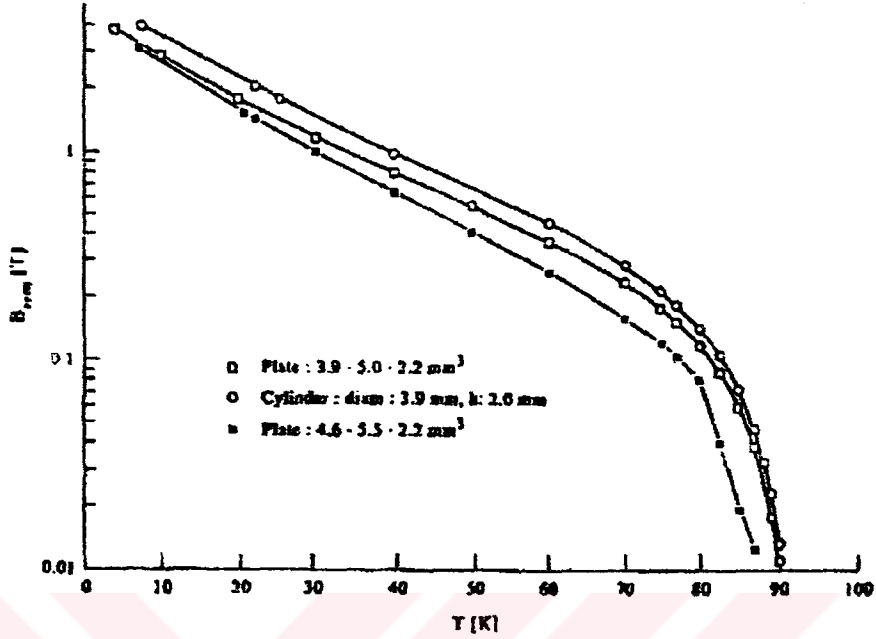
Birinci tip süperiletkenler için süperiletken bölgede H ve T ne olursa olsun $\langle \mathbf{B} \rangle = 0$ 'dır. Bir süperiletkeni normal halden süperiletken hale getirmenin üç değişik yolu vardır. Bu yollar şekil 6'da 1, 2 ve 3 numaraları ile işaretlenmiştir. 1 numaralı yol, alansız ortamda numune belirlenen $T < T_c$ sıcaklığına kadar soğutulur ve sonra alan değeri istenilen $H < H_c$ değerine getirilir. 2 numaralı yolda, oda sıcaklığında iken numuneye $H < H_c$ değerinde bir alan uygulanır ve sonra numune $T < T_c$ sıcaklığına soğutulur. 3 numaralı yolda ise numune önce çok yüksek bir alanda ve $T < T_c$ değerinde normal halde iken alanın değeri azaltılarak istenilen $H < H_c$ ve $T < T_c$ değerine getirilir. 2 ve 3 yolları için başlangıçtaki $\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H}$ değeri, numune normal halde olduğu için numune içine düzgün bir şekilde nüfuz eder. Normal halden süperiletken hale geçildiğinde ise magnetik akı $\Phi = \mathbf{B} \cdot \mathbf{A}$ tamamen dışarı atılır. A numunenin akı çizgilerine dik kesit alanıdır. Bu manyetik akının dışarı itilmesi Meissner olayıdır. Numuneye dışardan bir

alan uygulandığında, numune içerisinde, uygulanan alana eşit ve zıt yönde alan oluşturacak şekilde bir akım dolanır. Süperiletkenin yüzeyinde akan bu akımlara perdeleme akımları, süper akımlar veya “persistent current” denir. Normal-Süperiletken dönüşümünün meydana geldiği esnada, numune içinde süperiletken yüzeyi boyunca dolanan bir elektrik akımı herhangi bir voltaj olmaksızın oluşur ve numune içindeki alanı tamamen dışlayacak yönde bir manyetik alan üretir. Numunede bir kez akım oluşturulunca, numunenin süperiletken hali korunduğu müddetçe, bu akım, herhangi bir voltaj olmaksızın akmaya devam eder ve bu Ohm kanununun $R=0$ gerçeğinin bir sonucudur. Bu akım, H' 'ye zıt yönlü bir manyetik moment üretir ve birim hacim başına manyetik moment (manyetizasyon), $\langle M \rangle = -H'$ 'dir. Çünkü nüfuz derinliği dışındaki tüm bölgelerde $\langle B \rangle = 0$ 'dır.

1.3.1.1 Manyetik Alanla Süperiletkenliğin Yok Edilmesi

Kritik geçiş sıcaklığının (T_c) altındaki sıcaklıklarda, numunenin süperiletken durumdaki Gibbs serbest enerjisi, normal durumdakinden daha düşüktür. Bu durum, alanın numune içerisinden dışlanması gerektirir. Dolayısıyla, süperiletken duruma geçiş sırasında (yani “rasgele” elektron gazından Cooper çiftleri oluşturarak) kazanılan yoğunlaşma enerjisinden daha az bir manyetik enerji harcanması gerekir. Dış manyetik alanın artırılmasıyla, manyetik enerjinin harcanması, yoğunlaşma enerjisindeki kazancı aşacak ve bu durumda süperiletken kısmen (belli bir numune geometrisinde) veya tamamen normal hale dönecektir.

Birinci tip süperiletkenler için, dışarıdan uygulanan ve şiddeti kritik bir B_c değerinden daha büyük olan bir manyetik alan, süperiletkenliğin ortadan kalkmasına ve malzemenin normal hale dönmesine neden olur. Bu alan kritik termodinamik alan olarak adlandırılır ve B_c ile gösterilir. Şekil 7, farklı numune geometrileri için hesaplanan normal hal ile süperiletken hal arasındaki geçişin, manyetik alan ve sıcaklığa bağlı olarak değişimini göstermektedir (Gawalek, 2000). Bu alan sıcaklık ilişkisini gösteren grafik, genel anlamda tüm süperiletkenler için geçerlidir. Numuneden numuneye ve geometriden geometriye, y' 'nüz eğrinin altındaki alan değişmektedir.



Şekil 7. Farklı numune geometrileri için hesaplanan, sıcaklık manyetik alan değişimi (Gawalek, 2000).

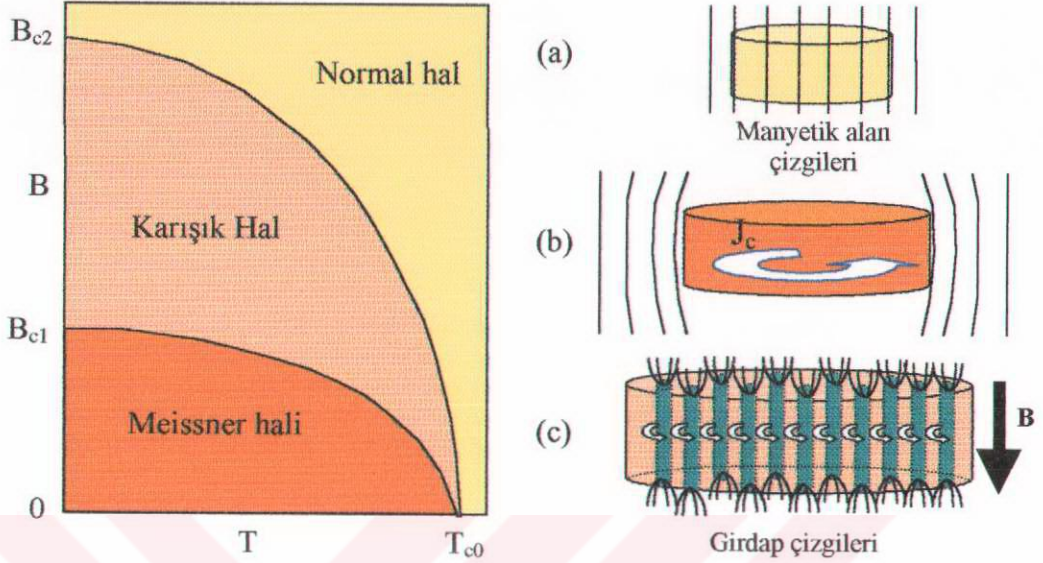
Süperiletken halden normal hale geçişe imkan sağlayan üçüncü etken, numuneden aşırı bir akım geçirmektir. Numuneden geçirilen bu yüksek akım, numunenin dış yüzeyinde B_c 'ye eşit veya daha büyük bir manyetik alan meydana getirir. Bu durum, numunenin süperiletken halde çekebileceği maksimum akımı sınırlar ve süperiletken malzemeler için bu özellik çok önemlidir.

1.3.2 II. Tip Süperiletkenler

1.3.2.1 İdeal Tersinir II. Tip Süperiletkenler

II. tip süperiletkenlerin varlığı 1950'li yıllarda anlaşıldı. Bu numunelere ait iki adet kritik manyetik alan değeri vardır: Alt kritik alan (B_{c1}) ve üst kritik alan (B_{c2}). Bu durum şekil 8'de görülmektedir. II. tip süperiletken numuneler, B_{c1} 'den düşük alanlarda

I. tip süperiletkenlere benzer özellik göstererek, manyetik alanı tamamen dışlar (Şekil 8 b) ve numune içinde $\langle B \rangle = 0$ 'dır (Meissner bölgesi).



Şekil 8. II. Tip süperiletkenlerde B - T eğrisi ve manyetik alanın şekillenimi (a) Normal hal, (b) Meissner hali, ve (c) Karışık(ara) hal.

Uygulanan manyetik alan, B_{c1}'in üstünde olduğu zaman, üst kritik alan değeri olan B_{c2} 'ye ulaşıncaya kadar, manyetik akı malzemeye kısmen nüfuz eder. Şekil 8 a'da görüldüğü gibi, malzeme B_{c2}'nin üstünde tamamen normal hale döner ve numune içerisindeki manyetizasyon sıfırdır. B_{c1} < B < B_{c2} aralığında süperiletken karışık hal veya vortex durumunda bulunur. Bu durumda numune içerisindeki manyetik akının ortalaması $\langle B \rangle \neq 0$ 'dır ve $\langle B \rangle \leq \mu_0 H$ olan bir denge değerine sahiptir. Girdaplı halde madde sıfır dirence sahip olabilir ve akı kısmen nüfuz edebilir. Bu aralıktaki uygulanan tüm manyetik alanlarda akı, numuneye Şekil 8 c'de görüldüğü gibi, girdap (vortex) olarak adlandırılan küçük mikroskobik flamanlar şeklinde kısmen nüfuz eder. Uygulanan alanın şiddeti artırıldığında, flaman sayıları artar. İdeal tersinir II. Tip süperiletkenlerde, akı çizgileri yoğunluğu, numunenin kesiti üzerinde düzgün bir dağılıma sahiptir. Bilinen süperiletken malzemeler için girdapların çapı yaklaşık 100 nm civarındadır. Girdaplar normal bölgelerden ibarettir ve numune içerisinde buralarda

manyetik alan değeri büyüktür. Bu girdaplar, içlerinde alanın devamlılığını sağlayan, üzerlerinde süperakımların aktığı süperiletken bölgelerle çevrilidir. Her bir girdabın sahip olduğu manyetik akı kuantumu;

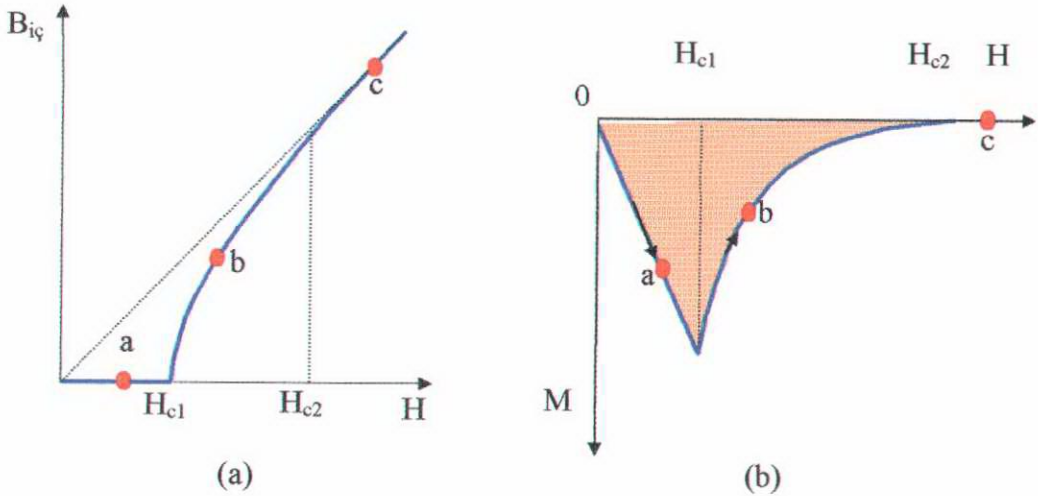
$$\phi_0 = h/2e = 2.067 \times 10^{-15} \text{ Weber} \quad (9)$$

kadardır. Burada h Plank sabiti ve e elektronun yüküdür. Metrekare(m^2) başına girdap sayısı(n) manyetik indüksiyon(ϕ_0) ile;

$$B = n\phi_0 \quad (10)$$

şeklinde doğrudan bağımlıdır.

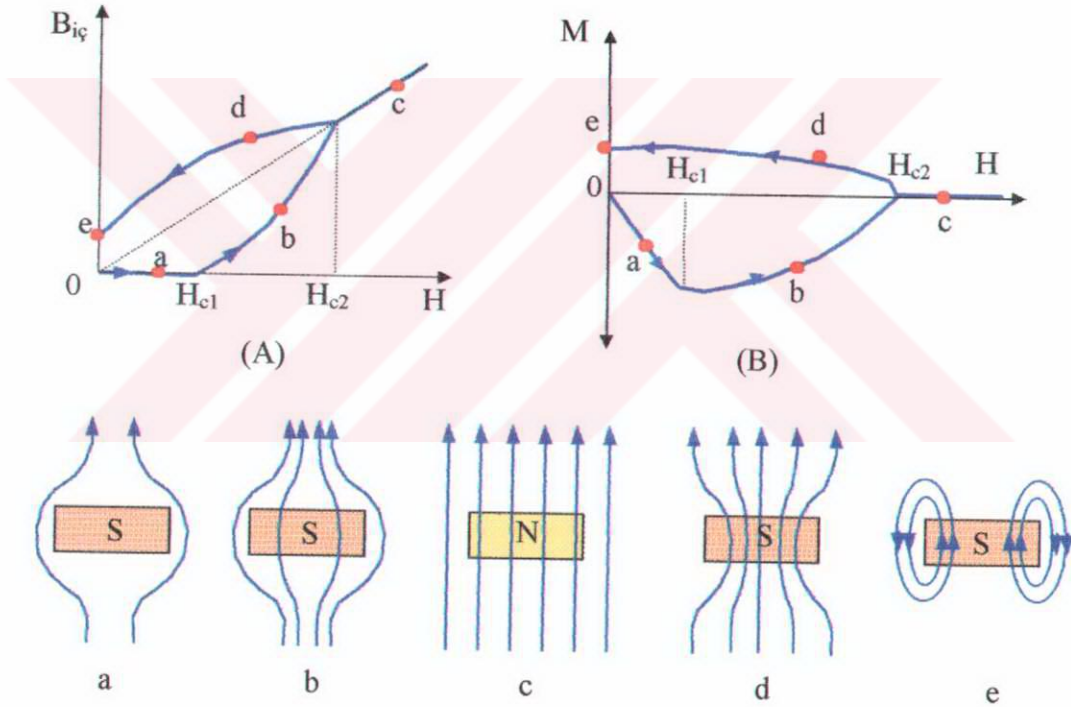
Kısmi bir akının süperiletken malzemeye girmesiyle, malzeme normal hale dönmeksizin, uygulanan güçlü manyetik alanlara karşı dayanabilir. Bu karışık halde süperiletkenlik, üst kritik alan değerine kadar devam eder. B_{c2} 'nin değeri, yüksek geçiş sıcaklığına sahip oksit süperiletkenler için yaklaşık olarak 150 teslaya kadar ulaşmaktadır. B_{c2} 'den daha yüksek alanlarda, süperiletken normal hale gelir.



Şekil 9. İdeal II. Tip süperiletkenlerde iç alanın ve mıknatıslanmanın dış alana bağlı olarak değişimi. Çizilen iç alan profilleri, şekil 8 a, b, c'de görülmektedir.

1.3.2.2 Tersinmez II. Tip Süperiletkenler

İdeal bir süperiletkende akı girdapları, herhangi bir engelle karşılaşmadan, süperiletken içinde hareket edebilirler. Süperiletken, bir manyetik alanda en kararlı durumuna her zaman erişebilir. Mıknatıslanma eğrisi tersinir olup, her dış alan değeri, birebir olarak bir $B_{iç}$ alanını verir. Ancak, ideal olmayan II. Tip tersinmez süperiletkenlerde, iç alandan sorumlu girdap veya girdap demetlerinin hareketi engellenmişse, yani bunlar bir konuma çivilenmişse, farklı bir durum ortaya çıkar. Bu yeni durumda, H_{c1} 'in üzerinde ve artan alanlarda, akı, süperiletkene serbest olarak nüfuz edemez.



Şekil 10. Girdap hareketi engellenmiş, tersinmez, II. Tip süperiletken için iç alan(A) ve mıknatıslanmanın(B), artan ve azalan dış alana bağlı olarak değişimi. Çizilen iç manyetik alan profilleri a, b, c, d ve e noktalarına karşılık gelmektedir.

Sonuç olarak; iç alanı ideal termodinamik haldeki alandan daha küçük yapacak perdeleme akımları ortaya çıkar. İç alanın ve mıknatıslanmanın H_{c1} 'deki değişimi çok keskin değildir. Hareket serbestisini engelleyen kuvvet, kuvantumlanmış akı girdaplarını

etkileyen perdeleme akımlarının doğuracağı Lorentz kuvveti tarafından bastırılıncaya kadar alanın süperiletkene nüfuz etmesi mümkün olmaz. Şekil 10, artan alanlar için elde edilen negatif mıknatıslanma eğrisini vermektedir. Hareketi engelleyici kuvvet ne kadar büyük olursa, akının nüfuz etmesi de o kadar güç olur. Süperiletken halden normal hale geçişin meydana geldiği H_{c2} üst kritik alan aynı kalır. Eğer alan H_{c2} 'den başlanarak azaltılacak olursa, zıt bir durum ortaya çıkar. H_{c2} 'de süperiletken içinde bulunan akı serbestçe dışarı çıkamaz ve neticede iç alan dış alandan daha büyük olur ve bu pozitif mıknatıslanmayı doğurur. Dış alan sıfıra düşürülse bile pozitif mıknatıslanma sürer.

1.3.3 II. Tip Süperiletkenlerde Kritik Akımlar

Numune yüzeyindeki B_{c2} alanını, kritik akımların oluşturduğu düşünülebilir. Gerçekte ise kritik akımlar, B_{c1} 'in üstündeki alanlarda, numunede girdapların oluşması şeklinde gözlenir. Akım, girdapların yerini değiştirir ve bu durum, arzu edilmeyen bir enerji kaybına neden olur. Girdabın hareketi sonucu;

$$E = d\phi/dt \quad (11)$$

şeklinde bir elektrik alan meydana gelir.

Bu alanın varlığında akım, $E \cdot J$ kadar enerji kaybeder. Bu enerji, direncin kaybettiği enerji kaybına eşdeğerdir. Teorik olarak, ikinci tip süperiletkenlerin kritik akımları zayıftır. B_{c1} 'in küçük değerleri için akım yoğunluğu zayıf olur, bu değer B_{c2} ile kıyaslandığında B_{c2} alanlarında kritik akım yoğunluğu daha büyük olmaktadır. B_{c1} 'in üzerinde bir akım değeri, kayıp olmaksızın, girdapların hareketinin engellenmesiyle ve kritik akımın, B_{c1} tarafından sınırlandırılmamış olmasıyla geçirilebilir. Bu iş, bir girdap sabitleştirilmesi (vortex pinning) veya akı sabitleştirilmesi (flux pinning) şeklinde başarılır.

Basit olarak, girdapların sabitleştirilmesi, büyük enerji harcanmadığı durumlarda, girdabın terk edemeyeceği normal bölgeler oluşturularak gerçekleştirilir. Örneğin, II. tip süperiletkenlerde, süperiletken içinde gömülü, normal halde çökelti vardır. Girdap, numune içindeki süperiletkenliği yok etmek için enerji harcamayacak şekilde böyle

normal bölgelere tutunacaktır. Normal bölgelerin tipik büyüklüğü, girdap içinde normal durumdaki tüpün çapı olan ξ koherens uzunluğu kadardır. Koherens uzunluğu mertebesinde homojen normal bölgelere sahip malzemelerde, çok yüksek akımlara ulaşılabilir. Koherens uzunluğunun çok kısa olduğu ($\xi \sim 10 \text{Å}$) yüksek T_c 'li oksit süperiletkenlerde, girdap sabitleştirme konumlarının nasıl kontrol edilebileceği açık değildir.

Uygulamada, yüksek T_c 'li oksit süperiletkenler II. Tip süperiletkenlerdir. Bunun nedeni, girdapların meydana getirilmesi, manyetik enerjinin iyonlaşma enerjisinden daha küçük olmasını temin etmesidir. Böylece, karışık süperiletken durumun tüm serbest enerjisi, yüksek magnetik alanlarda, normal halden daha elverişli (termodinamik) olarak kalmaktadır. Süperakım, karışık halde, girdaplar arasındaki süperiletken bölgeler içinden akmaktadır. Kritik akımları düşük olan I. tip süperiletkenlerin aksine, pek çok II. tip süperiletkenin kritik akım yoğunluğu (J_c), pratik uygulamalara imkan verecek ölçüde, yeteri kadar yüksek olabilir.

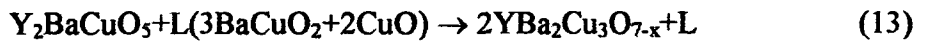
2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1 YBa₂Cu₃O_{7-x} Süperiletken Sisteminin Genel Özellikleri

Buraya kadar genel olarak süperiletkenlik hakkında bilgi vermeye çalıştık. Yapılan çalışmada YBa₂Cu₃O_{7-x} yüksek sıcaklık süperiletkeni kullanıldığı için, bu numunenin literatürde bilinen özelliklerinden bahsetmekte fayda görüldü.

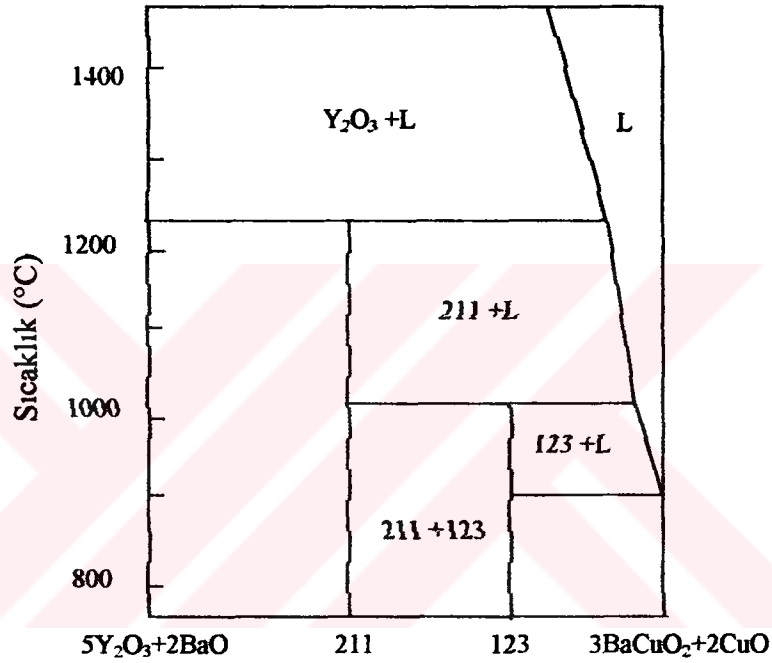
2.1.1 YBa₂Cu₃O_{7-x} Bileşiğinin Faz Diyagramı

YBCO sistemini elde etmek için literatürde pek çok üretim tekniği kullanılmıştır. Bu sisteminde iki çeşit peritektik reaksiyonun varlığı bulundu. Uygun miktarlarda tartılan Y₂O₃, BaCO₃ ve CuO tozları, bir süre karıştırılıp, 1200°C 'nin üstündeki yüksek sıcaklıklara çıkarıldığında Y₂O₃+L bölgesi elde edilir. Burada L, sıvı faz (BaO+CuO) olarak bilinmektedir. Soğuma esnasında bu iki faz peritektik olarak Y₂BaCuO₅ (211) bileşiğini oluşturmak için iki kez reaksiyona girer.



Eğer bu sıcaklık civarında, kristal büyüme işlemi sürerken numunenin yeteri kadar yavaş soğuması sağlanırsa, Y211 fazının sıvı faz ile daha çok reaksiyona girmesi sağlanmış olur. Aksi takdirde, kristal yapı oluşurken büyük çapta ve çok miktarda Y211 bakımından zengin olan bölgeler elde edilir. YBa₂Cu₃O_{7-x} süperiletkeninin oluşumundan sonra bir miktar Y211 fazı arta kalır ve arta kalan bu fazın süperiletken içine homojen olarak dağıtılması gerekmektedir. En son yapının homojen olması için öncelikle Y211 dağılımının yapı içerisinde homojen dağılmış olması gerekir. Y211, sıvı faz içerisine küçük çaplarda homojen dağıtılsa süperiletken fazın büyüme oranı artacaktır. Fakat Y211+L bölgesinde Y211'in büyüklüğünün kontrolü imkansızdır (Murakami 1990; Murakami 1991).

Bunun için, başlangıç noktası olarak Y_2O_3+L bölgesi kullanılır. Y211'in kontrolü Y_2O_3 bölgesinin kontrolü ile yapılabilir. Çünkü Y211'ler Y_2O_3 'den oluşmaktadır. Sonuç olarak, Y_2O_3 katı parçacıkları, başlangıçta sıvı faz içerisine homojen olarak dağıtılsa, Y211 fazı da Y123 fazı içerisinde homojen olarak dağılmış olur. Bunu elde etmek için, Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme (QMG) yöntemi çok yaygın kullanılmaktadır. Şekil 11'de, Y123 numunesinin, Y_2BaCuO_5 - $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ çizgisi boyunca ikili faz diyagramı görülmektedir (Murakami, 1990).

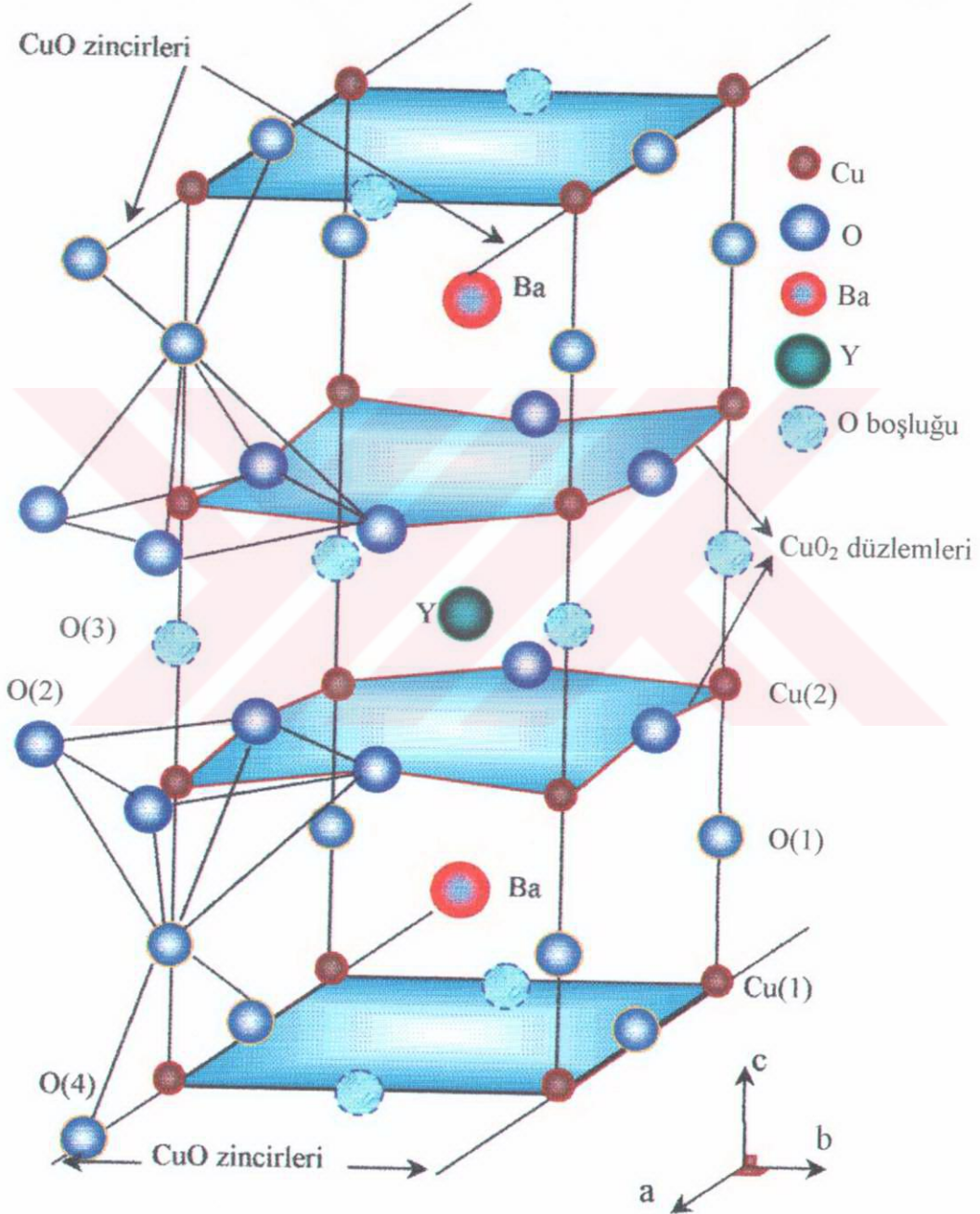


Şekil 11. Y_2BaCuO_5 - $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ çizgisi boyunca YBCO sisteminin taslak halinde faz diyagramı (Murakami, 1990).

Y123 numunesi eritilip hızlı soğutulduktan sonra, kristal büyütme işlemine tabi tutulmadan önce, Eritme - Toz - Eritme - Büyütme (MPMG) yöntemindeki gibi önce toz hale getirilmelidir. Burada amaç, yapısal olarak homojenliği artırmaktır. Çünkü hızlı soğutulmuş olan plakalar, homojen bir karışıma sahip değildir. Y_2O_3 parçacıkları büyüktür. Son yapıda Y211'in homojen ve küçük boyutta dağıtılması için, bu plakalar iyice öğütülmelidir. Bu yöntemin Hızlı Soğutma - Eritme - Büyütme (QMG) yönteminden farkı, homojen karışım elde etmek için, öğütme işleminin yapılmasıdır (Murakami1991; Murakami 1992).

2.1.2 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Bileşiğinin Kristal Yapısı

Bilindiği gibi süperiletken $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ oksit(seramik) bileşiği Y, Ba ve Cu metallere sahip perovskite yapıya sahiptir. Ortorombik yapıya sahip $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerinin kristal yapısı şekil 12'de gösterildi (Rothman, 1989).



Şekil 12. Ortorhombik yapıdaki $YBa_2Cu_3O_7$ 'nin birim hücresi (Rothman and Roubort, 1989).

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerinin kristal yapısı, oksijen konsantrasyonuna önemli bir biçimde bağlıdır. Formülde gösterilen “x” sembolü oksijen eksikliğini ifade etmektedir. Bu değer $x=1$ ($YBa_2Cu_3O_6$) ve $x=0$ ($YBa_2Cu_3O_7$) arasında değiştiği takdirde, süperiletkenin kristal yapısı tetragonal yapıdan ortorombik yapıya döner. Eğer $0 < x < 0,5$ ise bileşiğimiz ortorombik yapıda ve süperiletkendir, $0,5 < x < 1$ arasında ise tetragonal yapıda ve yarıiletken özellik göstermektedir (Yvon, 1988). Y123 süperiletken fazı, çevredeki gaz cinsine (hava, oksijen vs.) ve oksijen basıncının değerine bağlı olarak 600°C 'den 750°C 'ye kadar ısıtma işlemi boyunca ortorombik-tetragonal faz geçişi gösterir (Specht, 1988). $YBa_2Cu_3O_7$ bileşiğinin kristal yapısı şekil 12'deki gibidir (Dew-Hughes, 1988). Y123 sisteminde süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, oksijen miktarına oldukça bağlıdır. Oksijen miktarındaki değişim, numunenin hazırlanması sırasındaki ısıtma ve soğutma şartlarına bağlıdır. Oksijen miktarı arttıkça, numunenin kristal örgüsünde oksijence eksik bölgeler azaldığı için, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı da artar. Sistemde bulunan Cu-O düzlemlerinin süperiletkenlikten sorumlu olduğu söylenebilir.

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ortorombik birim hücresi c-ekseni boyunca Y, Cu(2), BaO, Cu(1), BaO ve Cu(2) düzlemlerinden oluşan bir paket gibidir. Temel yapıda üç kübik yapı vardır. Bunlardan ikisinin merkezinde Ba atomu, diğerinde ise Y atomu yer alır. Bu küplerin her köşesinde Cu atomları, kenar ortalarında ise oksijen atomları yer almaktadır. Yttriyumun en yakın sekiz oksijen komşusu, baryumun ise en yakın on oksijen komşusu vardır. Ayrıca, iki tane perovskite yapıya sahip bakır (Cu) düzlemleri vardır. Oksijen boşluğu ise Y düzleminde dört tane, Cu(1) düzlemlerinde ikişer tane olmak üzere toplam sekiz tanedir.

2.1.3 $YBa_2Cu_3O_7$ Süperiletkenlerin Yapısal Özellikleri

Oksijenin miktarına bağlı olarak YBCO'nun yapısı, hem ortorombik hem de tetragonal olabilir. Kikuchi ve arkadaşları x-ışını kırınım analizinden, $YBa_2Cu_3O_7$ numunesinin ortorombik faza sahip olduğunu gördüler (Şekil 13 a). Ortorombik birim hücrenin boyutlarını yaklaşık $a=3,818 \text{ \AA}$, $b=3,889 \text{ \AA}$ ve $c=11,668 \text{ \AA}$ olarak tayin ettiler. Tetragonal fazını ise, (şekil 13 b) sinterlenmiş numuneyi 930°C 'den oda sıcaklığına ani soğutarak (quench) elde ettiler. Tetragonal birim hücrenin boyutlarını yaklaşık $a=3,859 \text{ \AA}$ ve $c=11,771 \text{ \AA}$ olarak hesapladılar (Kikuchi, 1987).



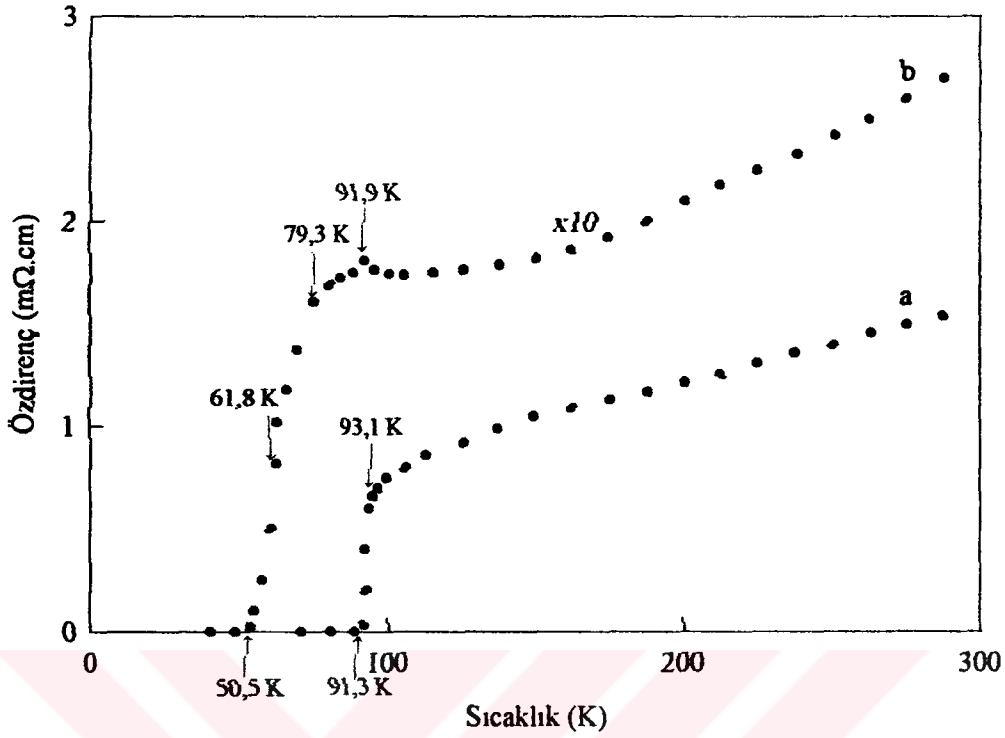
Şekil 13. (a) Ortorhombik $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.74}$ ve (b) Tetragonal $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.05}$ fazlarının x-ışınları kırınım deseni (Kikuchi, 1987).

Ortorhombik ve tetragonal fazlı YBCO numunelerinde elektriksel özdirenç, T_c geçiş sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda, sıcaklığın yavaş düşürülmesiyle birlikte, lineer olarak azalmaktadır ve tetragonal fazdaki numunenin özdirenci, ortorombik fazdaki numunenin özdirencinden daha fazladır. Geçiş sıcaklığı aralığında ise tetragonal fazlı numune, oldukça geniş bir aralıkta geçiş gösterirken, ortorombik fazlı numune daha keskin bir geçiş göstermiştir. Geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda, özdirencin her iki yapı için de $1 \text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 'den daha az bir değere sahip olduğu bulunmuştur. Ortorhombik fazlı numunede sıfır direnç, keskin bir süperiletken geçişin ardından $91,3 \text{ K}$ 'de gözlenmiştir (Şekil 14). Tetragonal fazlı numunede ise $91,9 \text{ K}$ 'de başlayan ve $50,5 \text{ K}$ 'e kadar uzanan aralıkta geçiş gözlenmiştir (Kikuchi, 1987).

Yüksek saflıktaki Y_2O_3 , BaCO_3 ve CuO tozlarından hazırlanan numuneler sinterleme işlemine tabi tutulmalıdır. İlk olarak tozlar iyice karıştırıldıktan sonra $850\text{-}950^\circ\text{C}$ arasında 1 ile 24 saat aralığında herhangi bir süre için kalsine edilmeli ve ardından öğütülmelidir. Toz kalitesini artırmak ve daha homojen bir karışım elde etmek için bu kalsinasyon ve öğütme işlemi, ikiden fazla tekrarlanabilir. Sadece bir kez kalsine edilmiş numune büyük Y_2O_3 parçacıkların dağılımına sahiptir ve tam homojen değildir. Bu homojensizlik, kalsinasyon işleminin tekrarlanmasıyla giderilebilir (Murakami, 1992).

YBaCuO 'nun yoğunluğu, sinterleme sıcaklığının artırılmasıyla yükseltilebilir. Ancak sıcaklığının artırılması sıvı fazın oluşumunu artırır. Bu sıvı faz, yüksek sıcaklıklarda tane sınırları boyunca yerleşeceğinden dolayı taneler arası etkileşimi azaltır ve kritik akım yoğunluğu değerini düşürür (Murakami, 1992).

Y_2O_3 fazı numune içine, küçük boyutlarda ince tozlar halinde düzgün dağılmış olarak elde edilirse, hacimce yoğunlaştırma mümkün hale gelir. Pek çok çalışmada numunelerin yüksek basınç altında preslenmesinden sonra, 925°C 'nin altında sinterlenmesiyle, sıvı fazın tane aralarına çok fazla girmedeği oldukça yoğun numuneler üretilir. Ancak, yapılan bu çalışmalara rağmen numunelerin sahip olduğu kritik akım yoğunluğu değerleri yine de düşüktür. Bunun kısmi sebebi, tane sınırları boyunca oksijen girişinden dolayı oluşan mikroçatlakların varlığıdır (Murakami, 1992).



Şekil 14. (a) Ortorhombik $YBa_2Cu_3O_{6.74}$ ve (b) tetragonal $YBa_2Cu_3O_{6.05}$ fazların özdirencinin sıcaklıkla değişimi (Kikuchi, 1987).

Tamamen oksijenlenmiş hacimce yoğun numuneler elde etmek de zordur. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 'nin kritik sıcaklığı oksijen miktarına bağlıdır. Oksijen eksikliğinin artmasıyla geçiş sıcaklığı düşer (Kishio, 1987). Eritme yöntemiyle hazırlanan yoğun $YBaCuO$ 'ya oksijen girişi düşüktür ve bundan dolayı iç bölgeler, daha az oksijen miktarına sahip olabilir. Bu da kritik akım yoğunluğu değerini düşürmektedir (Tu, 1989).

2.2 Süperiletken Üretim Teknikleri

Günümüzde bilim adamları, laboratuvar şartlarında, pek çok elementi değişik kompozisyonlarda ve sıcaklık programlarında kullanarak süperiletken üretmektedir. Bu üretim teknikleri aşağıdaki gibi sıralanabilir.

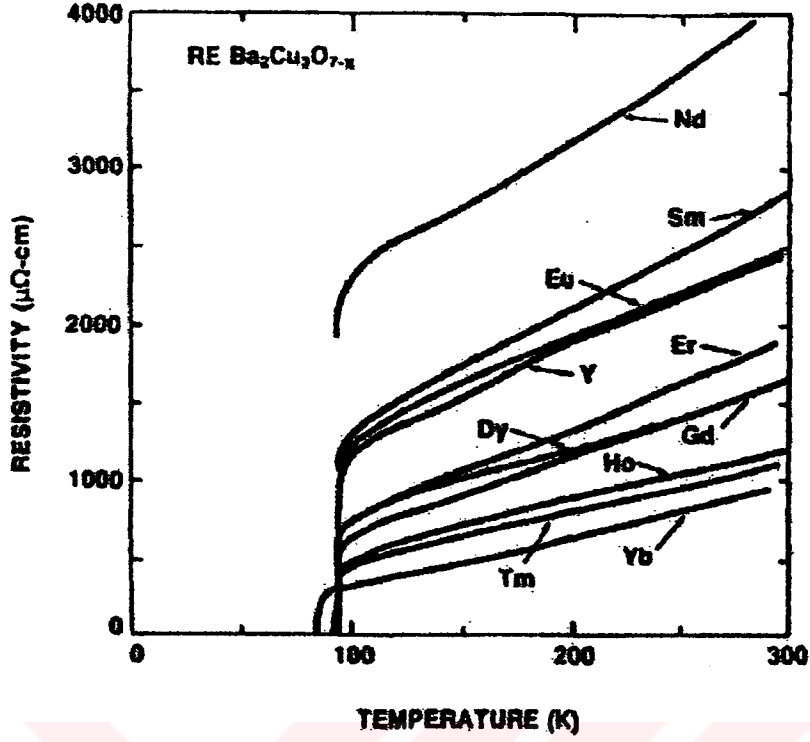
- a) Katıhal tepkime metodu (Solid State Reaction Method)
- b) Eritme Yöntemi (Melt Process)
- c) Eritme-Büyütme Yöntemi (Melt-Texture Growth)
- d) Hızlı Eritme-Büyütme Yöntemi (Quench Melt-Growth)
- e) Eritme-Toz-Eritme-Büyütme Yöntemi (Melt-Powder-Melt-Growth)
- f) Hareketli-Bölge Yöntemi (Floating-Zone)
- g) Eritme-Döküm Yöntemi (Melt-Cast-Process)
- h) İnce ve Kalın Film Yöntemleri (Thin and Thick Film)

Bu üretim tekniklerinin yanı sıra numuneler, fiziksel görünüşleri bakımından bant, ince veya kalın film, disk, tel veya çubuk, silindirik ve bulk olmak üzere değişik geometrilere üretilmektedir. Bundaki amaç istenen pratik uygulamalara cevap verebilmektir.

2.3 YBCO Süperiletkeninde Katkı İşlemleri

Pek çok bilim adamı, elde edilen değişik süperiletken numunelerde, geçiş sıcaklığını artırmayı, kırılmalara ve darbelere dayanıklı, birbirleri ile sıkı temas halinde bağlı olan ve uygulamada değişik ihtiyaçlara cevap verebilen numuneler üretmeyi amaçlamıştır. Bu amaçlar ışığı altında, pek çok süperiletken sisteme, değişik metotlarla katkı yapmışlardır. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 'un fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi için de birçok katkı maddesi kullanılmıştır. Yapılan bu katkı işlemlerinde katkı atomlarının çapları, diğer bileşenlerle reaksiyona girip girmedikleri, erime ve kaynama sıcaklıklarının yüksek veya düşük olmaları dikkate alınmaktadır. Çünkü katkı yapılan atom ya örgüye girer ya örgüdeki atomlar arasına yerleşir veya örgüdeki atom boşluklarından birinin yerine yerleşir ya da yüksek sıcaklıklarda uçup gider. Dolayısıyla, örgü parametreleri ve kristal büyümeleri gibi yapısal ve fiziksel özelliklerin değişmesine sebep olur. Bu katkı maddeleri numunelere adding, doping veya difüzyon şeklinde katılmaktadır.

Adding, oluşmuş süperiletken yapıya belli miktarda katkı maddesinin eklenmesi, *doping*, süperiletken bileşik hazırlanırken elementlerden birinin miktarı azaltılıp, yerine katkı malzemesi konulması ve *difüzyon* ise katı, sıvı veya gaz parçacıklarının madde içinde ısı işlem yardımıyla hareket etmesidir.



Şekil 15. YBCO bileşiğinde yttriyumun, nadir toprak elementleri ile yer değiştirmesiyle hazırlanan numunelerin direnç ve geçiş sıcaklıklarının sıcaklığa bağlı değişimi (Chemistry of Superconductor Materials)

YBCO sisteminde yttriyumun nadir toprak elementleri ile yer değiştirilmesi ile elde edilen geçiş sıcaklık eğrileri şekil 15'de görülmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi, elementlerin yer değiştirilmesi, geçiş sıcaklığı ve öz direnç üzerinde çok fazla bir değişime sebep olmamıştır.

2.4 Eritme Yöntemleri

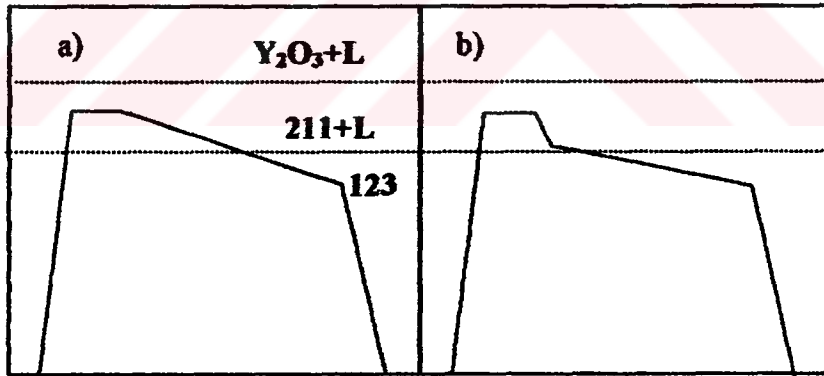
2.4.1 Eritme-Yönlendirme-Büyütme (Melt-Textured-Growth (MTG))

Süperiletken numunelerde düşük J_c ve T_c 'ye sebep olan zayıf bağlantıyı azaltmak için, Jin ve arkadaşları MTG yöntemini kullandılar (Murakami, 1992). Bu yöntemde sinterlenmiş Y123 numunesini erittiler ve ısı gradyent altında yavaş adımlarla soğuttular. MTG yönteminde süperiletken tanelerin a-b düzlemi boyunca büyümesi tercih edilir. MTG yöntemiyle hazırlanan numunenin J_c değerini 77 K 'de ve sıfır alanda 10^4 A/cm² olarak ölçtüler. Buna rağmen akı sabitleştirme

merkezlerinin eksikliğinden dolayı J_c değeri manyetik alan altında da düşüktür. Manyetik alanda J_c değerini büyütmek için, etkin pinnig merkezlerinin sayısının çoğaltılması gereklidir ve bu, dikkatli bir mikroyapı kontrolünü gerektirir. II. Tip tersinmez süperiletkenlerde pinning merkezlerinin varlığı, akı çizgilerinin bu bölgelere tutunmasına sebep olur ve numune içerisinde manyetik alanın tuzaklanmasıyla sonuçlanır.

2.4.2 Geliştirilmiş Eritme-Yönlendirme-Büyütme(MTG)

MTG yönteminde, yüksek derecede yönlendirilmiş numune elde etmek için numune peritektik sıcaklığa yavaşça soğutulur. Buna rağmen bir çok durumda süperiletken fazın bağlantıları çok zayıftır. Y123 fazının tane büyümesi için hem Y211 hem de sıvı fazın olması gerekir. Bu nedenle Y211'in dağılımı düzenli olmadığında yani Y211 yoğunluğunun az olduğu bölgelerde reaksiyon sürekli olmaz. Şekil 16'daki gibi, numuneyi Y211+L bölgesine yavaşça soğutursak, süperiletken fazın zayıf bağlarının sebebi olan Y211 taneleri büyür ve düzensiz olarak dağılır.



Şekil 16. a) MTG ve b) Geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimi (Murakami, 1992).

Y211'in büyüklüğünden sakınmak için, birçok grup, geliştirilmiş MTG yöntemini kullanmışlardır. Y211'in büyüklüğünü, ısıtma sıcaklığını peritektik sıcaklığın üzerine indirerek azaltılabilir. Buna rağmen, bu teknik kullanıldığında ara sıra gözenekler oluştu görülmüştür (Murakami, 1992).

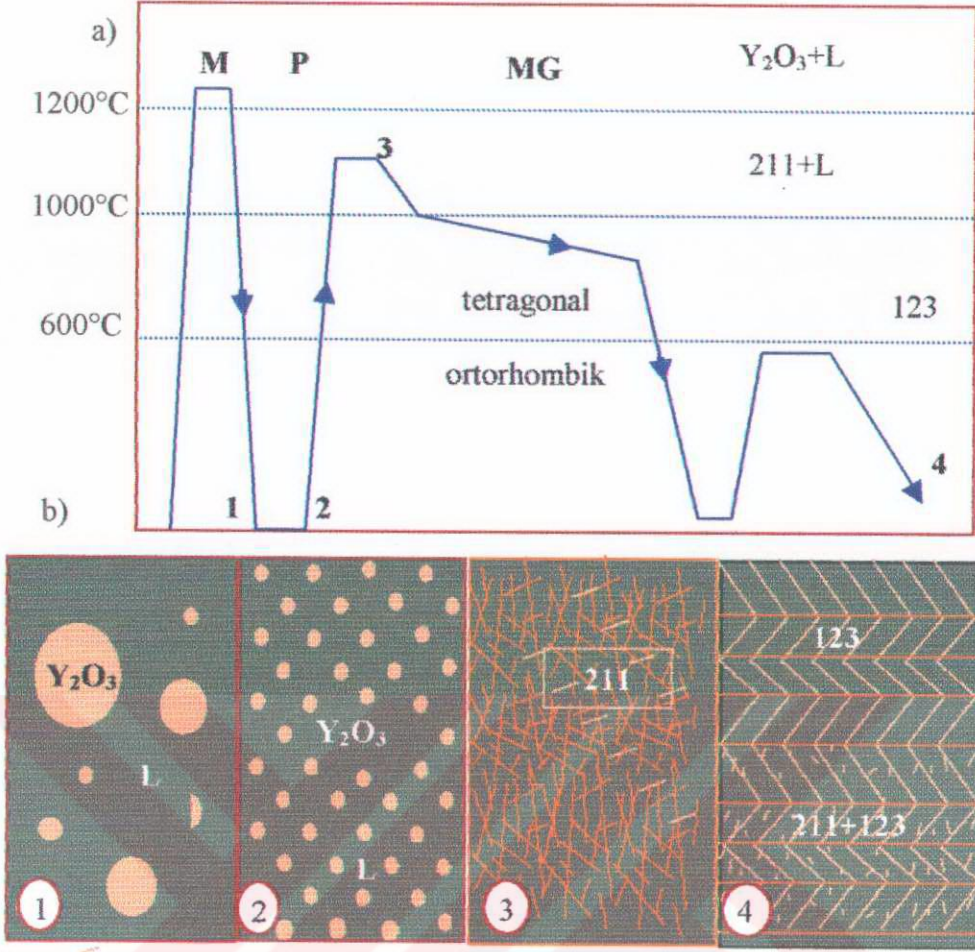
Eğer numune, yüksek sıcaklıklarda uzun süre eritilir, sonra hızla peritektik sıcaklığın az üzerine soğutulur, daha sonra da yavaş soğuma yapılırsa, gözeneklerin sayısı azaltılabilir Y211'in Y123 içerisine küçük parçacıklar halinde dağıtılması sağlanabilir. Böyle bir değişiklikte süperiletken tanelerin birbirleri ile bağları geliştirilebilir ve Y123 fazı içinde yayılmış Y211 bölgelerinin büyüklüğü 1-5 mikron mertebesine azaltılabilir. MTG ve geliştirilmiş MTG yöntemlerinin şematik gösterimini şekil 16'da verilmiştir.

2.4.3 Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme[Quench-Melt-Growth (QMG)]

Eritme yönteminin en önemli noktası, peritektik sıcaklığın üzerinde, mikro yapının kontrolüdür. Bu sıcaklıkta, sıvı fazın içerisinde, küçük Y211 parçacıklarının bulunması arzu edilir. Y211+L bölgesine ulaşmak için, MTG yönteminde olduğu gibi Y123 'ün ayrışması ve Y_2O_3 reaksiyonu olmak üzere iki yol vardır. Şekil 17, QMG yönteminin şematik gösterimidir. Bu yöntemde, önce sinterlenmiş numune veya kalsine edilmiş tozlar Y_2O_3 +L bölgesine kadar ısıtılır ve soğuk bir bakır plaka kullanılarak hızla soğutulur. Folkerst ve arkadaşları, bu sıcaklıkta numunede Y_2O_3 parçacıklarının ve katılmış sıvı fazların (baryum bakır oksit ve amorf fazlar) oluştuğunu rapor ettiler (Murakami, 1992).

Hızlı soğutulmuş numune daha sonra Y211+L bölgesine tekrar ısıtılır. Burada Y_2O_3 , Y211 fazını oluşturmak için sıvı fazla reaksiyona girer. Y211 fazı Y_2O_3 'den oluştuğu için, Y_2O_3 dağılımının kontrol edilmesi Y211 fazının iyi dağılımını sağlar. Bu sıcaklıkta, numune uzun süre tutulmamalıdır. Aksi takdirde, Y211 fazı büyük taneler halinde yapı içine dağılır. Fakat, çok kısa tutulursa da bu kez son yapıda gözenekler meydana gelebilir. Bunun için numune uygun bir süre bekletildikten sonra soğutulmalıdır(Murkami, 1992).

MTG yönteminde olduğu gibi bu yöntemde sonradan geliştirilmiştir. Geliştirilmiş QMG yönteminde, numune Y211+L bölgesinde bir miktar tutulduktan sonra, peritektik sıcaklığın hemen üstüne hızlı soğutulur ve sonra kristal büyüme gerçekleşmesi için yavaş soğutulur



Şekil 17. a) MPMG (QMG) yönteminin şematik gösterimi, b) 1, 2, 3 ve 4 durumlarında numunelerin mikroyapı ilişkisinin şematik gösterimi (Murakami, 1992).

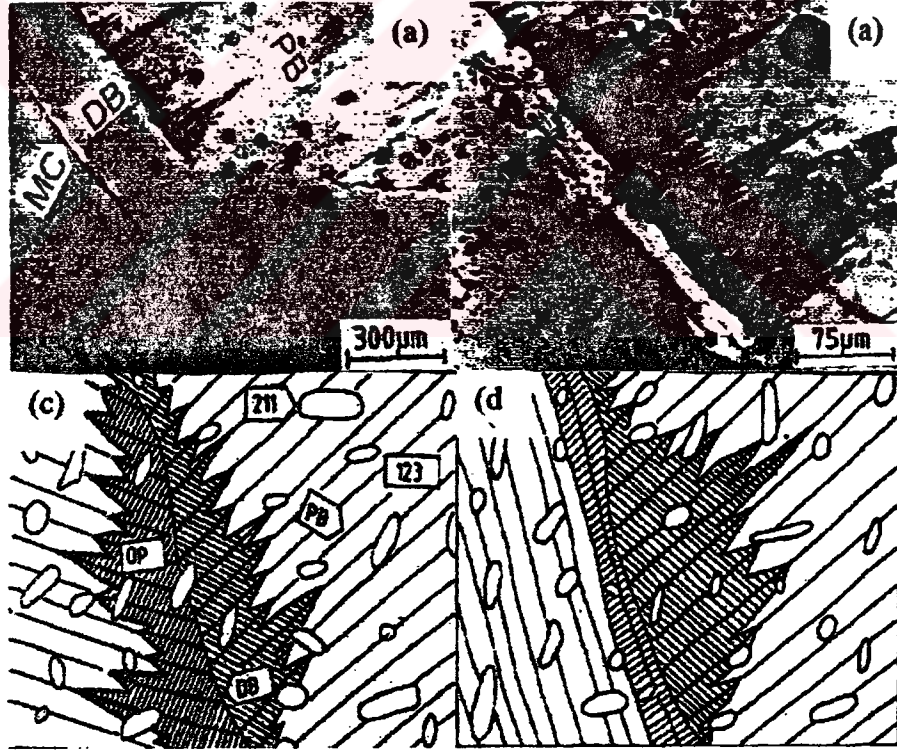
MPMG Yönteminde, QMG yönteminden farklı olarak, hızlı soğutma işleminden sonra numuneler ince toz haline getirilip iyice karıştırılır. Bu sayede Y_2O_3 , karışım içine düzenli bir şekilde dağıtılır. Tozlar istenilen şekle getirilerek 211+L sıcaklığına ısıtılır. QMG yönteminde olduğu gibi, bu sıcaklıkta bir müddet tutulur ve hızlıca peritektik sıcaklığın üstüne soğutulur. Daha sonra ise yavaş soğutulur. MPMG yöntemiyle hazırlanan numunede Y211 parçacıkları J_c ile ilgilidir ve süperiletken olmayan fazlar pinning merkezleri olarak görev yapmaktadırlar. (Murakami, 1991; Murakami, 1992).

2.5 YBCO Bulk Numunelerde Optik Analiz Çalışmaları

Sudhakar ve arkadaşları eritme yöntemiyle hazırlanmış, ortorhombik fazlı YBCO numunesinin kristal büyümesini ve tane yönelimini kısmen tartıştılar ve numunelerin polarize ışık altında optik fotoğraflarını çektiler (Reddy, E. 1997).

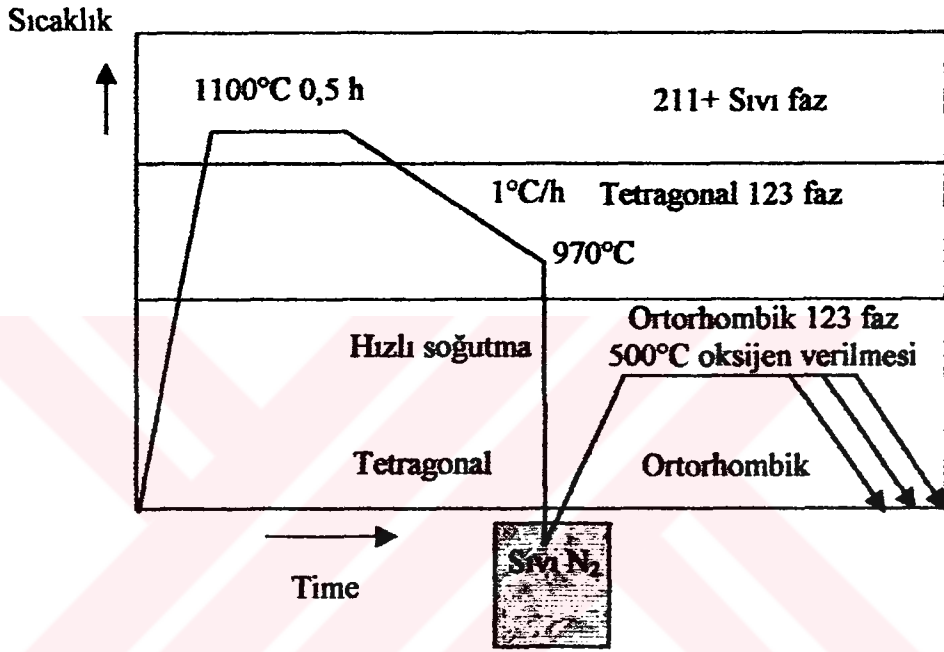
Çekilen fotoğraflardan iki tanesi şekil 18 a ve b'de görülmektedir. Bu fotoğrafın şematik gösterimi ise şekil 18 c ve d'de görülmektedir. YBaCuO süperiletken numunesinde düzlemler, mümkün iki şekilde temas etme eğilimi gösterirler. Düzlemler, tane sınırlarında ve tane sınırları yönünde dar açılar yaparak veya tane sınırlarına paralel olarak düzenlenmişlerdir.

Optik fotoğraflarda görülen farklı renkli bölgelerin her biri, farklı tane yönelimini göstermektedir. Tanelerin içlerine homojen olarak, küçük oval parçacıklar biçiminde dağılan koyu renkli kısımlar, Y211 fazını göstermektedir.



Şekil 18. Tanelerin tane sınırlarındaki ikizleme zorlarının büyümesinin optik ve şematik gösterimi. a) Düzlemler tane sınırlarında ve tane sınırları yönünde dar açılar yaparak, b) Tane sınırlarına paralel olarak düzenlenmişlerdir.(DB; domain boundary, PB, platelet boundary, OP;ortorhombik faz.) (Reddy, E. 1997).

Kim ve arkadaşları, yapmış oldukları bir çalışmada eritme yöntemiyle üretilmiş olan numunelerin düzlem kusurları üzerinde neyin etkili olduğunu araştırdılar. Sonuç olarak Y211 fazı içeren MTG Y123 numunesinin tetragonal ve ortorhombik fazları arasında mikroyapı bakımından farklar olduğunu rapor ettiler. Düzlem kusurlarının mikroyapısal ilişkisi, 211 fazının 123 içine tuzaklanmış olarak dağılması ve diğer oluşum mekanizmaları incelendi. Numuneye oksijen verilmesi esnasında meydana gelen faz değişiminin yapısını tartıştılar (Kim, 1997).

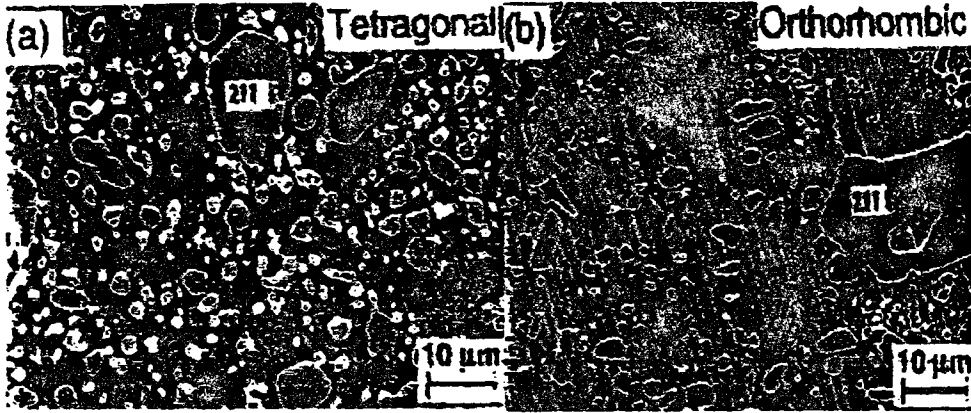


Şekil 19. Tetragonal ve ortorhombik yapılı Y123 süperiletken numunelerin eritme hızlı soğutma ve oksijen tavlama ısıl işlem şeması (Kim, 1997).

Deneysel olarak, Y211 fazı içeren Y123 numuneleri 1100°C'de yarım saat bekletip, 1°C/h hızla soğutulurken 970°C'de hızla sıvı azot ortamına soğuttular ve süperiletken olmayan tetragonal fazı elde ettiler. Bu numunelerin bir kısmına ortorombik fazı elde etmek için, 500°C'de ve farklı sürelerde oksijen verdiler.

Eğer tetragonal yapılı malzemede, düzlem kusurları, CuO ve BaCuO durumlarındaki çatlaklar bulunursa kusurların peritektik reaksiyon esnasında Y123 tanelerinin büyümesi boyunca yüksek sıcaklık mekanizması yoluyla sıvı fazın tane içlerinde tuzaklanması ile oluştuğu sonucuna varacaklardı. Eğer bu kusurlar ortorombik yapılı numunelerde rastlanırsa, bu durumda düzlem kusurlarının

formasyonunun düşük (yaklaşık 500°C) sıcaklıklarda oksijen verilmesi esnasında Y123'ün dekompozisyonu ile oluştuğu sonucuna varacaklardı.



Şekil 20. Eritilmiş büyütülmüş ve 211 fazı içeren Y123 numunelerinin SEM fotoğrafları a) Tetragonal, b)Ortorombik fazlı numunenin sem fotoğrafı (Kim, 1997).

Şekil 20, elde edilen numunelerin SEM fotoğraflarını göstermektedir. Tetragonal yapıli numunelerin içerisinde 211 fazının tuzaklandığını ve bunun dışında herhangi bir düzlem kusurunun oluşmadığını gözlemladiler. Ortorombik yapıli numunelerde ise Y123 kristallerinin c eksenini boyunca büyümesi esnasında tane içlerinde ve sınırlarında uzun çizgiler halinde düzlem kusurlarının geliştiğini gözlemladiler. Sonuç olarak düzlem kusurlarının numuneye oksijen verilmesi esnasında düşük sıcaklıklarda meydana geldiğine veya yüksek sıcaklıklarda iken numuneye uygulanan termal şoklardan dolayı oluştuğu sonucuna vardılar. Tetragonal-ortorhombik faz geçişi esnasında numuneye verilen oksijen miktarı ve verme süresi, çatlakların boyutlarının artmasında veya azalmasında rol oynadığını ileri sürdüler(Kim, 1997).

2.6 Kaldırma Kuvveti Ölçümleri

Süperiletkenlerin manyetik alanı dışlaması özelliği pratik uygulamalar için çok ilgi çekici bir özelliktir. Süperiletkenlerin kalıcı bir mıknatıs ile uzaklığın

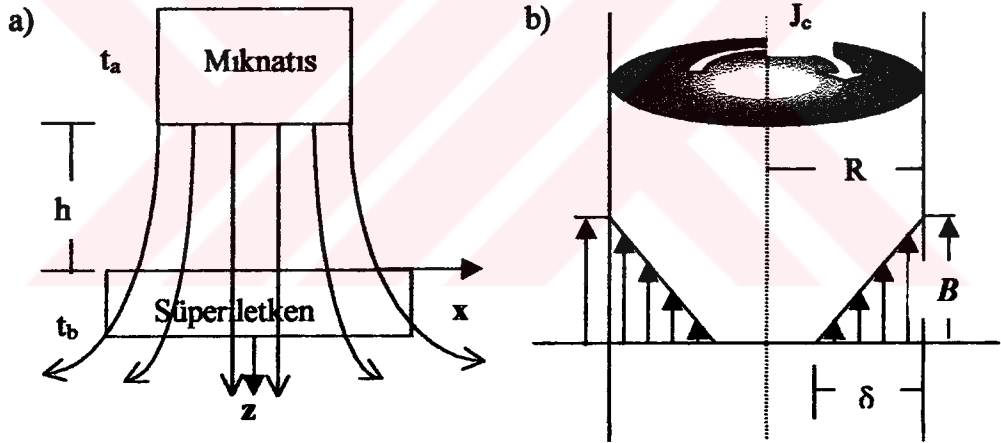
fonksiyonu olarak ölçülen manyetik kaldırma kuvveti için pek çok çalışma yapılmıştır.

Yapılan çalışmalarda numunelerin kaldırma kuvveti ölçümleri, genellikle alan altında ve alansız ortamda soğutma rejimlerinde gerçekleştirilmiştir. Numunelerin manyetik alan altında itici ve çekici kuvvet grafikleri, numune ile magnet arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak ölçülmektedir. Manyetik alanın numuneye yaklaştırılması(M^+) ve uzaklaştırılması(M^-) esnasında manyetizasyonu kritik akım yoğunluğuna bağlayan ifade

$$2(M^+ + M^-) = \mu_0 J_c r \quad (14)$$

biçiminde yazılabilir. Bu eşitlikte r , numunenin kalınlığıdır.

Şekil 21'de silindirik yapılu bir süperiletken numunenin kaldırma kuvveti ölçüm mekanizması görülmektedir.



Şekil 21. a) Manyetik kuvvet ölçüm mekanizması. b) Manyetik alana paralel olarak yerleştirilmiş silindirik numunenin 0'dan B'ye kadar değişen alanda akı tuzaklaması ve akım dolanımı (Johansen, 1994).

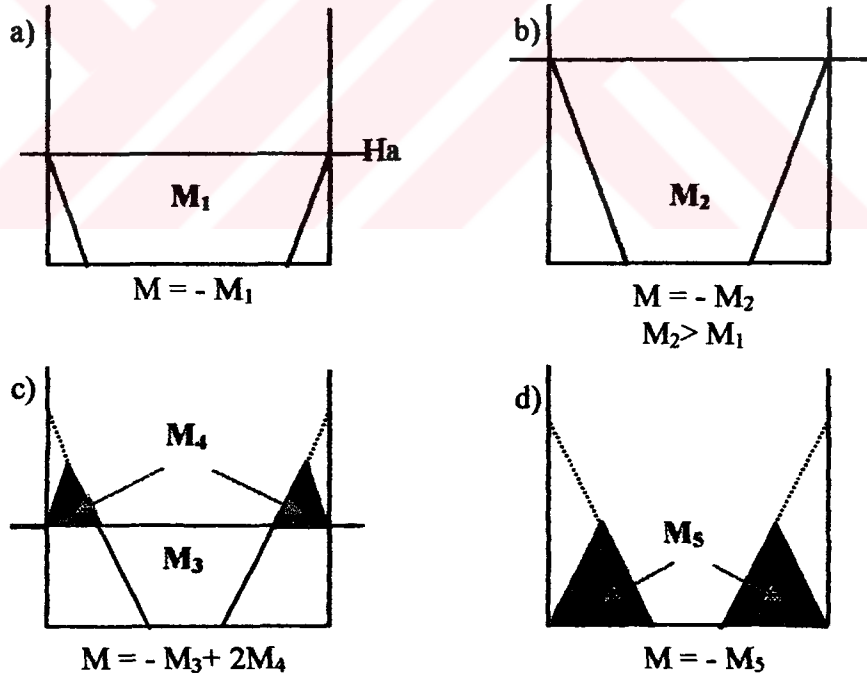
Şekil 21 a'da kalıcı Nd-Fe-B mıknatıs sıvı azot sıcaklığına soğutulmuş numuneye yaklaştırılırken numunenin hissettiği manyetik alan çizgilerini göstermektedir. Şekil 21 b'de ise z-ekseni yönünde uygulanmış bir manyetik alanda silindirik bir numuneye alan girişi ve kritik akım yoğunluğunun dolanımı görülmektedir. Numunede dolanan kritik akım yoğunluğu, numunenin içindeki alanı sıfır yapacak şekildedir (Johansen, 1994).

Mıknatıs alansız ortamda sıvı azot sıcaklığına soğutulmuş süperiletken numuneye yaklaştırıldığında, H_{c1} 'den küçük alanlarda tersinmez ikinci tip süperiletkenler güçlü bir biçimde perçinlenmiş olduklarından, magnetik alanı bünyesine kabul etmeyip dışlayabilirler. Manyetik alanın süperiletken tarafından dışlanması, Meissner olayı olarak bilinir. Mevcut geometride manyetizasyon $M=M(x,z)\hat{z}$ vektörü silindirik numunenin yüzeyine diktir ve dikey kuvvet;

$$F_z = \int_{si} M \frac{\partial B_z}{\partial x} dV \quad (15)$$

formülüyle ifade edilir.

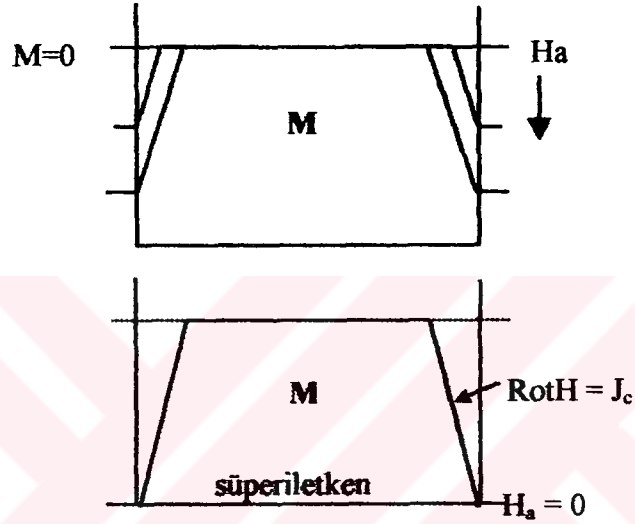
Mıknatıs süperiletken numuneye doğru hareket ettirildiğinde, numunenin hissettiği alan, şekil 22 a ve b'de gösterildiği gibi artar. Dolayısıyla bu, manyetizasyonu(M) ve kaldırma kuvvetini artıracaktır. Başka bir deyişle, mıknatıs numuneden uzaklaştırıldığında dış alan azalacaktır ve bir miktar manyetik alan(M^+) numune tarafından tuzaklanacağı için çekici bir kuvvet oluşacaktır (Şekil 22 c).



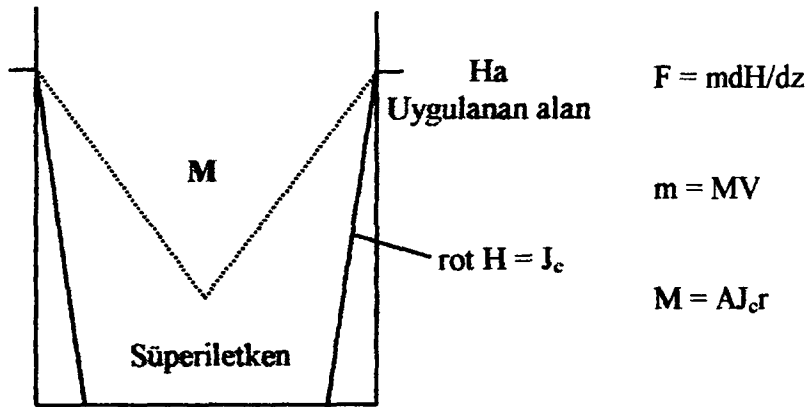
Şekil 22. a ve b bir mıknatısın süperiletkene doğru hareket ettirilmesiyle, manyetik alanın dağılımının şematik gösterimi, c ve d ise uzaklaştırılması ile elde edilen dağılımı göstermektedir (Murakami, 1991).

Bunun neticesi olarak kuvvet keskin bir biçimde düşer. Belli bir alanda veya uzaklıkta çekici manyetizasyonun(M') büyüklüğü itici manyetizasyonun(M) büyüklüğüne eşit olur ve bu değerden sonra itici kuvvet sıfır olur, yalnız çekici kuvvet gözlenir.

Dış alan kaldırılrsa bile akı tuzaklama merkezleri sayesinde büyük miktarda alan numune tarafından tuzaklı kalabilir. Bu durum numunenin sıcaklığı T_c 'nin altında tutulduğu müddetçe sürekliliğini korur. Şekil 23, alan altında soğutma işlemine göre numunenin alanı nasıl tuzakladığını göstermektedir.



Şekil 23. Alan altında soğutma işleminde manyetik alanın tuzaklanması (Murakami, 1991).



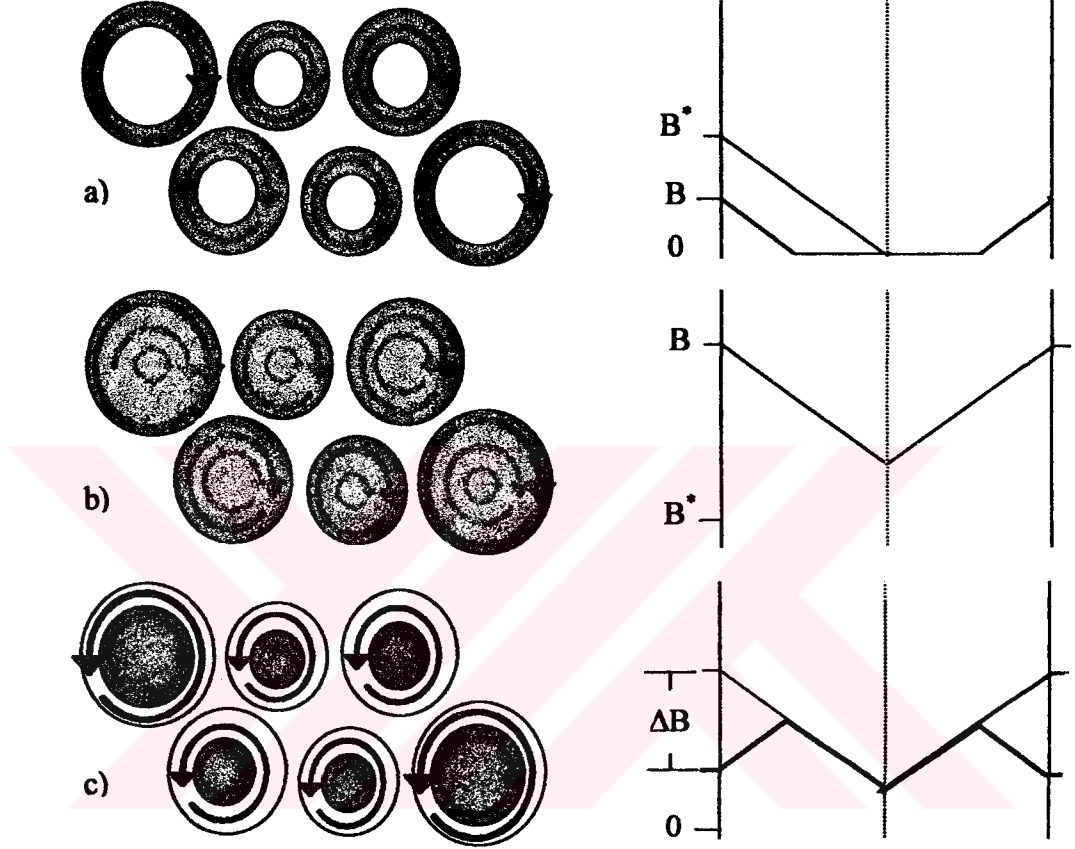
Şekil 24. Süperiletken numunede alanın tuzaklanması ve itici kuvvetin şematik gösterimi (Murakami, 1991).

Şekil 24'de itici kuvvet için şematik bir çizim gösterilmiştir. H_{c1} 'in üzerindeki bir alan numuneye girer ve numune içerisinde $\text{rot}H=J_c$ veya $\text{curl}H=J_c$ ile ifade edilen bir alan gardiyentine sahiptir. Burada H Am^{-1} 'deki manyetik alan, J_c de Am^{-2} 'deki kritik akım yoğunluğudur. J_c değeri yüksek olan numuneler, manyetik alandan daha iyi korunabilir ve uygulanan alanı daha yüksek bir itici kuvvetle dışlayabilir. Kuvvet ifadesi $F=mdH/dz$ biçiminde yazılabilir. Bu eşitlikte, m manyetik moment ve dH/dz , mıknatıs tarafından üretilen alan gradiyentidir. Manyetik moment $m=MV$ olarak ifade edilir. M manyetik moment ve V süperiletkenin hacmidir. Süperiletkenin anahtar özelliği manyetizasyona bağlı olmasıdır. Normal materyallerden farklı olarak birim hacimdeki manyetizasyonu, numunenin büyüklüğüne bağlıdır ve $M=AJ_c r$ formülüyle karakterize edilir. Bu ifadeye A malzemenin geometrisine bağlı bir sabittir ve r numune içinde tanelerin etrafında dolanan perdeleyici akımların dolandığı yarıçaptır. Zayıf bağlar ve çatlaklar olduğu zaman yüksek sıcaklık bulk süperiletkenlerde olduğu gibi r küçülür ve çok küçük kaldırma kuvveti elde edilir. Büyük kaldırma kuvveti elde etmek için J_c kadar r 'yi de artırmak gerekir. Y211 fazının numune içerisine iyi dağılımının, J_c değerini yükselttiği, gümüş katkısının çatlak ve poroziteyi azalttığı ve dolayısıyla da r 'yi büyüttüğü ifade edilmektedir (Murakami 1991).

Analitik olarak bir ifade çıkarmak için, numuneyi silindirik geometriye sahip tanelerden oluşmuş büyük bir sistem kabul edip, numunenin her davranışını kritik hal modeline göre dikkate aldılar. B Dış manyetik alanına paralel olarak yerleştirilmiş silindirik bir numune için, alanın numune içinde oluşturduğu akı dolanımı şekil 19'de gösterilmiştir. Numunede pinning merkezlerinin varlığı, bir dahili indüksiyon gradiyentine sebep olur. Bu da Ampere Kanunu ile J_c kritik akım yoğunluğunun ilişkili olduğunu gösterir. Kritik akım yoğunluğu genel olarak manyetik alana bağlıdır. Bununla birlikte tane boyutlarının küçük olmasından dolayı J_c değerinin tane içinde sabit olduğunu kabul ettiler (Johansen, 1994).

Uygulanan manyetik alan değeri belirli bir büyüklüğe ($B^*=\mu_0 J_c R$) artırıldığı zaman, akım taşıyıcı seviyesinin kalınlığı(δ), tanenin R yarıçapına ulaşır. Tane içerisinde manyetizasyon dağılımı R yarıçapına bağlı olarak $-1/3J_c R$ biçiminde değişmektedir. Şekil 25 a ve b'de perdeleyici akımın $\delta < R$, $B < B^*$ ve $\delta = r$, $B \geq B^*$ bilgelerindeki dağılımını göstermektedir. Üretilen numunelerde süperiletken taneler, toplam hacmin belirli bir yüzdesini(f_s) oluşturmaktadır. Bu yüzden de yerel

manyetizasyon değerinin ortalama manyetizasyon değerinden farklı olacağını ve bunun mikroskopla yapılan incelemelerde doğruluğunu gözlemlediklerini ileri sürdüler. Numune içerisinde hiçbir porosite bulunmadığını da not etmişlerdir (Johansen,1994).



Şekil 25. Manyetik akının numuneye girişi(sağda) ve silindirik tanelerin bir bölgesinde perdeleyici akımın dolanımı (solda) görülmektedir. Şekillerde gösterilen üç durum a) $B < B^*$, b) $B > B^*$ ve c) Alanın ΔB kadar azaltılmasından sonraki durumu göstermektedir (Johansen, 1994).

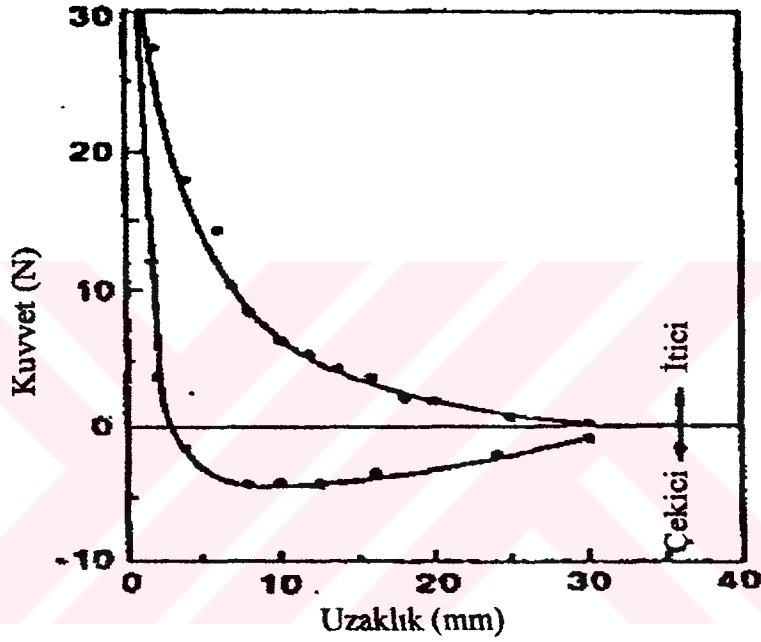
a) $B < B^*$ Durumu: Bu durumda numunenin belirli bir kısmına uygulanan manyetik alan girmiştir ve tanelerin dış yüzeylerinde dış alanın numuneye girişini engelleyecek yönde dolanan perdeleyici akımlar dolaşmaktadır.

b) $B > B^*$ durumu: Bu durumda, uygulanan dış manyetik alan değeri numuneye tamamen girmiştir ve numune normal haldedir.

c) $B = 0$ durumu : Dış manyetik alan değeri sıfırdır. Ancak, numune hala T_c 'nin altındadır ve numune yüzeyinde, numune içindeki manyetik alanı bünyesinde

tutacak yönde bir akı dolanmaktadır. Numune içindeki alan numune içindeki pinning merkezleri tarafından tutulur ve belirli bir müddet sonra bu akı çizgileri itici bir kuvvet tarafından numuneden dışarı itilirler ve bu duruma Termally Activated Flux Flow (TAFF), akı sürüklenmesi veya akı akışı adı verilir.

Şekil 26'da, MPMG yöntemiyle üretilmiş %10 Ag katkılı YBCO numunesinin 0.4 T'lık magnetle arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak kuvvet grafiği verilmektedir. Numune 1 mm uzaklıkta iken kuvvet değeri 30 N'a ulaşır ve 3 kg'lık bir cismi, bu yükseklikte asılı tutabilir.

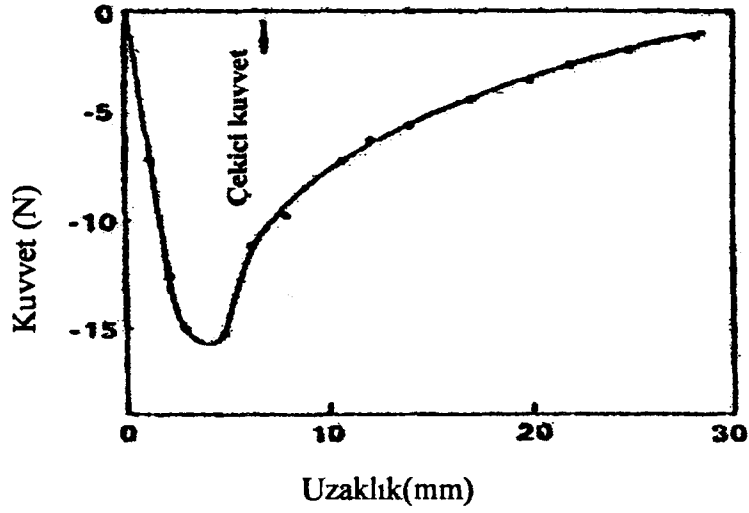


Şekil 26. MPMG yöntemiyle üretilmiş Ag-doped YBaCuO numunesinin 0.4 Tesla'lık bir mıknatısa doğru yaklaştırıldığında ve uzaklaştırıldığında kuvvetin zamana bağlı grafiği (Murakami, 1991).

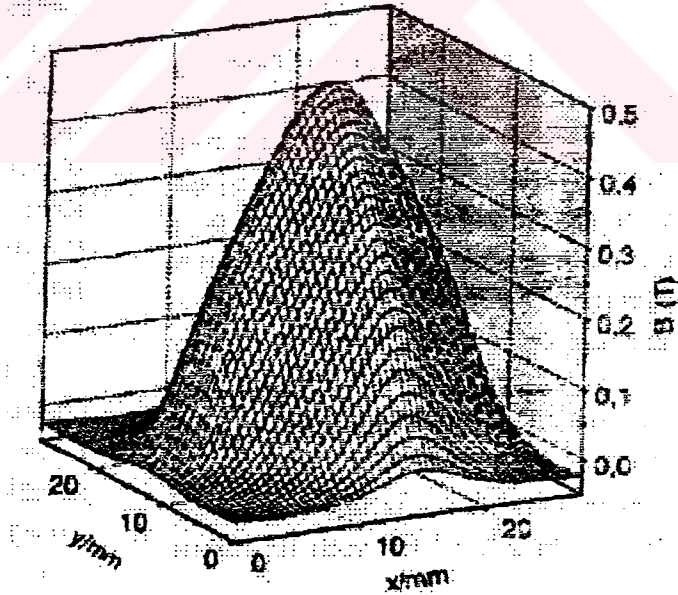
Kuvvet değerinin, manyetin numuneye maksimum yakalaştırılmasından sonra numuneden uzaklaştırılırken hızlı bir biçimde azaldığı ve belli bir mesafeden sonra çekici olduğu gözlenmiştir. Bu da manyetik alanın bir kısmının numune tarafından tuzaklandığını göstermektedir. Eğer tuzaklanan alan büyük olursa, çekici kuvvet değeri de büyük olur. Numunenin alan altında soğutulması ile, şekil 27'de görüldüğü gibi, çok daha büyük tuzaklanmış alan ve çekici kuvvet elde edilir.

Murakami ve arkadaşları, yapmış oldukları pek çok çalışmada yüksek J_c 'li iyi kalitede bulk süperiletkenlerin üretimi için, MPMG yönteminin etkili olduğunu

ileri sürmüşlerdir. Manyetizasyon değeri, her bir tanenin süper akımlar tarafından kuşatılmış olmasıyla ortaya çıkmaktadır (Murakami, 1992).



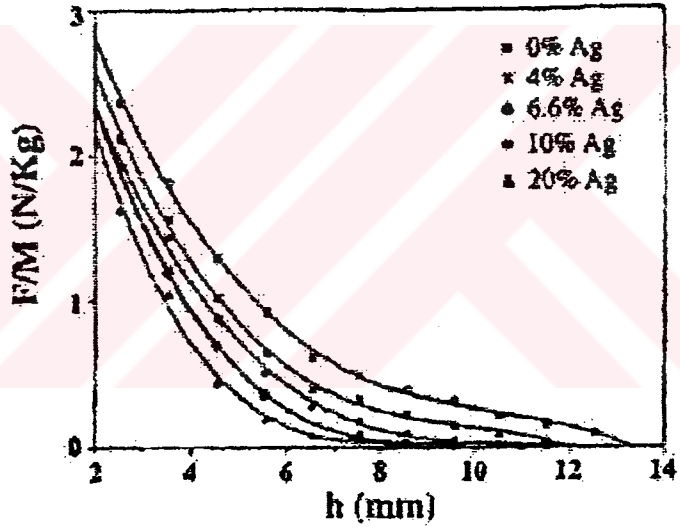
Şekil 27. MPMG yöntemiyle üretilmiş YBCO numunenin alan altında soğutma işlemine göre kuvvetin uzaklığa bağlı değişimi (Murakami, 1990).



Şekil 28. Eritme yöntemiyle hazırlanmış 26 mm çapında ve 12 mm yüksekliğinde YBCO numunesinin 77 K'de tuzaklanmış olduğu alanın değişimi (Fuchs, 1996).

Salah ve arkadaşları, süperiletken numunenin kaldırma kuvvetini $F(\phi, h)$, uzaklık ile gümüş katkısının bir fonksiyonu olarak ölçtüler. Kaldırma kuvvetinin h ve ϕ 'nin azalan bir fonksiyonu olduğunu ve bu iki değere büyük ölçüde bağlı olduğunu gözlemlediler. Şekil 29'da numunelerin kaldırma kuvvetinin Ag katkı miktarına göre değişimi görülmektedir. Küçük h değerleri için Ag katkısının dağılımı ile F değerinin kabaca orantılı olduğunu; ancak bu durumun h 'nin büyük değerleri için böyle olmadığını ileri sürdüler. Aşağıdaki sonuçları ileri sürdüler (Salah, 1996).

1. Küçük h değerleri için, II. tip süperiletkenlerin davranışı malzemenin içinde manyetik akının bir kısmının tuzaklanması şeklinde gözlenir.
2. Büyük h değerleri için toplam manyetik alanın numuneden dışlanması şeklinde gözlenir.



Şekil 29. Ag katkılı YBCO numunesinin katkı miktarına göre ve uzaklığa bağlı kaldırma kuvveti değişim grafiği (Salah, 1996).

Sonuç olarak, numunede bulunan Ag parçacıklarının, manyetik akı numuneden dışlandığı esnada, bir miktar akı çizgisinin numuneye girmesine ve böylece de kaldırma kuvvetinde bir miktar azalmaya sebep olduğunu ileri sürdüler (Salah, 1996).

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Süperiletken Numunesinin Hazırlanması

Pek çok bilim adamı elde edilen değişik süperiletken malzemelerde geçiş sıcaklığını artırmayı, kırılmalara ve darbelere dayanıklı, birbirleri ile sıkı temas halinde bağlı olan ve uygulamada değişik ihtiyaçlara cevap verebilen malzemeler üretmeyi amaçlamıştır. Bu amaçlar ışığı altında pek çok süperiletken sisteme değişik metotlarla katkı yapmışlardır. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerin fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi için de birçok katkı maddesi kullanılmıştır. Yapılan bu katkı işlemlerinde katkı atomlarının çapları, diğer bileşenlerle reaksiyona girip girmedikleri, erime ve kaynama sıcaklıklarının yüksek veya alçak olmaları dikkate alınmıştır. Katkı yapılan atom, tane sınırlarına yerleşir veya örgüdeki atom boşluklarından birine yerleşir ya da yüksek sıcaklıklarda uçup gider. Bunun sonucu olarak numunelerin, örgü parametreleri, kristal büyümeleri ve diğer bazı yapısal ve fiziksel özellikleri değişir. Katkı maddeleri, numunelere adding, doping veya difüzyon şeklinde katılmaktadır.

Bu çalışmanın amacı büyük taneli, içerisinde çok miktarda akı sabitleştirme merkezi (pinning centers) bulunan, akım taşıma kapasiteleri yüksek ve magnetik alana dayanıklı $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerine molar oranlarda TiO_2 katkısı yaparak üretmek ve yapılan bu katkının, süperiletkenin yapısal, fiziksel ve manyetik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmaktır. Bunun için uygun üretim tekniği olarak Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütme (Flame-Quench-Melt-Growth (FQMG)) yöntemi kullanıldı. Bu yöntemin seçilmesindeki amaç, Y_2O_3+L bölgesindeki kompozisyonun oda sıcaklığında varlığı sağlanarak, kristal büyüme esnasında Y_2BaCuO_5 fazının numune içerisine homojen dağılımını sağlamaktır. Bu sağlandığı takdirde Y211 fazının Y123 kristal yapısı içerisine, küçük parçacıklar halinde, homojen dağılımı elde edilebilir.

Toplam 50 g olarak tartılan toz bileşiklerin miktarları, saflık dereceleri, molekül ağırlıkları, ve reaksiyona girmemiş haldeki tozların miktarları tablo 1'de verildi. Kimyasal olarak hazır satılan toz bileşiklerin miktarları aşağıdaki kimyasal tepkime kullanılarak hesaplandı.

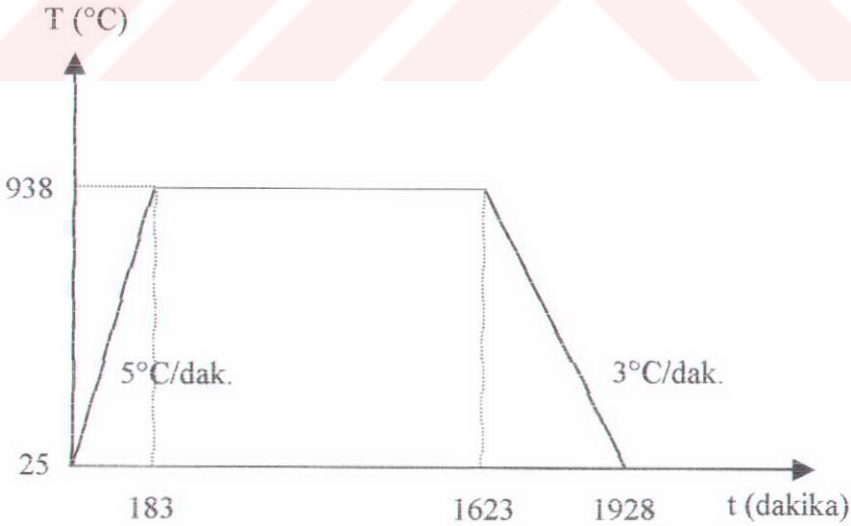


Tozların tartım işlemi, virgülden sonra 4 haneye kadar hassas duyarlılıkla ölçüm yapma imkanına sahip Sartorius marka elektronik terazi yardımıyla gerçekleştirildi.

Tablo 1. YBCO numunesinin başlangıç kompozisyonunun hazırlanmasında kullanılan bileşikler ve miktarları

Bileşik	Safılık (%)	Molekül ağırlığı (g)	Bileşik miktarı (g)
Y ₂ O ₃	99,99	225,81	7,5651
BaCO ₃	98	197,35	26,4464
CuO	98	79,54	15,9885

Molar ağırlık olarak tablo 1'de verilen miktarlarda tartılan tozlar, akik taşından yapılmış havana kondu ve iki saat süresince karıştırılarak, tozların birbiri içinde homojen dağılması sağlandı. Tozların daha homojen bir şekilde karışmasını temin etmek için, Retsch marka öğütme aletinde 5 saat karıştırıldı. Karışımın bu aşamalardan sonra gri(kül rengi gibi) bir renk aldığı görüldü.



Şekil 30. Kalsinasyon işleminde sıcaklık profili

Numuneler bir alumina (Al₂O₃) potaya kondu ve oda sıcaklığındaki Euroterm kontrol ünitesi Lenton marka fırın (Şekil 31) içerisine kalsinasyon işlemine tabi tutulmak üzere konuldu. Kalsinasyon, mekanik olarak karıştırılan toz numuneler için

ilk reaksiyon anlamına gelmektedir. Bu işlemde fırın oda sıcaklığından itibaren $5^{\circ}\text{C}/\text{dak.}$ hızla 938°C 'ye kadar ısıtıldı ve bu sıcaklıkta 24 saat bekletildi. Daha sonra $3^{\circ}\text{C}/\text{dak.}$ hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Kalsinasyon işlemi için numuneye uygulanan ısıtma işlemi şeması şekil 30'da gösterilmiştir.



Şekil 31. Euroterm 808 kontrol ünitesi Lenton marka fırın.

Oda sıcaklığında fırından çıkarılan karışımın külçeleştiği ve siyah renk aldığı gözlemlendi. Bu karışım alümina potadan havana aktarıldı, havan tokmağı ile iri taneler ufalanıncaya kadar elle yarım saat süre ile ezildi ve Retsch marka öğütme aletinde 5 saat süresince karıştırıldı. Tekrar toz haline gelen karışım yaklaşık 325 MPa basınç altında 2 dakika tutularak 13 mm çapında yaklaşık 1,2 - 1,6 g olacak biçimde tabletler halinde preslendi. Preslenen bu tabletler metan gazı ve oksijen tüpü vasıtasıyla hava ortamında alümina pota üzerinde yaklaşık 1250°C 'nin üzerindeki bir

sıcaklıkta tutuldu. Bu sıcaklığa çıkılmasının sebebi $Y_2O_3 +L$ bölgesindeki kompozisyonun elde edilmesini sağlamaktır. Daha sonra hızlı bir biçimde eriyik, bir bakır plaka üzerine döküldü. Elde edilen bu eriyiğin katılaşmasına fırsat vermeden başka bir bakır plaka ile eriyik üzerine hızla vuruldu. Bu sayede $Y_2O_3 +L$ bölgesi oda sıcaklığında elde edilmiş oldu. Bu hızlı soğutulan malzemeler tekrar havanda bir saat süre ile bir ön öğütmeye tabi tutulduktan sonra tekrar öğütücüde iki saat süre ile öğütüldü. Toz haline getirilen bu numuneler molar ağırlık yüzdelerine bağlı olarak %1, 3, 5, 7 ve 10 oranlarında, tablo 2’de verilen miktarlarda TiO_2 katkısı yapılarak; yaklaşık 325 MPa basınç altında 13 mm çapında 4 gr’lık tabletler halinde preslendi.

Tablo 2. Bulk YBCO numunesi hazırlanırken yapılan katkı maddesinin miktarları elde edilen toplam numune miktarları.

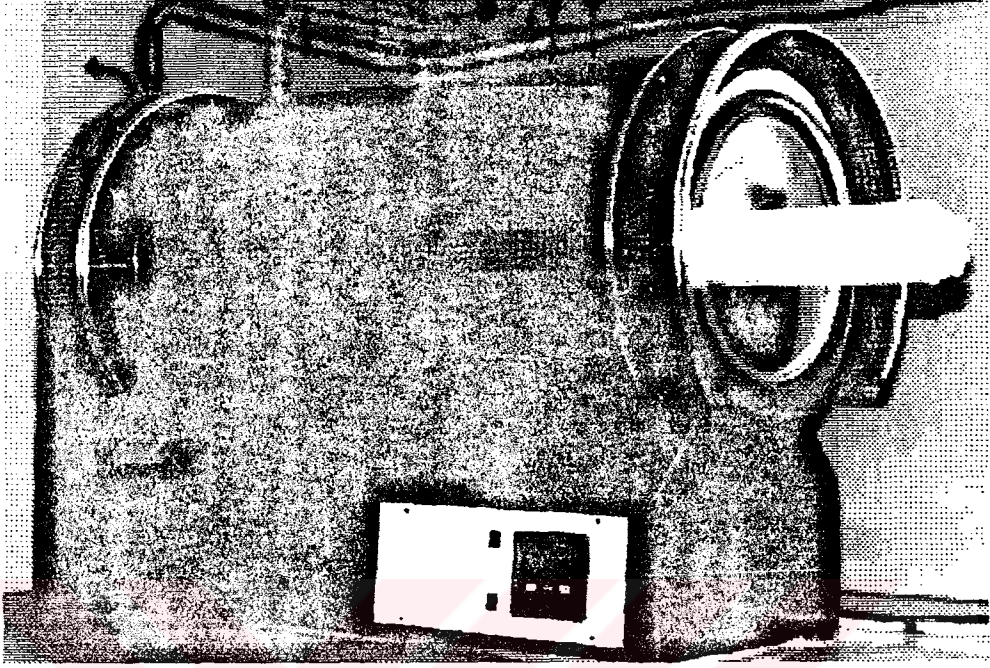
<i>Numune Adı</i>	<i>Ti katkı Miktarı (gr/mol)</i>	<i>Katısız Y123 Miktarı (gr/mol)</i>	<i>Numunenin Toplam Miktarı (gr/mol)</i>
SB-Ti-00	0,0000	4,0006	4,0006
SB-Ti-01	0,0048	4,0002	4,0050
SB-Ti-03	0,0147	4,0004	4,0151
SB-Ti-05	0,0248	4,0009	4,0257
SB-Ti-07	0,0339	4,0004	4,0343
SB-Ti-10	0,0488	4,0008	4,0496

Katkı yapılan ve kristal büyütme işlemine tabi tutulmak üzere alümina potaya yerleştirilen bu tabletler, 1050°C sıcaklığındaki Lenton marka tüp fırına konuldu (Şekil 32). Fırın tüpünün her iki ucu açık tutuldu ve bir ısı gradientinin meydana geleceği düşünüldü.

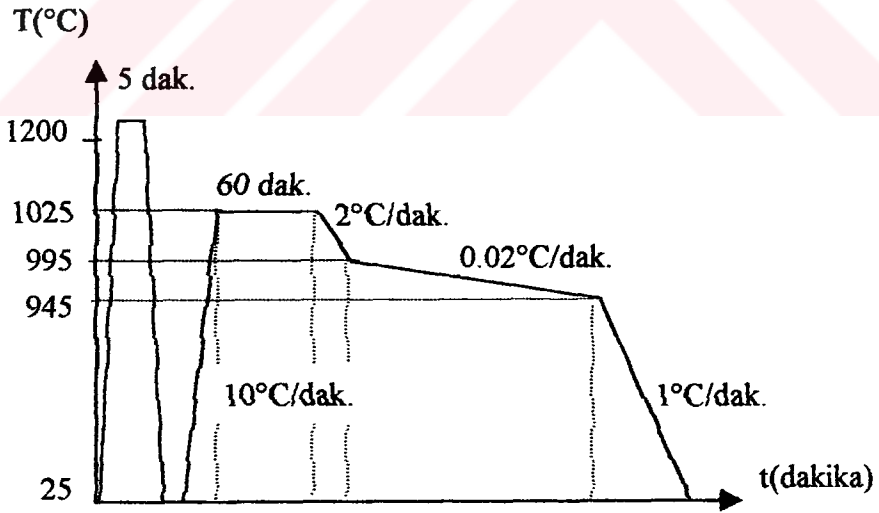
3.2 TiO_2 katkılı $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Süperiletken Numunesinin Hazırlanması

Y123 yapısındaki saf toz numunesi hazırlandıktan sonra, numune molar ağırlık yüzdelerine bağlı olarak %1, 3, 5, 7 ve 10 oranlarında, titanyum katkısı normal hava ortamında yapıldı. Her bir numuneye ait katkı miktarı ve numune ağırlığı tablo 2’de verilmektedir. Ortalama dörder gram olarak hazırlanan katkı yapılmış toz numuneler el ile yaklaşık 2 saat süresince havanda öğütüldü ve yaklaşık 325 MPa basınç altında 13 mm çapında 4 gr’lık tabletler halinde preslendi. Bu

tabletler kristal büyütme işlemine tabi tutulmak üzere 1050°C'de hazır bulunan Lenton marka tüp fırına hızlı bir biçimde yerleştirildi (Şekil 32).



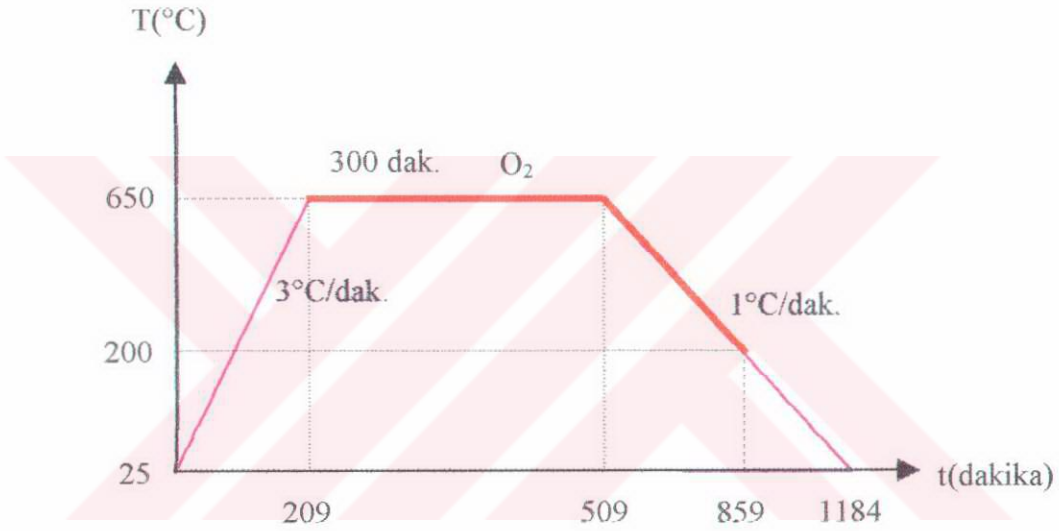
Şekil 32. Euroterm 818P kontrol üniteli Lenton marka fırın.



Şekil 33. Titanyum katkılı numuneler için kristal büyütme işleminde sıcaklık profili

Kristal büyütme için numunelere uygulanan ısıl işlem şeması şekil 33'te görülmektedir. Isıl işlem şemasında görüldüğü gibi numune önceden 1025°C'ye hızlı

bir biçimde ısıtılmış fırın içerisine yerleştirildi. Numune yerleştirilirken fırının çatlamaması ve numunenin deforme olmaması için 20 dakikalık bir sürede fırına yerleştirilmesi sağlandı. Numune bu sıcaklıkta bir saat süre ile bekletildikten sonra $2^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. Hızla, 1025°C sıcaklıktan 995°C sıcaklığa soğutuldu. Bu sıcaklıkta hiç beklemezsizin $0.02^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. hızla 945°C sıcaklığa kadar çok yavaş bir biçimde soğutuldu. Yavaş soğutmaktaki amaç, numunenin içerisinde bulunan Y211 fazının L sıvı faz ile tümüyle reaksiyona girmesini sağlamaktır. Bundan sonra numune beklemezsizin $1^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Katkılı ve katkısız olarak hazırlanan tüm numuneler aynı ısıl işlem adımlarına tabi tutuldular.



Şekil 34. Titanyum katkılı numuneler için oksijen ilavesi işleminde sıcaklık profili.

Kristal büyütme işlemine tabi tutulan numunelere, şekil 34'te gösterilen ısıl işlem şemasına göre, oksijen ilavesi yapıldı. Bu işlemde oda sıcaklığında numune fırına yerleştirildi. Fırın $3^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. hızla 650°C 'ye ısıtıldı ve bu sıcaklıkta numuneye 1184 dak. süresince oksijen verildi. Bu işlem fırın sıcaklığı 300°C 'ye $1^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. hızla düşerken de devam edildi. Y123 numunesi aşırı derecede oksijene duyarlı bir

malzemedir. Bu malzemeye oksijen verilmesi esnasında ($\sim 500^\circ\text{C}$) tetragonal-ortorombik faz geiři meydana gelir (Kim, 1997).



Őekil 35. Rigaku D/Max-IIIC marka (CuK_α) x-ışını difraktometresi

3.3. X-Işınları Kırınımı Ölçümleri

FQMG yöntemiyle üretilen numunelerin x-ışınları kırınım desenleri Rigaku D/Max-IIIC difraktometresinde (Őekil 35) bakır hedefe 40 kV'luk gerilim ve 30 mA'lik akım uygulanarak elde edilen CuK_α ($\lambda=1.5418 \text{ \AA}$) X-ışınları kullanılarak ölçüldü. $3^\circ \leq 2\theta \leq 70^\circ$ aralığı için $3^\circ/\text{dak.}$ tarama hızı ve $0,02^\circ$ örnekleme aralığı seçildi. Orthorombik a, b, c örgü parametrelerini hesaplamak için,

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (17)$$

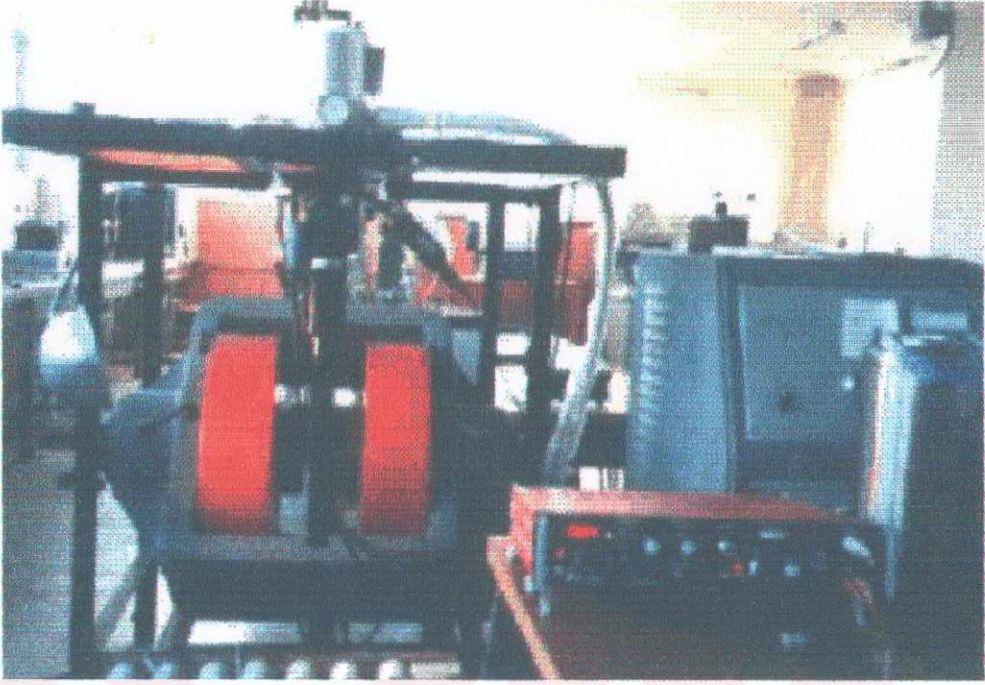
bağıntısından yararlanıldı. Burada d düzlemler arası mesafeyi, h, k, l de örgü düzlemlerini gösteren tam sayılardır (Miller İndisleri).

3.4 Metalografik Analiz

Bulk olarak hazırlanan numuneler kristal büyütme ve oksijen verme işleminden sonra metalografik incelemenin yapılabilmesi için, ilk işlem olarak 1200 μm 'lik SiC zımpara ile kaba bir düz zemin elde edilinceye kadar zımparalandı. Daha sonra, sırasıyla, parlatma bezi üzerine 1 μm , 1/2 μm , 1/4 μm ve 1/10 μm 'luk elmas parlatma kremi sürülerek şekil 36'da görülen Logitech PM2 marka parlatma makinesi ile otomatik olarak yeterli parlaklığa ulaşıncaya kadar parlatıldı. Parlatma işlemi sonunda numunelerin yüzeyleri alkolle temizlendi. Bu işlem sırasında optik mikroskopta bakılan görüntülerinde bulk numuneler içerisinde boşluklu bir yapının oluşmadığı gözlemlendi. Numunelerin parlatılmış yüzeylerinden elde edilen polarize ışık altındaki optik mikrografları Polarize-Optik Mikroskop ile çekildi. Fotoğraf çekimleri esnasında hiçbir sıvı kullanılmadı.



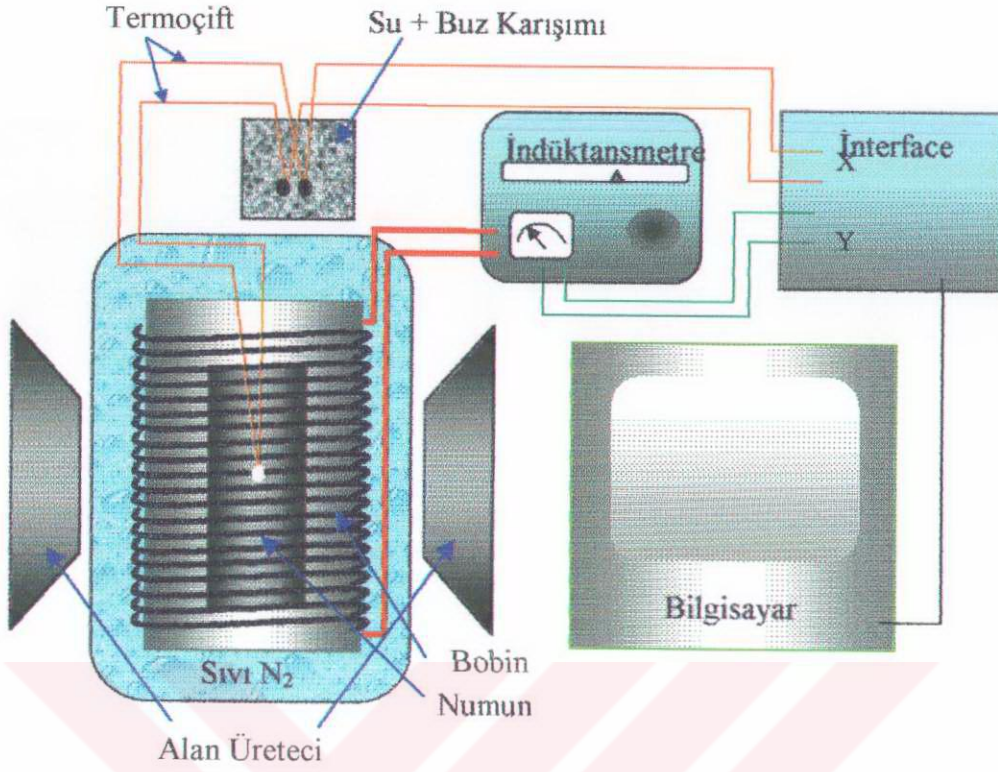
Şekil 36. Otomatik numune parlatma makinesi (Logitech PM2).



Şekil 37. Leybold-Heraus HR1 model kapalı devre düşük sıcaklık kriyostatu ve Walker MG-2A model elektromıknatıs.

3.5 Düşük Sıcaklıkta Sıcaklık-İndüktans Değişim Ölçümleri

Katkılı ve katkısız olarak üretilen numunelerin sıcaklıkla indüktanstaki değişimi şekil 38'de gösterilen ölçüm düzeneği ile ölçüldü. Çapı 0,5 mm olan bakır bir tel, 6 cm uzunluğunda, 0,6 cm iç çaplı ve 0,7 cm dış çaplı plastik bir silindir üzerine 500 sarım olacak biçimde bir bobin sarıldı. Bobinin indüktansı sabit 500 mH olarak ölçüldü. Malzeme üzerine termoçift gümüş pasta ile tutturulduktan sonra numune bobinin merkezine gelecek şekilde yerleştirildi. Alan altında soğutma ve sıfır alanda soğutma olmak üzere iki yolla malzemenin diamagnetik-paramagnetik geçişi, başka bir ifadeyle süperiletken halden normal hale geçişi, sıcaklıkla bir bobinin indüktansındaki değişim ölçülerek gözlemlendi. Her iki işlemde de ölçümler, sistem sıvı azot sıcaklığına soğutulup, sıvı azot buharında yavaş bir biçimde ısınmaya tutularak gerçekleştirildi. Numunelerin geçiş sıcaklıkları, indüktansmetre yardımıyla değişik alanlar altında elde edildi. Elde edilen bu eğrilerden $(\ln L-1/T)$ eğrileri çizilerek aktivasyon enerjileri hesap edildi.

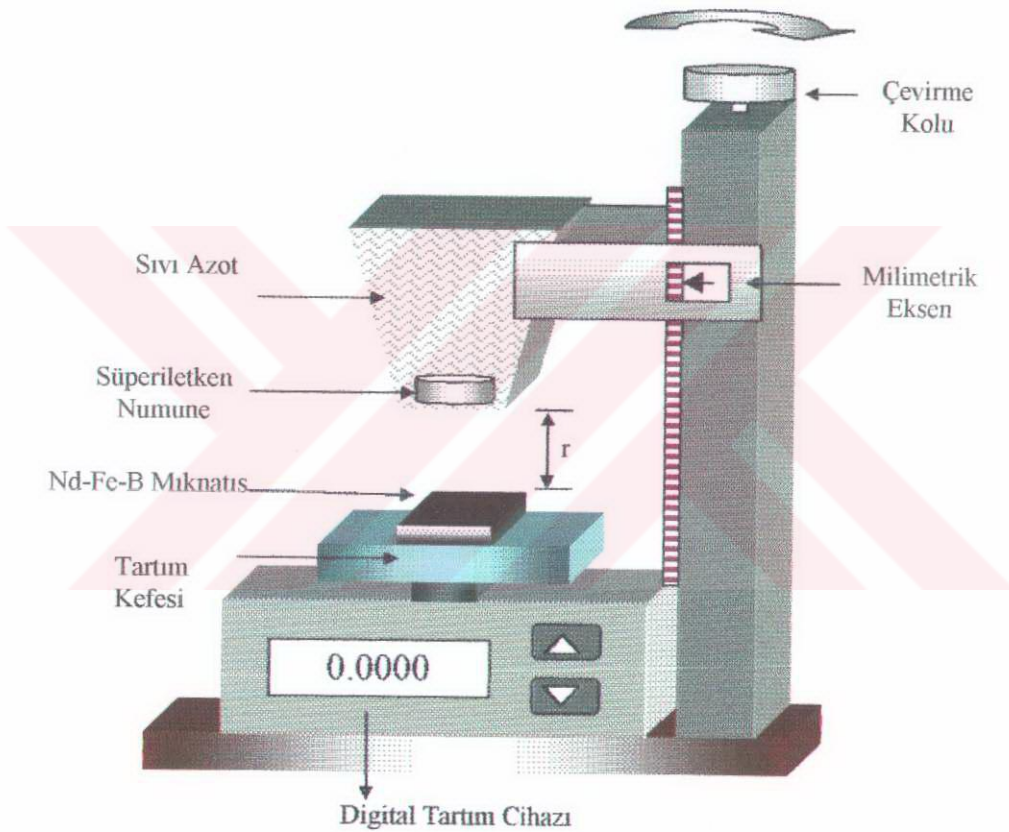


Şekil 38. İndüktans-Sıcaklık Ölçüm Düzenegi.

3.6 Kaldırma Kuvveti Ölçümleri

Numunelerin kaldırma kuvveti eğrileri süperiletken numune ile 150 mT'lık bir Nd-Fe-B mıknatıs arasında oluşan itici ve çekici kuvvet, uzaklığın fonksiyonu olarak ölçüldü. Ölçümler sıfır alan altında soğutma prosedürü ile gerçekleştirildi. Ölçümlerin gerçekleştirildiği düzenek, şekil 39'da görülmektedir. Bu ölçüm işleminde numune mıknatıstan uzak bir ortamda sıvı azot sıcaklığına soğutuldu ve sonra yavaş bir süpürme hızıyla, 0.0001 duyarlılıkla tartı yapabilen Sartorius marka elektronik terazi üzerine sabitleştirilmiş mıknatısa doğru hareket ettirildi. Numune Meissner olayına göre süperiletken halde iken uygulanan bir dış magnetik alanı bünyesine almayıp, onu itecek, dışlayacak biçimde bir kuvvet uygular. Bu itici kuvvet tartı aletinde mg gibi bir ağırlık kuvveti olarak ölçüldü. Başlangıçta mıknatıs tartı aleti üzerinde iken darası alındı ve sıfırlama işlemi yapıldı. Daha sonra numune mıknatısa minimum mesafe kalıncaya kadar yaklaştırıldıktan sonra uzaklaştırılmaya başlandı. Bu anda itici kuvvet hızla düşüp, belirli bir mesafeden sonra çekici hale

geldi. Bu durumda numune içersine bir miktar alan girdiği için mıknatıs özelliği kazandı ve tartı aleti üzerindeki mıknatısa çekici bir kuvvet uygulamaya başladı. Çekici kuvvet numune mıknatıstan uzaklaştırıldıkça azaldı ve belirli bir değerde sıfır oldu. Numunelerin elde edilen itici ve çekici kuvvet eğrileri onların ikinci tip süperiletken olduklarını göstermektedir. Çünkü pinning merkezlerinin hareketi ve akı akışı gibi olaylar ikinci tip süperiletkenlerde H_{c1} ile H_{c2} alanları arasında, karışık halde iken gerçekleşen olaylardır.



Şekil 39. Çekici ve itici kuvvetlerin, numune ile magnet arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak ölçüldüğü, kaldırma kuvveti ölçüm düzeneği.

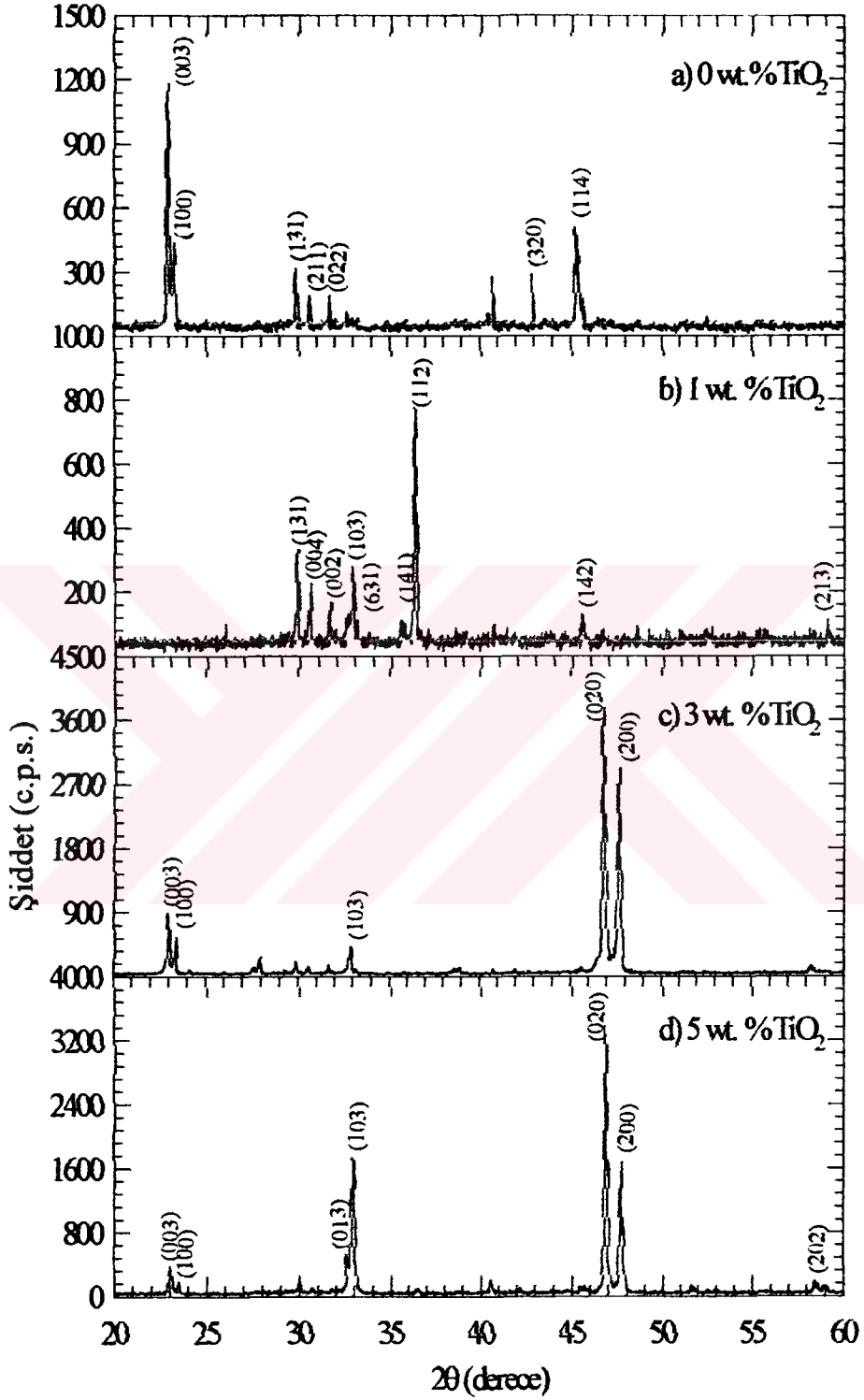
4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1 Giriş

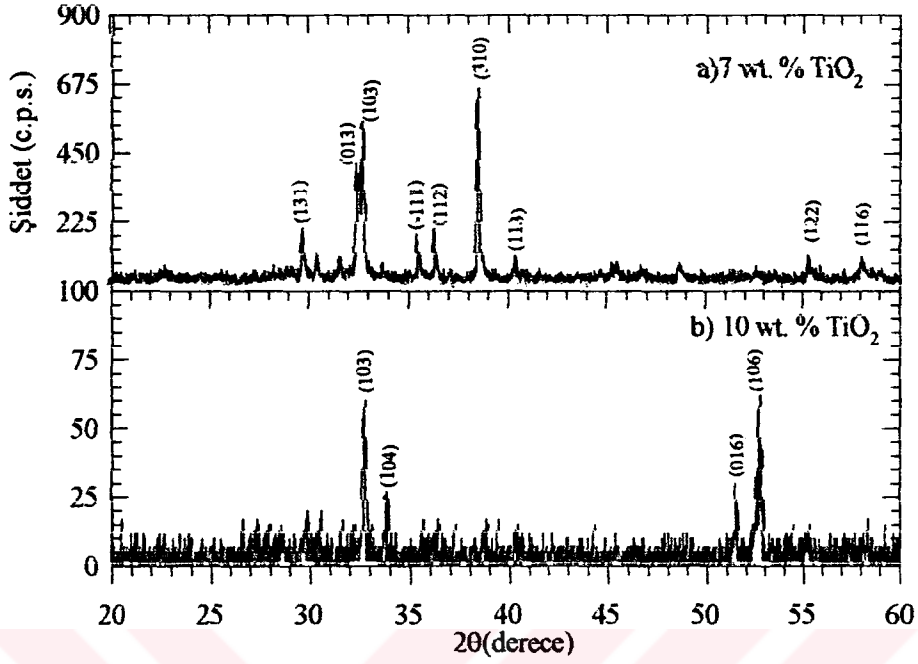
Eritme-Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme(FQMG) Yöntemi kullanılarak üretilen Y123 süperiletken numunelerine molar ağırlık olarak titanyum katkısı yapıldı. Süperiletken numunelere yalnız titanyumun etkisini araştırmak için tek bir ısıl prosedürü uygulandı. Bu yöntemle üretilen bulk numunelerin, yapısal ve fiziksel özellikleri incelendi. İncelemeler, x-ışını kırınım analizi, polarize ışık altında optik analizi, sıcaklıkla bir bobinin indüktansındaki değişimi ve kaldırma kuvveti ölçümleri yapılarak gerçekleştirildi.

4.2 X-Işını Kırınım Analizi

Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütme (FQMG) Yöntemi kullanılarak üretilen numunelerin şekil 34' teki oksijen altında tavlama işleminin ardından x-ışını kırınım desenleri elde edildi. FQMG metoduyla üretilen titanyum katkılı ve katkısız numunelerin x-ışını kırınım desenlerini $3^{\circ} \leq 2\theta \leq 70^{\circ}$ aralığı için ölçüldü. Şekil 40'ta %0, 1, 3, 5 ve şekil 41'de %7 ve 10 TiO₂ katkı içeren numunelere ait x-ışını kırınım desenleri görülmektedir. TiO₂ katkısız Y123 numunesi, (şekil 40 a) 2θ 'nın yaklaşık 29° 'ye eşit olduğu değerinde çok az miktarda yabancı (BaCuO₂ ve Y211) fazı içermektedir. Bu tip numunelerde taneler, a-b düzlemi boyunca büyümekte ve c-ekseni boyunca yönelme eğilimi göstermektedir. En yüksek şiddetteki (1200cps) x-ışını pik değeri 2θ 'nın yaklaşık 23° 'ye eşit olduğu noktada gözlemlendi. YBCO sisteminde yapının tetragonal veya ortorombik olduğunu anlamak için karakteristik (013), (103), (020), (200), (116) ve (213) piklerinin şiddetlerine bakılabilir (Kikuçi,1987). Şekil 40'ta görülen 2θ 'nin 46° - 48° değerleri arasındaki karakteristik iki pik (020) (200), ortorhombik YBCO kristal yapısını temsil eder. Temiz numunenin x ışını kırınım deseninde (şekil 40 a) Y211 fazına ait pikler görüldü. Numune soğumaya başladığı ve tanelerin oluştuğu esnada, sürenin yeteri kadar uzun tutulmaması bu fazın oluşmasına sebep olur. Soğuma esnasında sürenin uzun tutulması Y211 fazının, sıvı faz ile reaksiyonunu devam ettirir ve numune içindeki miktarını mümkün olduğu kadar azaltmış olur. Saf numune için piklerden

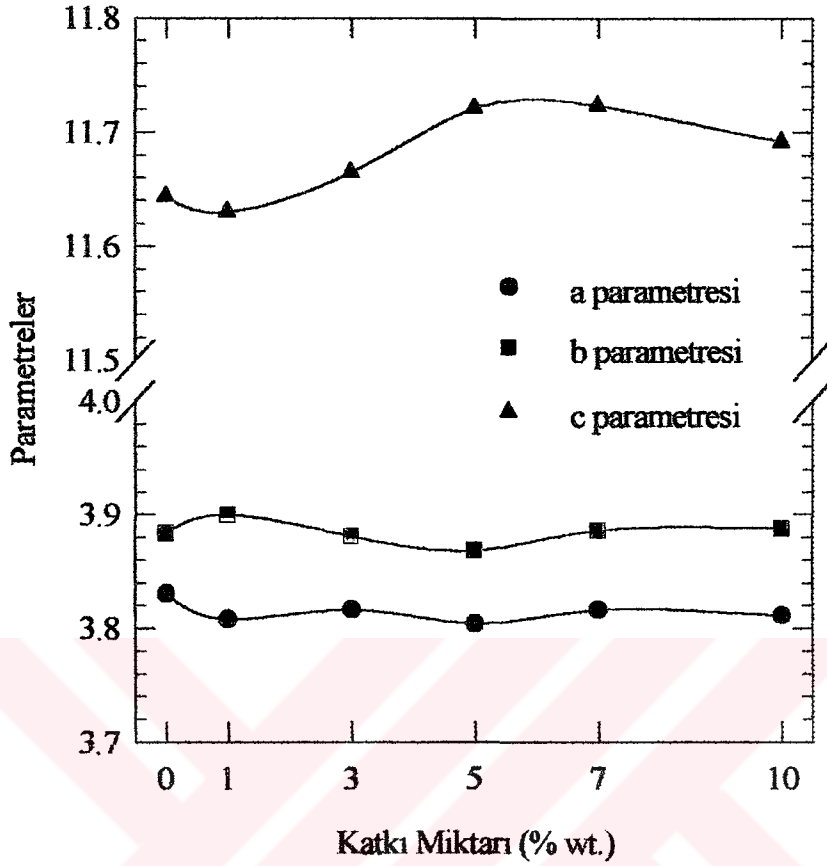


Şekil 40. Molar ağırlık olarak %0, 1, 3 ve 5 titanyum katkılı YBCO numunelerinin $2\theta = 20^\circ - 60^\circ$ arasındaki x-ışını kırınım desenleri.



Şekil 41. Molar ağırlık olarak % 7 ve 10 titanyum katkılı YBCO numunelerinin $2\theta = 20^\circ - 60^\circ$ arasındaki x-ışını kırınım desenleri.

hesaplanan örgü parametreleri $a = 3.8306\text{Å}$, $b = 3.8838\text{Å}$ ve $c = 11.6435\text{Å}$ olarak elde edildi. Saf numune için hesaplanan örgü parametreleri Kikuçhi'nin hesaplamış olduğu değerler ile uyum içindedir. Y123 içerisine TiO₂ katkı yapılmasından sonra incelenen kırınım desenlerinin hepsinde yapının ortorombik olduğu görüldü. Y123 içerisine TiO₂ katkı yapılması şekil 40 b'de görüldüğü gibi pik şiddetlerini değiştirmektedir. Numunelerin sahip olduğu en yüksek pik şiddeti değeri 2θ 'nın farklı değerlerinde görülmüştür. Bu durum, büyüme işlemi sırasında, büyüme yönünün zamanla değiştiğini gösterir. Yüksek sıcaklık oksit süperiletkenlerde tanelerin düzenlenmesi ve yönlendirmesinin artması kritik akım yoğunluğu değerini artırdığı bilinmektedir (Murakami, 1992). %3 ve 5 TiO₂ katkılı Y123 numunesi için en yüksek pik şiddeti, sırasıyla 2θ 'nin 47° 'ye eşit olduğu noktada yaklaşık 4500 ve 3500 cps olarak gözlemlendi. %7 ve 10 TiO₂ katkılı Y123 numunelerinde katkı miktarının artırılmasıyla pik şiddetlerinin ve sayılarının azaldığı görüldü. Kristal tanelerin boyutlarının küçülmesi, standart Y123'ün pik şiddetlerinin (~ 1000 cps) azaldığını açıklamaktadır. XRD piklerine göre, Y123'ün oluşumu esnasında Ti'un küçük parçacıklar halinde baryum konumlarında bulunabileceği düşünülmektedir.



Şekil 42. X - Işını kırınımı desenlerinden hesaplanan ortorhombik a, b, c örgü parametrelerinin molar olarak titanyum katkı miktarına bağlı değişimi.

Tablo 3. Titanyum katkılı ve katkısız numunelerin örgü parametreleri

Numune Adı	Örgü Parametreleri (Å)		
	a	b	c
SB-Ti-00	3.8306	3.8838	11.6435
SB-Ti-01	3.8080	3.9000	11.6300
SB-Ti-03	3.8166	3.8811	11.6650
SB-Ti-05	3.8041	3.8687	11.7211
SB-Ti-07	3.8166	3.8864	11.7232
SB-Ti-10	3.8115	3.8879	11.6917

Numunelerin örgü parametreleri, x ışını kırınım desenlerinden formül 15 kullanılarak hesaplandı. Tablo 3'te hesaplanan örgü parametre değerleri

görülmektedir. Şekil 42 'de parametrelerin, titanyum katkı miktarına bağlı olarak değişimi görülmektedir. Yapılan katkı miktarının artması, a ve b parametrelerinde çok fazla bir değişikliğe sebep olmazken; c parametresinde önce çok az bir artma ardından bir miktar azalma gözlemlendi.

4.3 Titanyum Katkılı ve Katkısız Numunelerin Optik Analizi

YBCO numunesinin fiziksel yapısını yani taneler arası teması ve tane içi yapıyı analiz etmek amacıyla optik analiz yapıldı. Eritme-Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme Yöntemiyle hazırlanan numunelerin parlatılmış üst yüzeylerinin, polarize ışık altında optik mikrografları çekildi. Fotoğraf çekimleri numuneye oksijen verilmesinden sonra gerçekleştirildi. Şekil 43 'te numunelere ait optik fotoğraflar görülmektedir.

Şekil 43 a'da saf YBCO numunesinin orta bölgesinden çekilmiş optik fotoğrafı görülmektedir. Her bir Y123 tanesi farklı yönde büyüme gösterdiği için polarize ışık altında farklı renkte görülmektedir. Önce kırmızı olan bölgeler, numunenin döndürülmesi ile yeşil, beyaz ve gri gibi farklı renklere sahip olmaktadır. Bu da her bir tanenin farklı yönde yönlendiğini göstermektedir. Y211 normal fazının numune içerisine koyu gri renkli noktalar biçiminde, küçük parçacıklar halinde tane içlerine ve tane sınırlarına dağıldığı görülmektedir. Bu fazın numuneye homojen ve küçük parçacıklar şeklinde dağıtılması, taneler arası teması ve dayanıklılığı artırır. Taneler arası bağın kuvvetli olmasının da kritik akım yoğunluğunu artırdığı bilinmektedir(Murakami 1992). Numunenin sahip olduğu 211 fazı numunenin tabanı ile üst yüzeyi arasında farklı oranlardadır. Numune tabanında daha fazla miktardadır ve tane içlerindeki oranla tane sınırlarında da daha fazladır. Titanyum katkısız saf numunenin optik fotoğrafında gözle görülür bir boşluk mekanizmasına rastlanmamıştır. Dolayısıyla kristal büyüme işleminde kullanılan ısıl işlem prosedürü, tanelerin birbirine kuvvetli bağlı olmasını sağlamıştır. Peritektik sıcaklığın üzerinde numunenin fırında aşırı tutulması, numune içerisinde Y211 fazı miktarının artmasına neden olur.

Reddy ve Rajasekharan yapmış oldukları çalışmada, Y123 kristallerinin büyümesinin iki şekillenime sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Bir süperiletken kristal tanenin büyüme yönü, ya diğer tanenin içine küçük açılar biçiminde dallanarak ya da

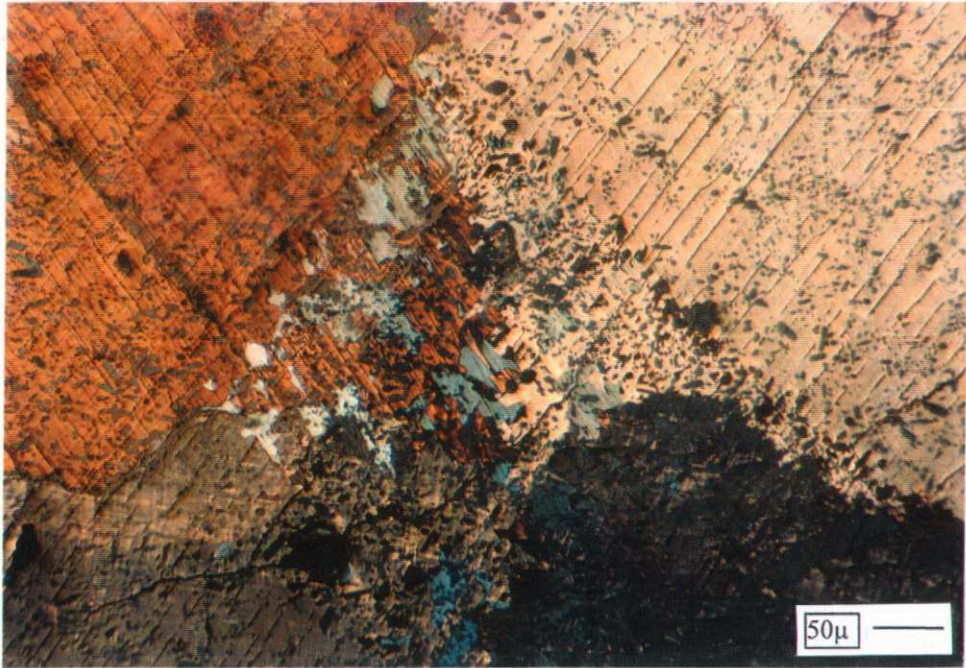
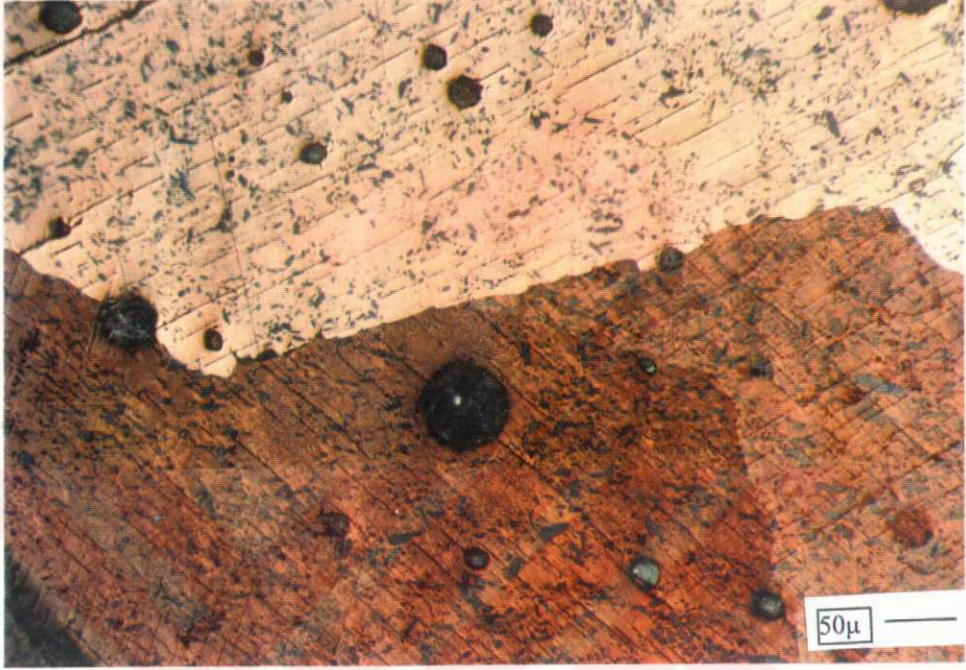
tane sınırı bölgelerinde birbirine paralel olarak oluştuğu ifade edilmektedir(Reddy, 1997). Eritme yöntemiyle hazırlanmış numunelerin, c-ekseni yönünde yönlenime sahip pek çok paralel düzlem içerdiği ve iri taneli kristallerin numunede meydana gelen sıcaklık gradiyentinden dolayı oluştuğu ifade edilmiştir. (Reddy, 1997).

Fotoğraflarda farklı renklere ve kristal yönlenmelerine sahip tane içlerinde yaklaşık olarak birbirine paralel ve c eksenine dikey doğrultuda çatlaklar ve ikizlenme zorları(twin) görülmektedir. Süperiletken numunelerin tane içlerinde görülen bu kusurların, düşük sıcaklıklarda oksijen altında tavlama esnasında oluştuğu ileri sürülmüştür (Murakami, 1991; Kim, 1997).

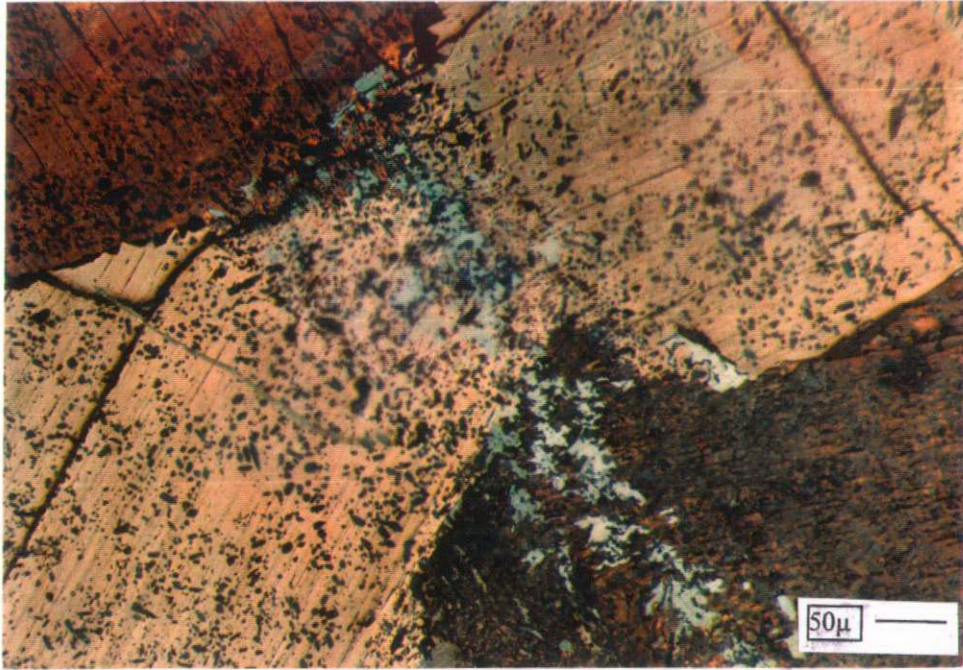
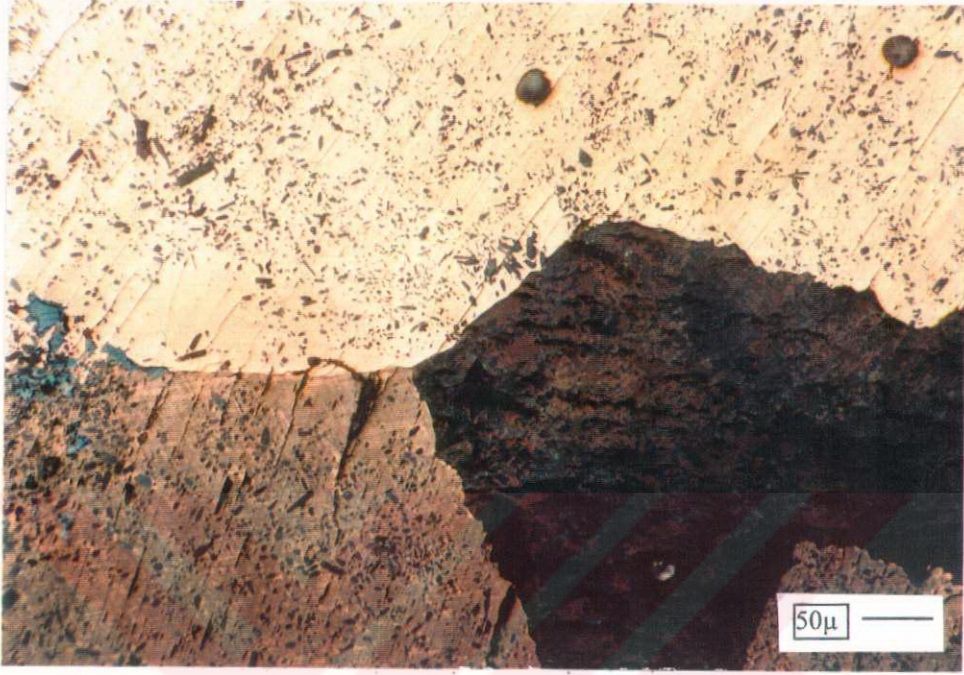
Eritme yöntemiyle üretilen numuneler, yoğunluk bakımından diğer yöntemlerle üretilen numunelerden daha yoğundur. Yoğunluğu yüksek olan bu numunelere, oksijen verilmesi esnasında, iç kısımlara yeteri kadar oksijen giremez ve sonuç olarak, iç bölgelerde tetragonal yapılı kısımlar bulunabilir. Ancak numune yüzeyinde bulunan çatlaklar, dislokasyonlar ve boşluklar, oksijenin tavlama esnasında numunenin iç bölgelere ulaşmasında etkili olabilir.

Tetragonal-ortorhombik faz geçişi esnasında örgüye oksijen girişinden dolayı numunede hacimsel bir büyüme meydana gelir. Meydana gelen bu büyüme tanelerin birbirleri ile olan temas yüzeylerinde oksijen miktarına bağlı olarak bir miktar açılmaya ve gerilmeye neden olur. Ancak tane içlerinde ve tane sınırlarında bulunan Y211 fazı sayesinde, bu gerilme kuvveti numune geneline dağıtılarak azaltılmış olur. Titanyumun tane içine dağılarak, gerilme kuvvetini azalttığı düşünülmektedir.

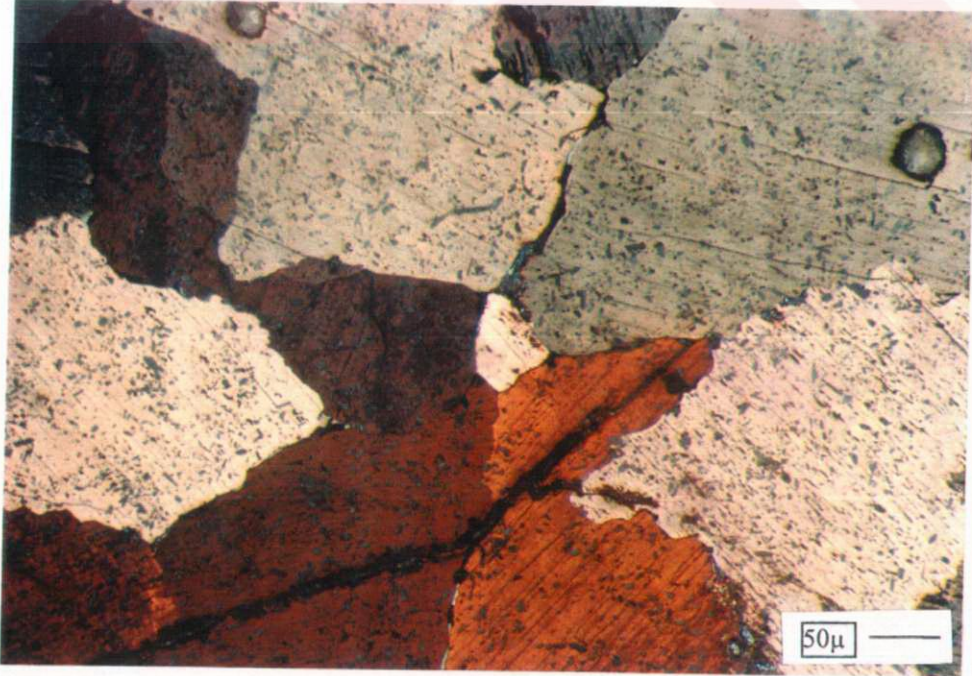
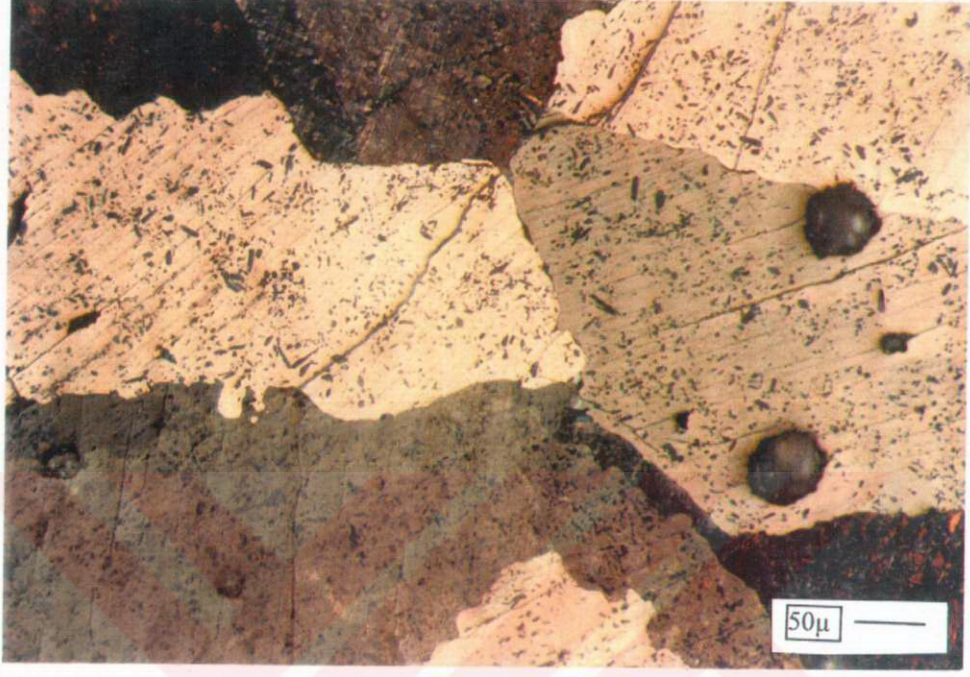
Şekil 43 b, molar ağırlık olarak %1 titanyum içeren numuneye aittir. Bu numunenin kristal tane boyutlarının, saf numunenin kristal tane boyutlarına göre küçük olduğu ve Y211 fazının daha küçük boyutlarda dağıldığı görülmektedir. Yapılan titanyum katkısının YBCO birim hücrelerinin içerisine girmediği ve tane sınırlarında tuzaklandığı(hapsedildiği) düşünülmektedir. Bunun sonucu olarak da, tane boyutlarının bir miktar küçüldüğü ve toplam hacim içerisinde sayılarının arttığı fotoğraflardan görülmektedir. Numunenin sahip olduğu tane sayısının hacim içerisinde artması, tane sınırlarının artmasına, dolayısıyla kusurların(dislokasyonlar) artmasına sebep olur. Kusurları fazla olan numunelerin kritik akım yoğunlukları düşüktür ve alan altında yapılan ölçümlerde bu kusurlu ortamlardan alan numune içerisine girer. Literatürde bu bölgeler normal bölgeler olarak adlandırılmaktadır.



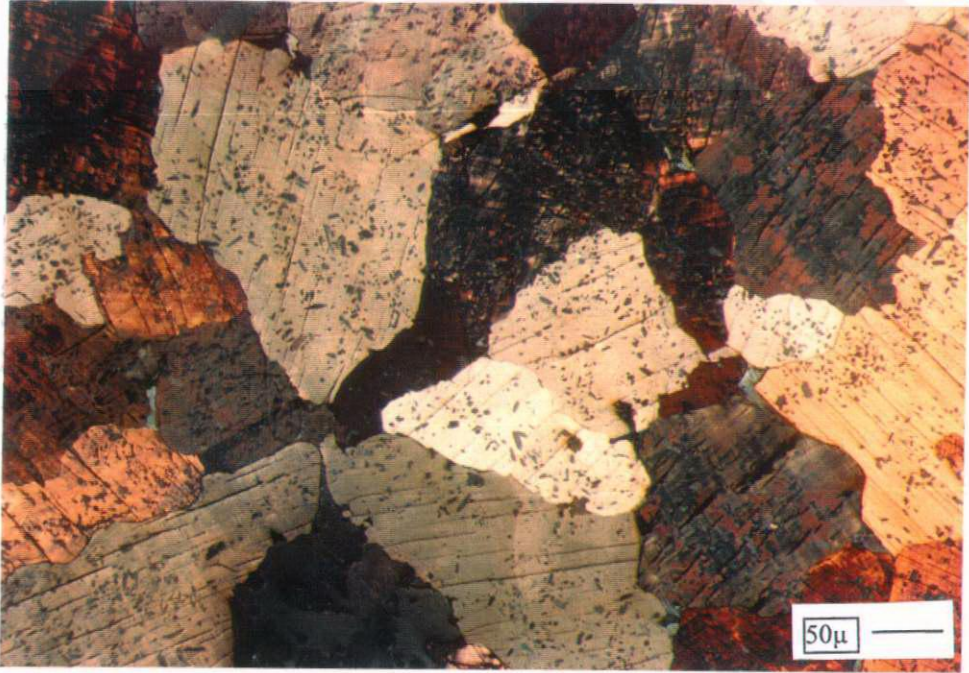
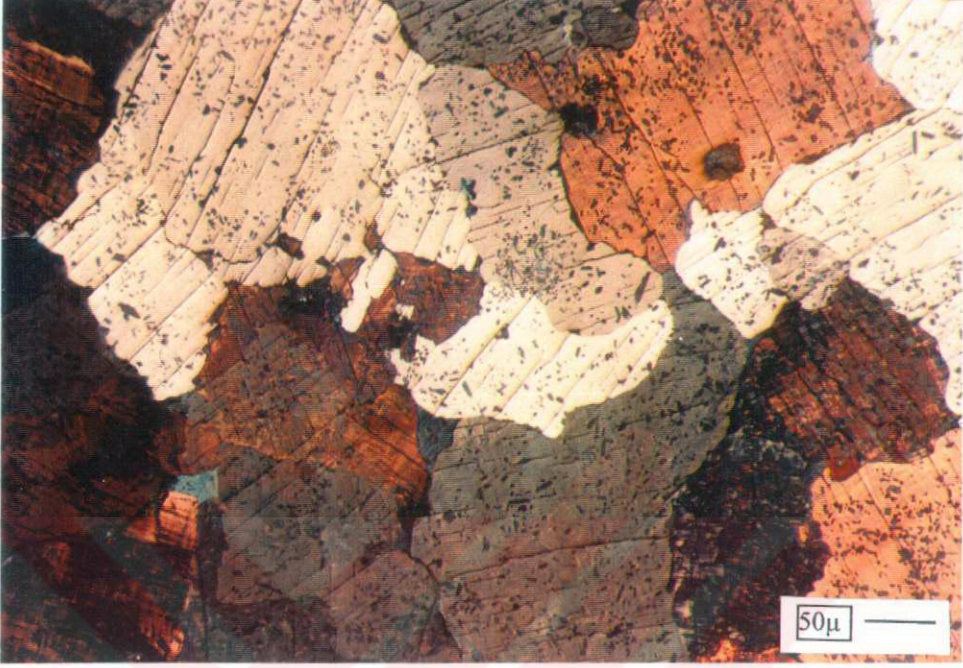
a) Saf Y123 numunesinin optik fotoğrafları



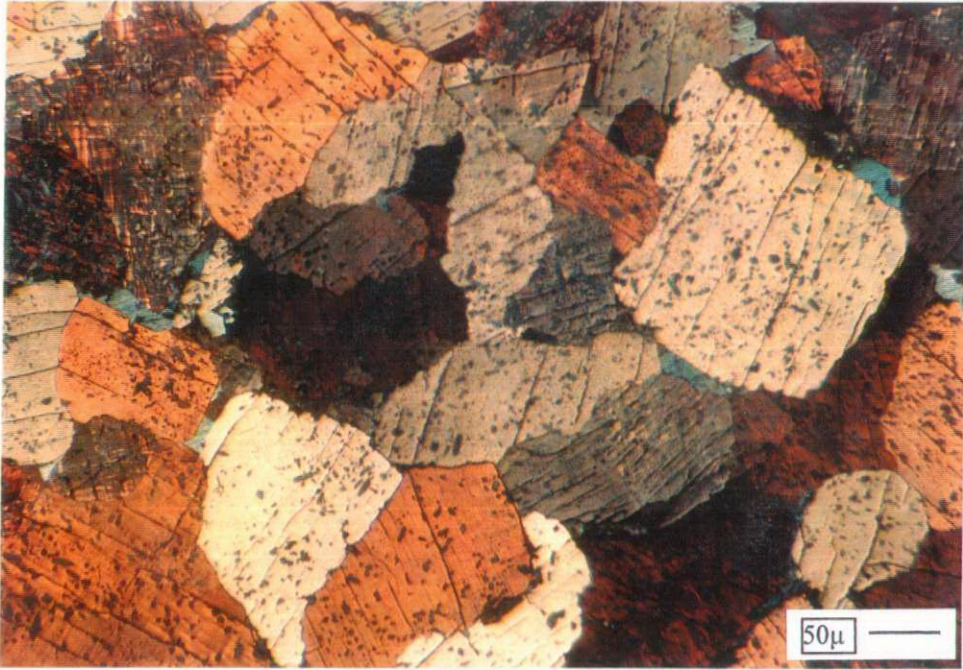
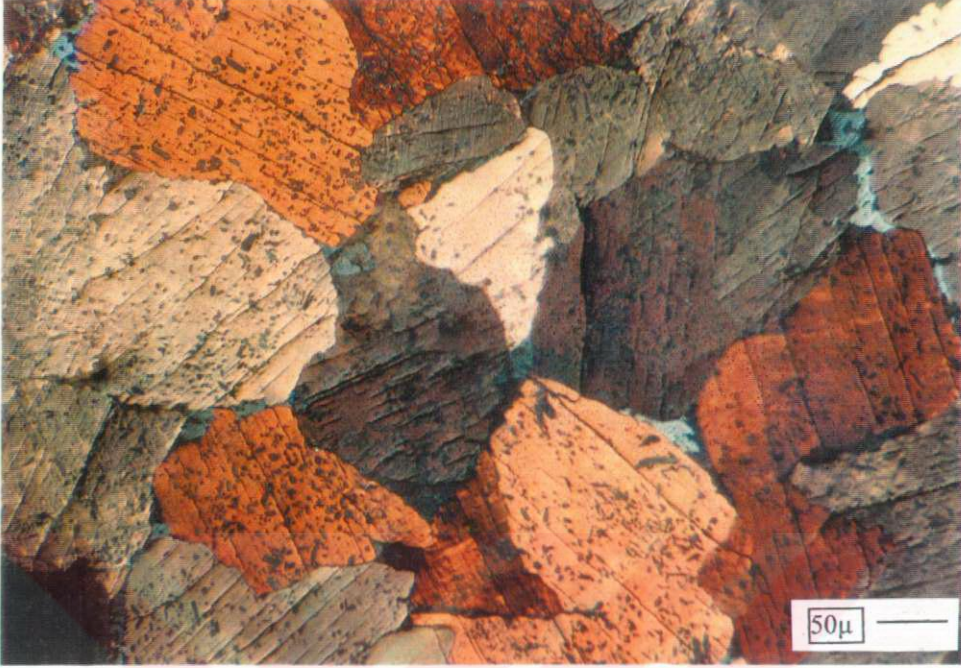
b) %1 Ti katkılı Y123 numunesinin optik fotoğrafları



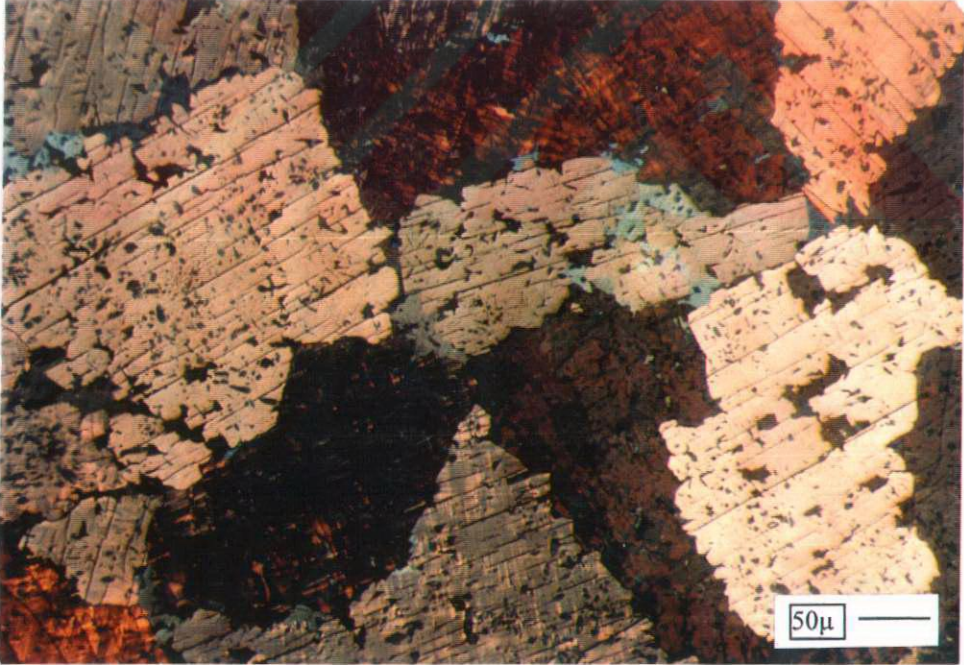
c) % 3 Ti katkılı Y123 numunesinin optik fotoğrafları



d) % 5 Ti katkılı Y123 numunesinin optik fotoğrafları



e) % 7 Ti katkılı Y123 numunesinin optik fotoğrafları



f) % 10 Ti katkılı Y123 numunesinin optik fotoğrafları

Şekil 43. Titanyum katkısız ve katkılı numunelerin polarize ışık altında çekilen optik fotoğrafları a) katkısız, b) %1, c) %3, d) %5, e) %7 ve f) %10 Ti katkılı.

Şekil 43 c ve d 'de katkı miktarının artmasıyla tane büyüklüklerinin iyice küçüldüğü görülmektedir. Şekil 43 e ve f 'de ise tane büyüklüklerinde çok az bir artma olduğu gözlenmiştir. Ancak bu son iki numunede tane sınırlarında kusurlu bölgelerin arttığı gözlenmiştir.

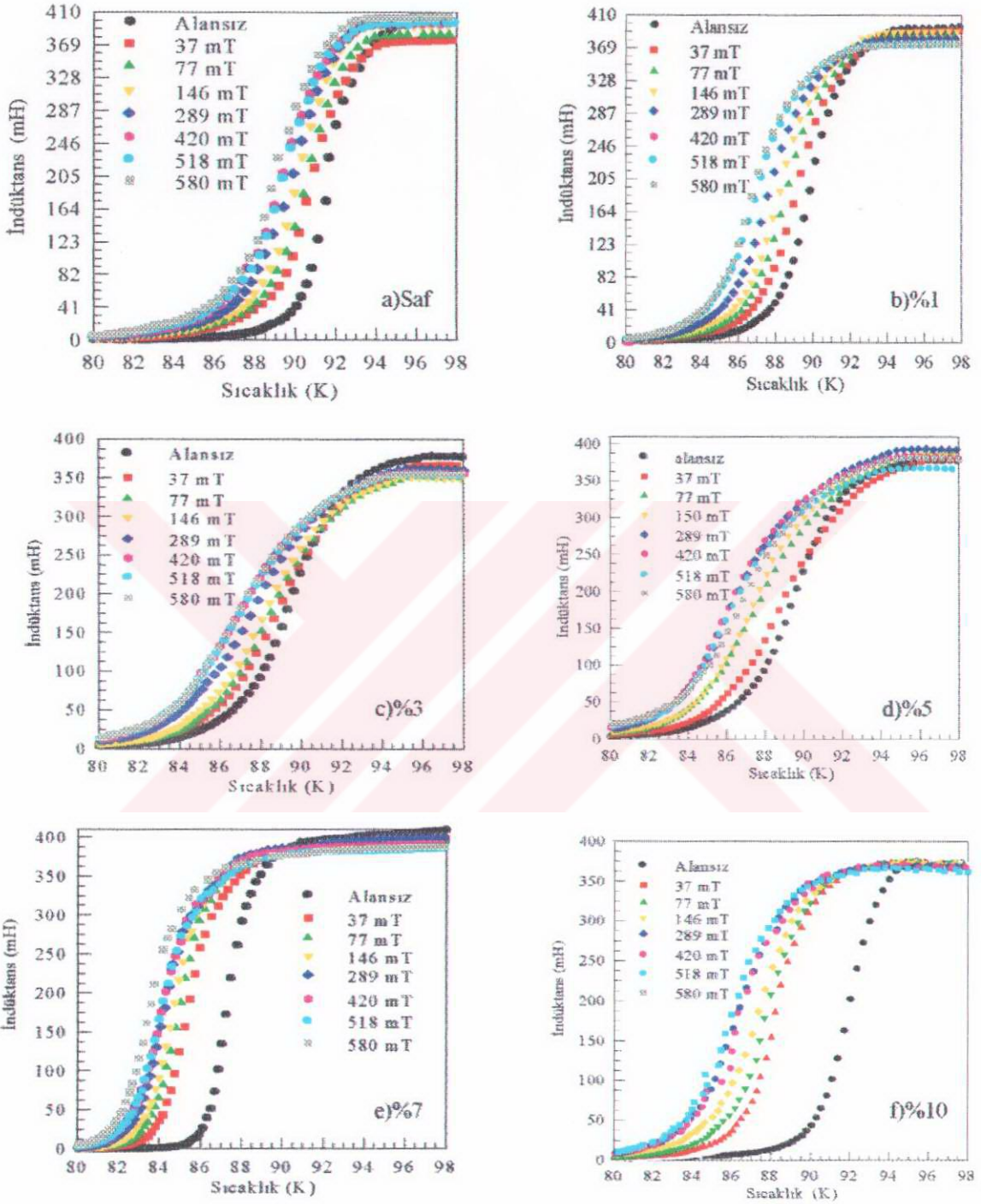
Optik fotoğrafların tümü dikkate alındığında titanyum katkısının tane içlerine girdiği, tane büyüklüklerini küçülttüğü, tane sınırlarında kusurlu bölgeleri artırdığı ve Y211 fazının boyutlarını tane içlerindeki bölgelerde gittikçe küçülttüğü düşünülmektedir.

4.4 Manyetik Alan Altında İndüktans-Sıcaklık Ölçümü

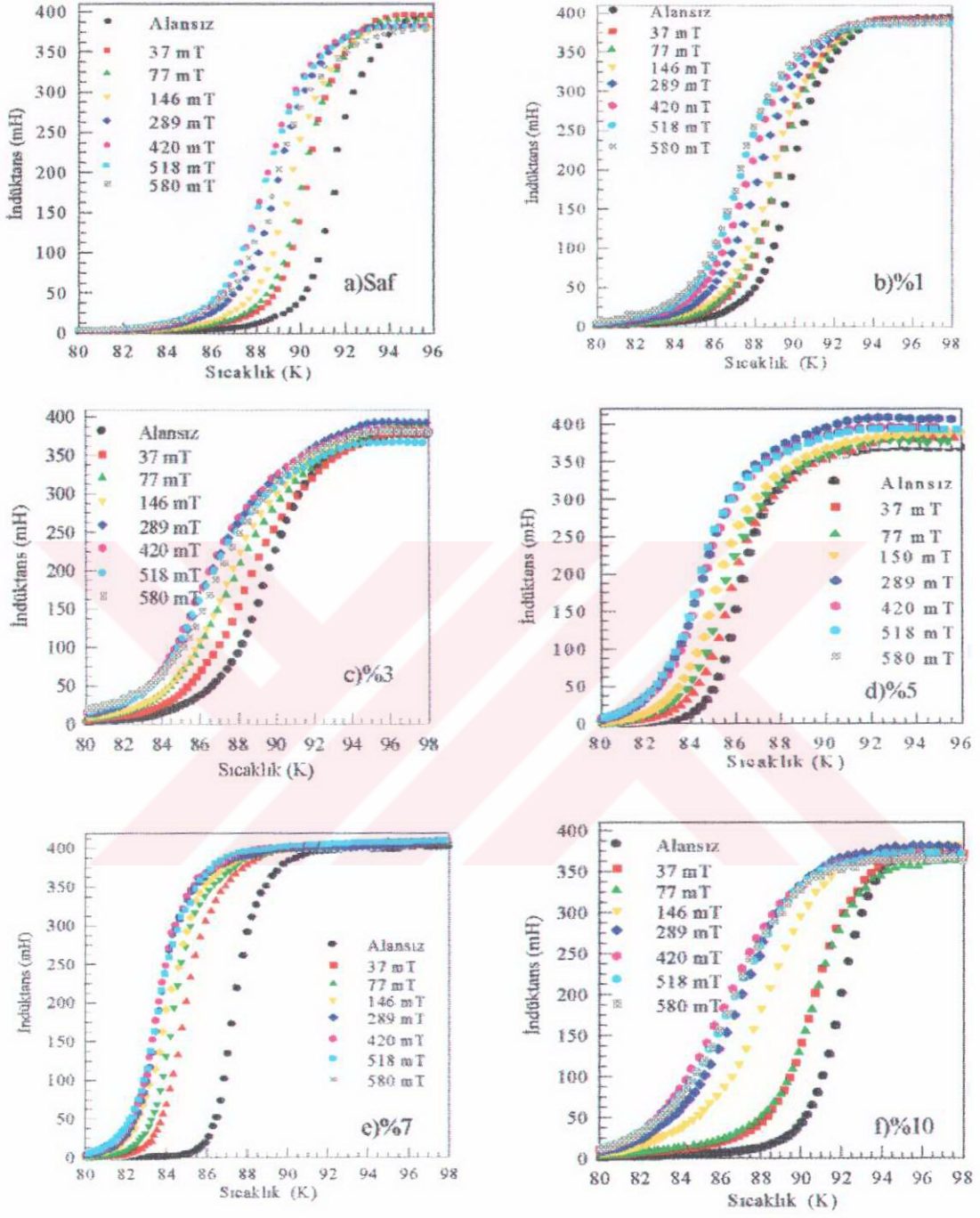
Bulk halinde üretilmiş numunelerin süperiletken-normal hal geçişleri esnasında sahip oldukları kritik geçiş sıcaklıkları şekil 38'de gösterilen düzenek vasıtasıyla ölçüldü. Ölçümler süperiletken numunelerin bilinen diamagnetik-paramagnetik geçiş özelliği dikkate alınarak ve sıcaklıkla bir bobinin indüktansındaki değişim, indüktansmetre vasıtasıyla bilgisayara aktarılarak gerçekleştirildi. Alan altında soğutma(FC) ve alansız ortamda soğutma(ZFC) olmak üzere iki farklı rejimde ölçüm alındı. Ölçüm esnasında numuneler sıvı azot sıcaklığına(77 K) soğutulup, yavaş adımlarla ısıtıldı. Veriler numuneler ısıtılırken alındı.

YBCO numunesi oksijene çok duyarlı bir malzemedir. Oksijen ortamında tavlama yapılan numunelerde Tetragonal-ortorombik faz geçişi meydana gelir. Oksijen miktarına bağlı olarak kristalik örgü yapısında meydana gelen değişim şekil 12'de görülmektedir. Eritme yöntemiyle hazırlanmış ve oksijen verilmiş numunelerin Özdirenç sıcaklık eğrilerindeki keskinliğin, oksijen verilmemiş numunelerin özdirenç sıcaklık grafiklerindeki keskinlikten daha fazla olduğu rapor edilmiştir (Ateş, 1998). Numuneye oksijen verilmesinin geçiş sıcaklığını, kritik akım yoğunluğunu ve zayıf bağların ve mikroçatlakların miktarını artırdığı bilinmektedir (Murakami,1992).

Katkılı ve katkısız numunelerin ZFC ve FC rejimlerinde, 0 ile 580 mT değerleri arasındaki değişik alanlarda elde edilen indüktans- sıcaklık eğrileri, şekil 44 ve şekil 45 'te görülmektedir. Tüm ölçümlerde, alan değerinin artırılmasıyla, geçiş sıcaklık değerinin düzenli bir şekilde azaldığı, eğrilerde meydana gelen yarılmalara arttığı ve alan altında soğutma(FC) işleminde numunelerin daha fazla bozulduğu görülmektedir.



Şekil 44. Numunelerin alan altında soğutma(FC) rejiminde ölçülen İnduktans-Sıcaklık değişimleri. a) Katkısız Y123, b) % 1, c) % 3, d) % 5, e) % 7, f) % 10 Ti katkılı numune.



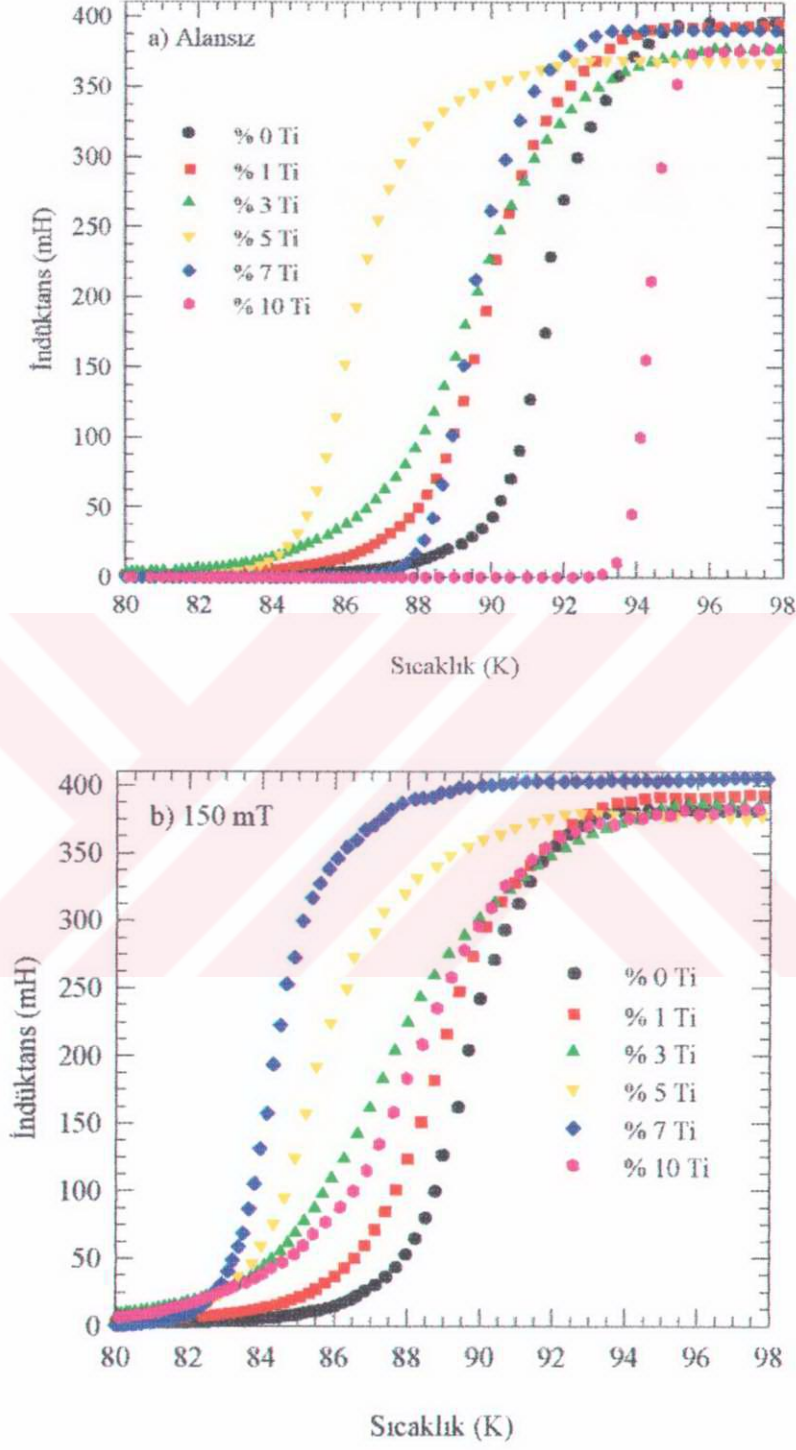
Şekil 45. Numunelerin sıfır alanda soğutma(ZFC) rejiminde ölçülen İndüktans-Sıcaklık değişimleri. a) Katkısız Y123, b) % 1, c) % 3, d) % 5, e) % 7, f) % 10 Ti katkılı numune.

Numunelerin katkı miktarına bağılı olarak belirli alanlarda elde edilen indüktans-sıcaklık grafikleri şekil 46 a ve b 'de görülmektedir. Sıfır alanda ve 150 mT alanlarda elde edilen grafiklerde geçiş sıcaklıkları, alanın artmasıyla düşük sıcaklık bölgelerine doğru kaymıştır. Bu eğrilerden numunenin süperiletken taneleri arasında zayıf bağın (weak-links) var olduğu düşünülmektedir. Bu zayıf bağ davranışının, taneler arasında süperiletken olmayan fazların ve dislokasyonların varlığından dolayı meydana geldiği bilinmektedir(Murakami,1992). Manyetik alan, bir süperiletken numuneye öncelikle zayıf bölgelerden (tane sınırlarından) nüfuz eder ve alanın artışıyla, tane sınırlarının yanı sıra tane içlerine doğru da nüfuz etmeye başlar. Bunun sonucu olarak öncelikle tane sınırlarındaki süperiletkenlik ortadan kalkar ve numunenin sıfır direnç geçiş sıcaklığının düşmesine neden olur.

Süperiletkenler tane içi ve taneler arası kritik akım yoğunluğu olmak üzere iki kritik akım yoğunluğuna sahiptir. Genel olarak tane içi kritik akım yoğunluğu, taneler arası kritik akım yoğunluğundan çok yüksektir ve bu kritik akım yoğunlukları uygulanan manyetik alana bağlıdır (Yanmaz,1994; Çelebi, 1994). Dışarıdan uygulanan alan tarafından numune içerisinde oluşturulan kritik akım yoğunluğu, taneler arası kritik akım yoğunluğuna yaklaştığı zaman öncelikle taneler arasındaki süperiletkenlik ortadan kalkar ve geçiş sıcaklığının bir miktar düşmesine neden olur.

İkinci tip süperiletkenlerde manyetik alan H_{c1} ile H_{c2} arasında olduğu zaman numunede girdaplar meydana gelir ve tane içindeki süperiletkenliğin varlığı devam eder. Ancak, uygulanan alan H_{c2} 'ye ulaştığı taktirde tane içindeki süperiletkenlik de ortadan kalkar ve numune normal hale döner. Eritme yöntemiyle hazırlanan numuneleri normal hale getirmek için uygulanması gereken manyetik alan değeri çok yüksektir. Bu yüzden eğriler uygulanan manyetik alan değerinin, tane içindeki süperiletkenliği ortadan kaldıracak değerde olmadığını göstermektedir.

Şekil 46 a 'da Ti katkı miktarına göre sıcaklığın indüktanstaki değişimi görülmektedir. Ölçümler esnasında numuneye alan uygulanmamıştır. Katkı miktarının %1 ile 5 arasında artırılması geçiş sıcaklığını büyük ölçüde düşürmüştür. %7 ve 10 titanyum katkılı numunelerde ise çok az bir artmaya sebep olduğu gözlenmiştir. Katkı miktarına göre elde edilen indüktansın sıfır değerindeki geçiş sıcaklık değerleri tablo 4'te verilmiştir. Katkı miktarının artması T_c üzerinde çok fazla bir değişikliğe sebep olmayıp, bir miktar düşürmüştür.



Şekil 46. Geçiş sıcaklığının(T_c), a) Sıfır alanda, b)150 mT alanda Ti katkı miktarına göre, sıcaklığa bağlı değişimi.

Dışarıdan uygulanan 150 mT alan altında numunelerin katkı miktarlarına bağlı olarak indüktans-sıcaklık değişimi, şekil 46 b 'de görülmektedir. Grafikten de görüldüğü gibi katkı miktarının artması sabit alanda T_c geçiş sıcaklığının azalmasına sebep olmuştur. Katkı miktarına göre, 150 mT alandaki ölçüm eğrilerinden hesaplanan geçiş sıcaklık değerleri tablo 5'te verilmiştir.

Tablo 4. Titanyum katkılı numunelerin sıfır alandaki T_c geçiş sıcaklıkları.

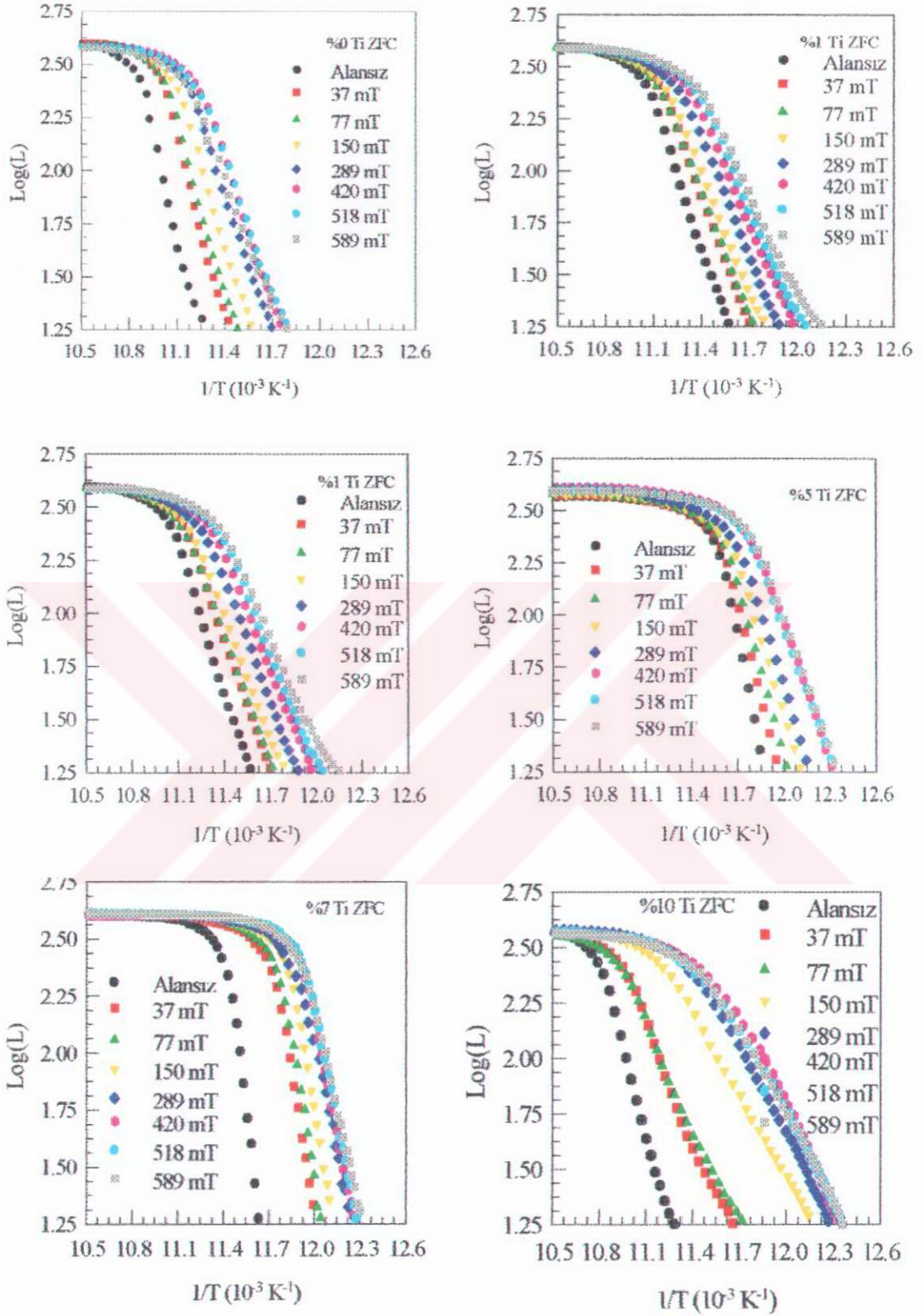
Numune Adı	SB-Ti-0	SB-Ti-01	SB-Ti-03	SB-Ti-05	SB-Ti-07	SB-Ti-10
T_c Geçiş Sıcaklığı(K)	93.0	92.4	91.7	88.8	90.1	93.1

Tablo 5. Titanyum katkılı numunelerin 150 mT.(FC) alandaki T_c geçiş sıcaklıkları.

Numune Adı	SB-Ti-0	SB-Ti-01	SB-Ti-03	SB-Ti-05	SB-Ti-07	SB-Ti-10
T_c Geçiş Sıcaklığı(K)	91.2	90.5	89	87.9	86.4	84.9

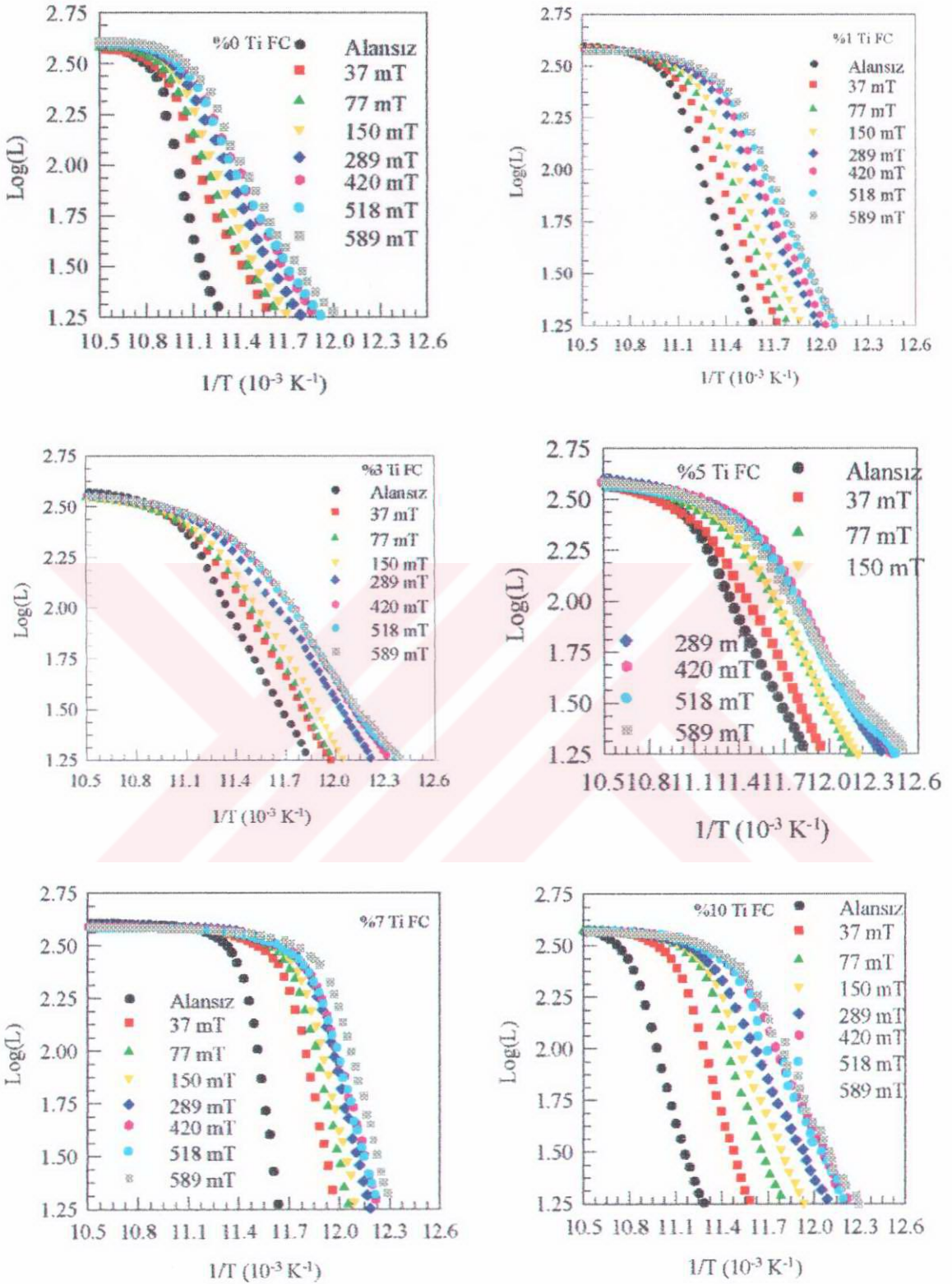
4.5 Titanyum Katkılı ve Katkısız Numunelerin Aktivasyon Enerjileri

Şekil 47 ve 48, Eritme yöntemiyle üretilmiş süperiletken numunelerin Arrheniuss eğrilerini göstermektedir. Arrhenius eğrilerinin eğimleri, ısıyla uyarılan akı akışı (Thermally Activated Flux Flow (TAFF)) veya akı sürüklenmesi (Flux Creep) için aktivasyon enerjileri ile bağlantılıdır. Aktivasyon enerjisi(U_0), manyetik alan ve sıcaklığın fonksiyonu olan $\rho(T,B)$ ile $\rho(T,B) = \rho(T^*,B)e^{-U_0/kT}$ şeklinde ilişkilidir. Bu formülü numunenin paramagnetik-diamagnetik geçişi esnasında bir bobinin indüktansındaki sıcaklığa bağlı değişimi ifade eden formüle uyarlayacak olursak $L(T,B) = L(T^*,B)e^{-U_0/kT}$ elde edilir. Burada $L(T^*,B)$ B alanındaki ve geçiş noktasını yansıtan T^* sıcaklığına karşılık gelen indüktansı göstermektedir. Şayet $U_0(T,B)$ aktivasyon enerjisi, sıcaklıktan bağımsız ise, Arrhenius eğrilerinin eğimi aktivasyon enerjisine karşılık gelmektedir.



Şekil 47. Numunelerin alansız soğutma(ZFC) rejimindeki $\text{Log}(L)$ - $1/T$ değişimleri.

a) Katkısız Y123, b) %1, c) %3, d) %5, e) %7 ve f) %10 Ti katkılı numune.



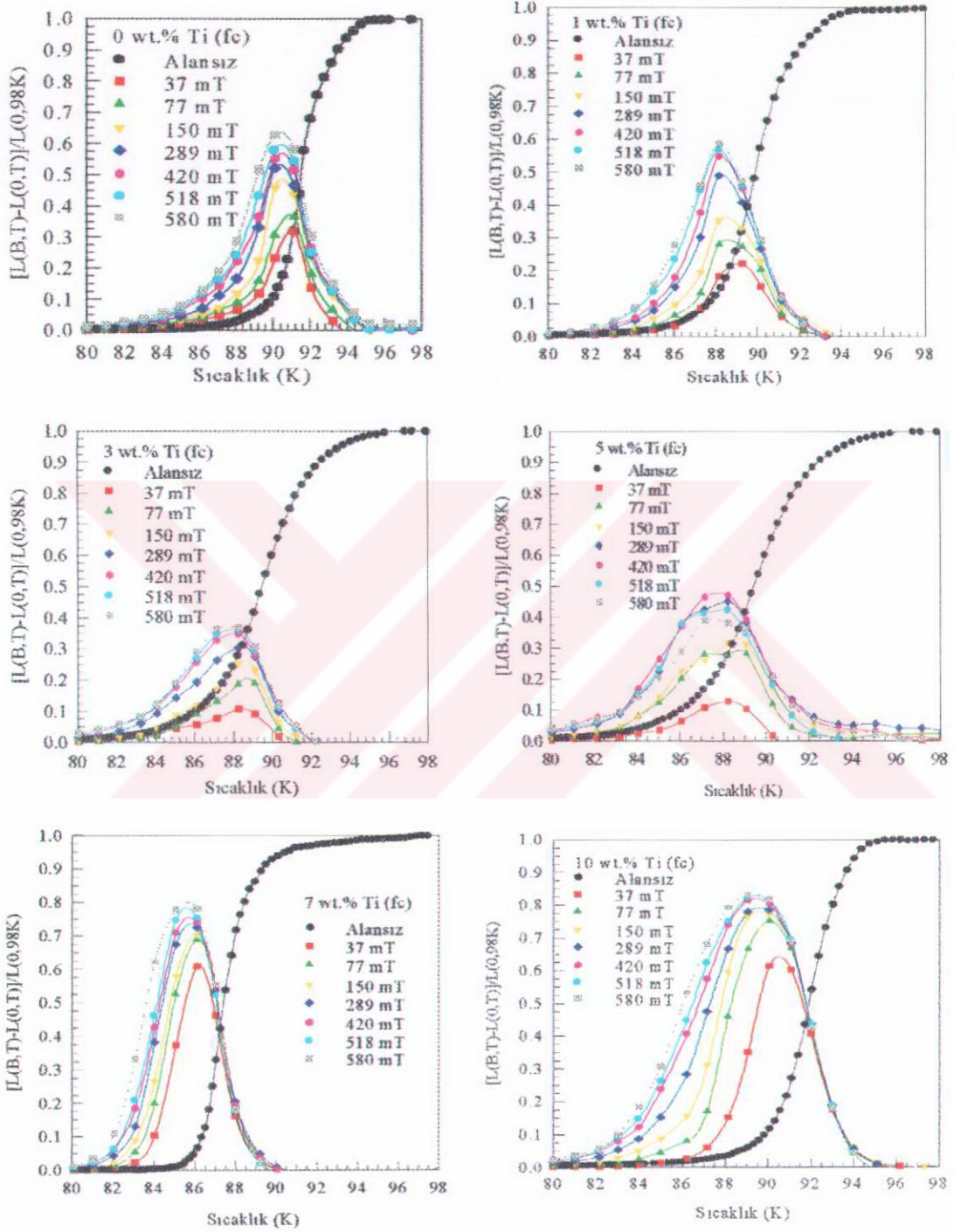
Şekil 48. Numunelerin alan altında soğutma(FC) rejimindeki $\text{Log}(L)$ - $1/T$ değişimleri.
a) Katkısız Y123, b) % 1, c)%3, d)%5, e)%7 ve f)%10 Ti katkılı numune.

Manyetik alan altındaki II. Tip süperiletkenlerde, girdaplar veya akı örgüleri düzenli dizilişe sahiptir(Abrikosov, 1957). Her bir girdap $\phi_0 = h/2e$ bir akı kuantumu'na sahiptir. Numune içerisinde normal fazlardan ve dislokasyonlardan dolayı oluşan pinning merkezleri akı çizgilerinin çivilenmesini(tutulmasını) sağlar. Girdapların hareketi üzerinde hem manyetik alanın hem de sıcaklığın etkisi vardır. Şekil 44 ve 45'te görülen indüktansın manyetik alan altındaki sıcaklıkla değişimi, geçiş sıcaklığı civarında(T_c) olduğu için eğrilerin genişlemesi üzerinde manyetik alan etkisinin yanı sıra ısısal etkide aynı rol almıştır. Süperiletken içinde her bir girdap, yerel bir elektrik alanı meydana getirir. II. tip süperiletkenlerde akıların hareketi pinning merkezleri yardımıyla durdurulabildiği için yüksek değerlerde akım taşıyabilmek mümkündür. Safsızlıklar ve kusurlar pinning merkezi olarak görev yapmaktadır(Gotoh, 1990).

Numunelerin TAFF bölgesindeki aktivasyon enerjilerini hesaplamak için Şekil 44 ve 45'den elde edilen ($\log L - 1/T$) Arrhenius eğrileri şekil 47 ve 48 'de görülmektedir. Şekilde, uygulanan bütün alan değerleri için ($\log L - 1/T$) değişim eğrilerinin belirli aralıkta eğimlerinin yaklaşık doğru çizgiler şeklinde olduğu ve dolayısıyla bu aralıklarda hesaplanan aktivasyon enerjisinin sıcaklıktan bağımsız olduğu görülmektedir. Bu aralıktaki eğimlerden hesaplanan aktivasyon enerjileri Tablo 6'da verildi. Sonuç olarak, sıfır alanda soğutma rejiminde manyetik alanın artmasıyla aktivasyon enerjisi azalır. Ancak grafiklerden hesaplanan aktivasyon enerji değerleri bir miktar azalmanın ardından çok az bir artma göstermiştir.

Tablo 6. Numunelerin değişik alanlarda hesaplanan aktivasyon enerjilerinin katkı miktarına göre değişimi.

Manyetik Alan(mT)	Aktivasyon Enerjileri (eV)					
	SB-Ti-0	SB-Ti-1	SB-Ti-3	SB-Ti-5	SB-Ti-7	SB-Ti-10
Alansız	0.3002	0.2156	0.1233	0.1354	0.6037	0.2301
150 (ZFC)	0.2156	0.16387	0.10847	0.1196	0.330	0.1044
150 (FC)	0.1682	0.1671	0.1113	0.1035	0.282	0.1638



Şekil 49. Katkılı ve katkısız numunelerin FC rejimi için değişik alan değerlerindeki delta(L)-T değişim eğrileri.

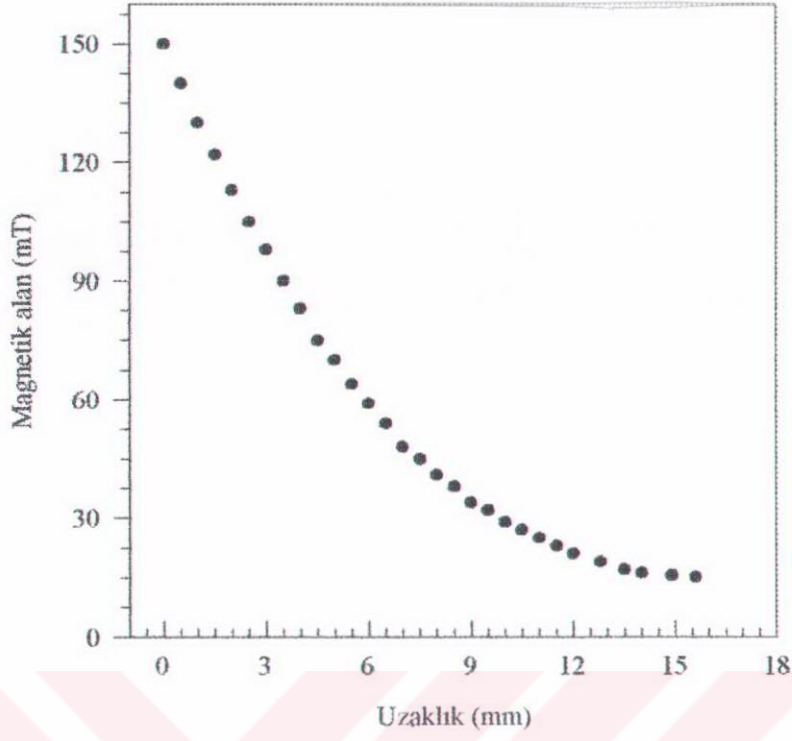
Şekil 49'da t_i katkılı ve katkısız numunelerin alan altında soğutma ve alansız soğutma rejimlerinde ölçülen, normalize edilmiş indüktans değişimlerini göstermektedir. Bu grafiklerde hesaplanan her bir veri belirli bir alanda ve sıcaklıktaki indüktans değişimi değerinden alansız ölçümün aynı sıcaklıktaki indüktans değişimi değeri çıkarılarak ve 98 K sıcaklığındaki indüktans değişimi değerine bölünerek elde edildi. Alan altında elde edilen şekillerde, taneler arası sınır bölgelerdeki akılara karşılık gelen düşük sıcaklık piki görülmüştür. Dışarıdan uygulanan magnetik alan artmasıyla eğrinin altındaki alan artmakta ve bu da numunenin bozulmaya başladığını göstermektedir (Mogilko, 1997). Grafiklerde dışarıdan uygulanan magnetik alan numune içindeki kristal tanelerin süperiletkenliğini ortadan kaldıracak derecede yüksek olmadığı için düşük sıcaklık piki gözlenmemiştir. Kristal taneler içerisindeki çok sayıda çivileme(pinnig) merkezinin varlığı sayesinde akı çizgileri buralara tutunarak süperiletkenliği devam ettirmektedir.

4.6 Kaldırma Kuvveti Ölçümleri

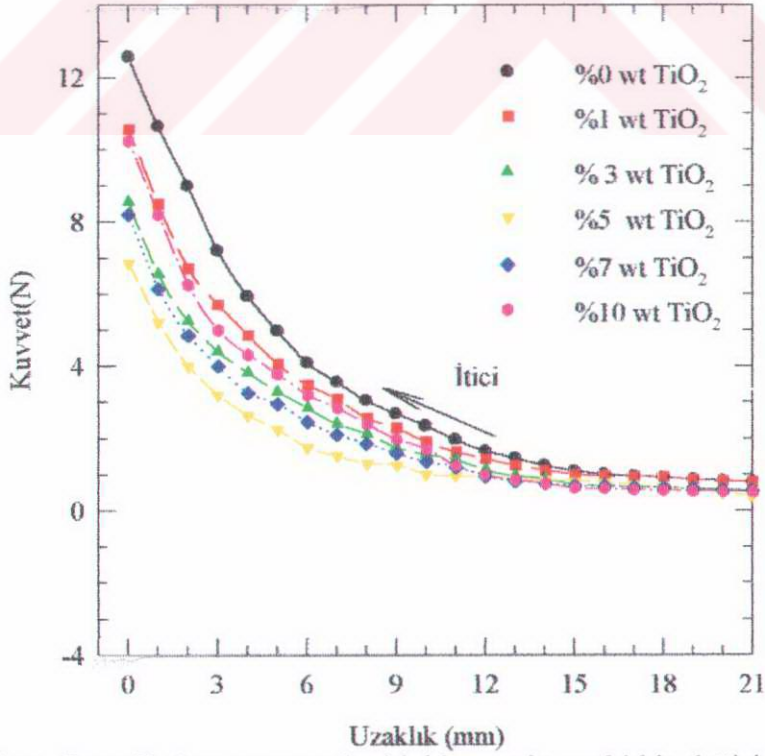
Numunelerin manyetik alan altındaki itici ve çekici kuvvet grafikleri şekil 39'daki düzenek vasıtasıyla, numune ile kalıcı mıknatıs arasındaki uzaklığın fonksiyonu olarak ölçüldü. Kaldırma kuvveti ölçümleri, alansız ortamda soğutma(ZFC) rejiminde gerçekleştirildi. Manyetik alanın numuneye yaklaştırılması(M^+) ve uzaklaştırılması(M^-) esnasında sahip olduğu toplam manyetizasyonu, kritik akım yoğunluğu cinsinden $2(M^+ + M^-) = \mu_0 J_c r$ biçiminde yazılabilir. Bu eşitlikte r , numunenin kalınlığıdır. μ_0 ortamın manyetik geçirgenlik katsayısıdır (Johansen, 1994).

Şekil 50'de kalıcı mıknatısın, gaussmetre tarafından uzaklığın fonksiyonu olarak ölçülen magnetik alan değerlerini göstermektedir. Mıknatıs uzaklaştıkça alan değeri exponansiyel olarak azalmaktadır.

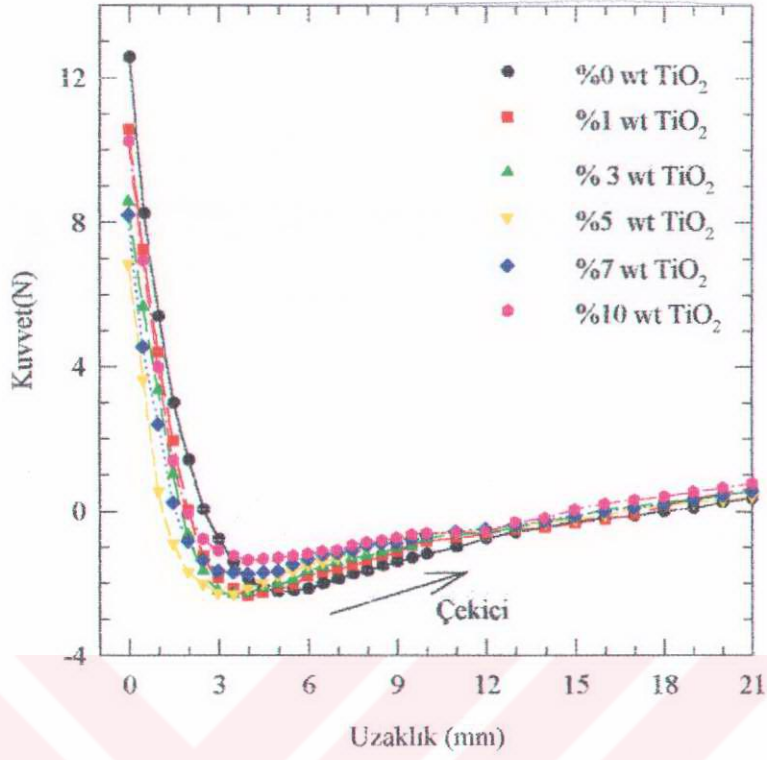
Şekil 51, sıvı azot sıcaklığına soğutulmuş numunenin, Nd-Fe-B kalıcı mıknatısa yaklaştırılırken elde edilen itici kuvvet-uzaklık grafiğini göstermektedir. Grafikten de görüldüğü gibi saf olan numunede daha fazla itici kuvvet gözlenmiştir. Titanyum katkı miktarı arttıkça itici kuvvet değeri azalmıştır. Dolayısıyla numuneye katkı miktarının artırılmasıyla, sıvı azot sıcaklığına soğutulmuş olan numunelere



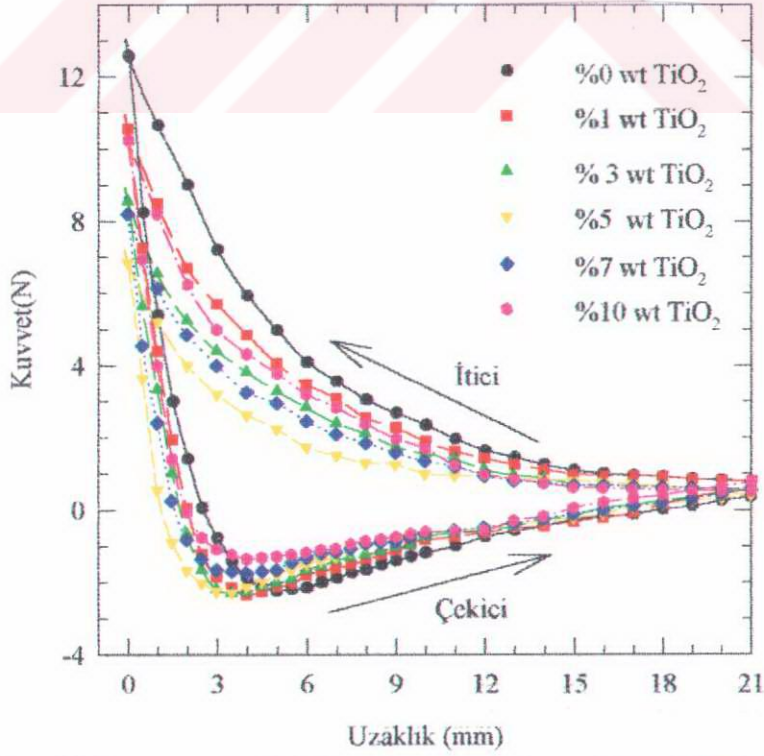
Şekil 50. Nd-Fe-B mıknatısın, manyetik alanının uzaklıkla değişimi.



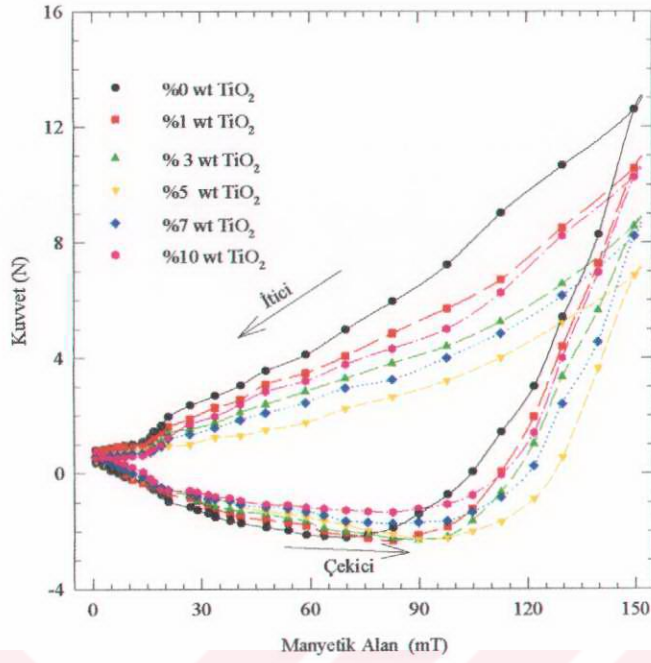
Şekil 51. Süperiletken numunede, itici kuvvetin uzaklıkla değişimi.



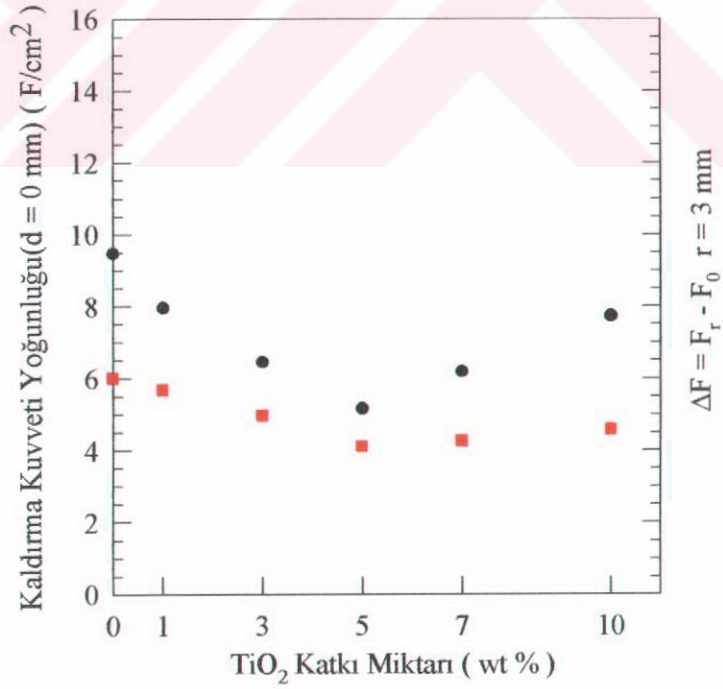
Şekil 52. Süperiletken numunede çekici kuvvetin uzaklıkla değişimi.



Şekil 53. Süperiletken numunelerde itici ve çekici kuvvetin uzaklıkla değişimi.



Şekil 54. Titanyum katkılı numunelerde itici ve çekici kuvvetin, manyetik alanla değişimi.



Şekil 55. r = 0 ve r = 3 mm uzaklıkta kaldırma kuvveti yoğunluğu değişimi

alanın daha fazla girdiği ve numunenin itici kuvvet miktarını azalttığı düşünülmektedir. Sonuçta numune içinde çökelti halinde tuzaklanan ve kristal örgüye girmeyen titanyum atomlarının alanın numuneye daha fazla girmesine sebep olduğu düşünülmektedir. H_{c1} 'den küçük alanlarda tersinmez ikinci tip süperiletkenler güçlü bir biçimde akı tuzaklama merkezlerine sahip olduklarından, alanı bünyesine kabul etmeyip dışlayabilirler. Numunede dolanan kritik akım yoğunluğu numunenin içindeki alanı sıfır yapacak şekildedir.

Süperiletken numune mıknatısa doğru maksimum yaklaştırıldıktan sonra uzaklaştırılmaya başlandığında kuvvet keskin bir biçimde düşer. Ancak numune mıknatısa maksimum yaklaştırıldığı için bir miktar alan numune tarafından tuzaklanır. Numune mıknatıstan uzaklaştırıldığında dış alan azalacaktır ve bir miktar manyetik alan (M^+) numune tarafından tuzaklanacağı için çekici bir kuvvet oluşacaktır. Belli bir uzaklıkta ve alanda çekici manyetizasyonun (M^+) büyüklüğü itici manyetizasyonun (M^-) büyüklüğüne eşit olur ve bu değerden sonra itici kuvvet sıfır olur, yalnız çekici kuvvet gözlenir. Dış alan kaldırılrsa bile, akı tuzaklama (pinning) merkezleri sayesinde, büyük miktarda alan, numune tarafından tuzaklı kalabilir. Bu durum numunenin sıcaklığı T_c 'nin altında tutulduğu müddetçe sürekliliğini korur. Fakat çok az miktarda da olsa numune içerisinde bir akı sürüklenmesi meydana gelir ve bu hem itici hem de çekici kuvvet yoğunluğunun düşmesine sebep olur.

Şekil 52'de çekici kuvvet için elde edilen bir çizim gösterilmiştir. H_{c1} 'in üzerindeki bir alan numuneye girer ve numune içerisinde $\text{rot}H = J_c$ veya $\text{curl}H = J_c$ ile ifade edilen bir alan gardiyentine sahiptir. Burada $H \text{ Am}^{-1}$ 'deki magnetik alan, J_c de Am^{-2} 'deki kritik akım yoğunluğudur. Numunede pinnig merkezlerinin varlığı, bir dahili indüksiyon gradiyentine sebep olur. Bu da Ampere Kanunu ile J_c kritik akım yoğunluğunun ilişkili olduğunu gösterir. J_c değeri yüksek olan numuneler magnetik alandan daha iyi korunabilir ve uygulanan alanı daha yüksek bir itici kuvvetle dışlayabilir.

Şekil 55'te numunelerin magnetten 3 mm uzaklıkta ve magnete maksimum yaklaştığı esnadaki alan değişimlerini göstermektedir. Numunenin mıknatıstan uzaklaşmasıyla itici ve çekici kuvvetler arasındaki fark azalmaktadır.

Numune içindeki alan, numune sıvı azot sıcaklığından çıkarıldıktan sonra pinning merkezleri tarafından tutulan akı çizgileri, itici bir kuvvet tarafından

numuneden dışarı itilirler ve bu duruma Termally Activated Flux Flow (TAFF), akı sürüklenmesi veya akı akışı adı verilir. Bu durum numune alanı tamamen dışlayıncaya kadar devam eder.

Normal materyallerden farklı olarak birim hacimdeki manyetizasyonu numunenin büyüklüğüne bağlıdır ve numunenin boyutları arttıkça daha büyük kaldırma kuvveti elde edilir.

Murakami ve arkadaşları yapmış oldukları pek çok çalışmada yüksek J_c 'li iyi kalitede bulk süperiletkenlerin üretimini gerçekleştirmek için MPMG yönteminin etkili olduğunu ileri sürmüşlerdir (Murakami, 1990).

Magnetizasyon değeri, her bir tanenin süper akımlar tarafından kuşatılmış olmasıyla ortaya çıkmaktadır (Johansen, 1994).



5. SONUÇ

TiO₂ katkısı içeren Y123 numunelerinde taneler, yapı oluşurken a-b düzlemi boyunca büyümekte ve c-ekseni boyunca yönelme eğilimi göstermektedir.

Y123 numunelerinde TiO₂ katısına bağlı olarak en yüksek pik pozisyonu değişmektedir ve bu büyüme işlemi sırasında büyüme yönünün zamanla değiştiğini gösterir.

XRD piklerine göre, Y123'ün oluşumu esnasında Ti'un küçük parçacıklar halinde baryum konumlarında bulunabileceği düşünülmektedir.

Optik fotoğraflarda farklı renklere ve kristal yönelmelerine sahip tane içlerinde, yaklaşık olarak birbirine paralel ve c eksenine dikey doğrultuda çatlaklar ve ikizlenme zorları(twin) görüldü.

Optik fotoğrafların tümü dikkate alındığında titanyum katkısının tane içlerine girmeyip tane sınırlarında yoğunlaştığı, katkı miktarının artırılmasının, tane büyüklüklerini küçültüp, sayılarını artırdığı dolayısıyla tane sınırlarında kusurlu bölgeleri artırdığı ve Y211 fazının boyutlarını tane içlerindeki bölgelerde gittikçe küçülttüğü düşünülmektedir.

Sıfır alanda ve 150 mT alanlarda elde edilen grafiklerde geçiş sıcaklıkları, alanın artmasıyla düşük sıcaklık bölgelerine doğru kaymaktadır.

Katkı miktarının artması T_c üzerinde çok fazla bir değişikliğe sebep olmamıştır. Ancak geçiş sıcaklığını bir miktar düşürmüştür.

Numune içinde çökelti halinde tuzaklanan ve kristal örgüye girmeyen titanyum atomlarının, alanın numuneye daha fazla girmesine sebep olduğu ve itici kuvvet yoğunluğunu azalttığı düşünülmektedir.

Normal materyallerden farklı olarak birim hacimdeki manyetizasyonu numunenin büyüklüğüne bağlıdır ve numunenin boyutları arttıkça daha büyük kaldırma kuvveti elde edilir.

Numunelerin sahip olduğu aktivasyon enerjileri düzenli olarak alanın artırılmasıyla azalmaktadır.

6. KAYNAKLAR

- Abrikosov, A.A., Sov. Phys. JETP. 5 1174, 1957.
- Ateş, A., Yanmaz, A., Journal of Alloys and Comp.,279,220-228, 1998
- Bardeen, J., Cooper, L.N. ve Schriffer, J., Phys. Rev. 108 1175-1177, 1957.
- Bednorz, J.G., ve Muller, K. A., Z. Phys., 64 189-193, 1986.
- Cava, R.J., Batlogg, B., Van Dover, R.B., Murphy, D.W., Sunshine, S., Siegrist, T., Remeika, J.P., Rietman, E.A., Zahurak, S., and Espinose, G.P., Phys. Rev. Lett. 58 1676, 1987.
- Chu, C.W., Bechtold, J., Gao, L., Hor, P.H., Huang,Z.J., Meng, R.L., Sun, Y.Y., Wang, Y.O. ve Hue, Y.Y., Physical Rew. Lett. 60 , 10 L941-946, 1988.
- Cyrot, M., ve Pavuna, D., Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials, sayfa 89, World Scientific, 1992.
- Çelebi, S., and LeBlanc, M.A.R., Phys. Rev. B. 49, 16009-16024, 1994.
- Fuchs, G., Krabbes, G., Schatzle, Stoye, P., Staiger, T., Müller, K.-H. Monot, I., Wang, J., Delamare, M.P., Provost, J., Desgardin, G., Physica C 268 115-120, 1996.
- Gapalakrishnan, I.K., Sastry, P., Gangodharan,K., Yakhnu, J.V., Phatak, G.M., ve TYER, R.M., Pramana, J. Phys. 30, 5 2-7, 1988.
- Gawalek, W.,Habisreuther, T., Straber, T. Wu. M., Lizkendorf, D., Görnert, P., Gladun, A., Stoye, P., Verges, p.,Ilushin, K.V. and Kovalev, L.K.App. Supercon., Pergamon V2,465-478, 1994.
- Ginzburg, V.L., ve Kirzhnits, D.A., High Temperature Superconductivity, New York and London, Consultants Bureau, 1982.
- Gotoh, S., Murakami, M., Koshizuka, N., and Tanaka, S., Physica B. 165-166 1379, 1990.
- Jin, S., Tiefel, T.H., Sherwood, R.C., Van Dover, R.B., Davis, M.E., Kommlott, G.W., Fastnacht, R.A., Phys.Rev.B 37 7850, 1988.
- Johansen, T.H., Bratsberg, H., Riise,A.B., Mestl, H., and Skjeltorp, A.T. Applied Superconductivity Vol. 2 No. 7/8 pp. 535-548, 1994.
- Kase, J., Shimoyama, J., Yanagisawa, E., Kondoh, S., Matsubara, T., Marimoto, T., ve Suzuki, M., Jpn.J.Appl.Phys.29(2) L277, 1990.

- Kikuchi, M., Syono, Y., Tkiwa, A., Oh-Ishi, K., Arai, I., Hiraga, K., Kobayashi, N., Sasaoka and Muto, Y., *Jap. Journal of App. Phy.* 26,6 1066-1069, 1987.
- Kim, C.,J., Lee, Y.S., Park, H.S., Kuk, I.H., Sung, T.H., Kim, J.J., Hong, G.W., *Physica C* 276 101-108, 1997.
- Leblond, C., Monot, I., Provost, J., Desgardin G., *Physica C*, 311 211-222, 1999.
- Meissner, W., ve Ochsenfeld, R., *Naturewiss.* 21:787; Gorter, *Nature* 132, 931, 1933.
- Mogilko, E., and Schlesinger, Y., *Supercond. Sci. Technol.*, 10, 134-141, 1997.
- Monot, I., Verbist K., Hervieu, M., Laffez, P., Delamare, M.P., Wang, J., Desgardin, G., Van Tendeloo, G., *Physica C* 274 253-266, 1997.
- Monot, I., Wang, J., Delamare, M.P., Provost, J., Desgardin, G., *Physica C* 267 173, 1996.
- Murakami, M., *Modern Phys. Lett.B* 4(3) 163, 1990.
- Murakami, M., Oyama, T., Fujimoto H., Gotoh, S., Yamaguchi, K., shiohara, Y., Kozhizuaka, N., ve Tanaka, S., *IEEE Transactions on magnetics* 27(2) 1479 1991.
- Murakami, M., *Processing of Bulk YBaCuO*, *Supercond. Sci. Technol.*, 5, 185-203, 1992.
- Onnes, H.K., *Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden* 119, 120, 1911.
- Rose-Innes, A.C. ve Rhoderick, E.H., *Introduction to Superconductivity*, Pergamon Press, 1978.
- Salah, B.A., Mansori, M., Fremy, M.A., Pishedda, M.H., Roubin, M., Benlhachemi, A., Benyaich, H., Gavarrı, J.R., *High Tc Superconductor / silver composites A New Direct Preparation Proces*, *Phys. C* 262, 111-119, 1996
- Sudhakar, E., Rajasekharan T. *Nucleation and growth of the orthorhombic phase in melt textured YBa₂Cu₃O_{7-x}*, *Phys. C* 279, 56-62, 1997
- Sun, H.B., Russell, G. J., Tailor, K.N.R., *Phys. C*, 241, 219-227, 1995.
- Takano, M., Takana, T., Oda, K., Kitaguchi, H., Miura, Y., Ikeda, Y., Tomii, Y., and Mazaki, H., *Japan* 1988.
- Wang, Z.L., Goyal, and Kroeger, D. M., *Phys.Rev.B* 47 9 1373-1382, 1992.
- Yanmaz, E., Mutlu I. E., Küçükömeroğlu, T., and Altunbaş M., , 7, 903-907, 1994.
- Yvon, K., François, M., *Crystal Structures of High-Tc Oxides*, *Z. Phys. B-Condensed Matter*, 76, 413-444 1989.

ÖZGEÇMİŞ

Arař. Gör. Süleyman BALCI,

20.10.1973 tarihinde Tokat'ın Niksar ilçesinde doğdu. İlk ve orta tahsilini Niksar'da tamamladı. Lise tahsilini Samsun Atakum Teknik Lise Bilgisayar ve Elektronik Bölümünde 1992 yılında tamamladı. Aynı yıl Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü kazandı. 1996 yılında lisans öğrenimini aynı üniversitede tamamladı.

1996 yılında K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsüne baęlı Fizik Anabilim dalında yüksek lisans programına kayıt yaptırdı. 2000 yılı eylül ayında hazırlamış olduęu "*Titanyumdioksit (TiO₂) Katkısının YBa₂Cu₃O_{7-x} Süperiletkenlerinin Yapısal, Fiziksel ve Manyetik Özellikleri Üzerine Etkisi*" konulu yüksek lisans tezini savundu.

1997-2000 tarihleri arasında K.T.Ü Fen Edebiyat Fakültesine baęlı fizik bölümünde 50/d maddesine göre Arařtırma Görevlisi olarak çalıştı.