

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

Zn İLAVESİNE BAĞLI OLARAK BiPbSrCaCuO SÜPERİLETKENİNİN
SERTLİK ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

MELEK BAYKAL

Danışman

Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA

ŞUBAT 2007

ÖZET

Zn İLAVESİNE BAĞLI OLARAK BiPbSrCaCuO SÜPERİLETKENİNİN SERTLİK ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

BAYKAL, Melek
Niğde Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA

Şubat 2007, 52 sayfa

Maddenin mekanik özellikleri ve süperiletkenlik üzerine yapılan ön çalışmadan sonra, özgün çalışma olarak BiPbSrCaCuO süperiletkeninin sertlik ölçümü Vickers sertlik testi kullanılarak yapılmıştır. Yapılan araştırmada H_V değerlerinin %3,5,8 gibi %Zn ilavesiyle ciddi bir etkilenme göstermediği ve ilave Zn oranının artmasıyla birlikte %10, 20,30,50 oranlarında H_V değerlerinin arttığı bulunmuştur.

Anahtar sözcükler: Zn İlavesi, Vickers Sertlik Testi, BSCCO

SUMMARY

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF Zn ADDITION ON THE HARDNESS OF BiPbSrCaCuO SUPERCONDUCTORS

BAYKAL, Melek

Nigde University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

Supervisor: Assistant Professor Dr. İbrahim KARACA

February 2007, 52 pages

After studying the preparatory subject areas on the mechanical properties of materials and the superconductivity, in our original research, we have investigated the change in hardness of the superconducting BiPbSrCaCuO bulk material with addition of Zn, using Vickers Hardness test. In the research, it is found that addition of Zn in small percentages like 3,5,8 % the H_V value does not effect significantly, and the value of H_V increases as the Zn percentage increases 10,20,30,50 %.

Keywords: Zn addition, Vickers Hardness Test, BSCCO

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmalarımda yardımcı olan ve tez araştırmalarında kullanılan süperiletken numuneleri sağladığı için, numuneleri üreten tez danışmanım Sayın Yrd. Doç. Dr. İbrahim KARACA'ya ayrıca teşekkür ederim.

Deneysel çalışmada yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Hasan Kaya'ya teşekkür ederim.

Bana büyük emek harcayan aileme teşekkür ederim. Tezimin yazılmasında emeği geçen eşim Ahmet BAYKAL'a sabrı ve desteği için teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	iii
SUMMARY.....	iv
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	viii
FOTOĞRAFLAR DİZİNİ.....	ix
KISALTMA VE SİMGELER.....	x
BÖLÜM I. GİRİŞ.....	1
1.1. Tezin Konusu.....	1
1.2. Neden BSCCO Süperiletkeni? Neden Mekanik Özellikleri?.....	3
BÖLÜM II. ÖN ÇALIŞMA.....	6
2.1. Sertlik ve Sertlik Testleri.....	6
2.1.1. Brinell Sertlik Derecesi.....	8
2.1.2. Vickers Sertlik Derecesi.....	9
2.2. Kusurlar ve Dislokasyon.....	16
2.3. Seramik Süperiletkenler ve Mekanik Özellikleri.....	20
2.4. Süperiletkenliğe Genel Bir Bakış.....	22
2.4.1. I. Tip Süperiletkenler.....	25
2.4.2. Süperiletkenlerde Oluşan Sürekli Akımlar.....	26
2.4.3. Meissner Olayı.....	30
2.4.4. II. Tip Süperiletkenler.....	32
2.4.5. Süperiletkenlerde Mıknatıslanma.....	35
2.4.6. Süperiletkenliğin Teorik Açıklanması ve BCS Teorisi.....	36
BÖLÜM III. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	40
3.1. Süperiletken <i>BiP bSrCaCuO</i> Numunelerin Üretimi ve <i>Zn</i> Katkısı.....	40
3.2. Mikrosertliğin Ölçülmesi.....	41
BÖLÜM IV. SONUÇLAR.....	46
KAYNAKLAR.....	48

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Brinell sertlik testinde kullanılan küresel ucun numuneye yük bindirirken kürenin merkezinin numuneye batan kısmını gören katı açığı gösteren şema	9
Şekil 2.2 Vickers sertlik testinde kullanılan piramit ve numunede açtığı izin şekli.....	12
Şekil 2.3 Numunede oluşan iz ve iz proflinin hareketi	13
Şekil 2.4 Uygulanan yük ile yer değiştirme miktarının değişimini gösteren şematik gösterim.	14
Şekil 2.5 Kayma düzleminin şematik gösterimi	17
Şekil 2.6 Gerçekçi bir kristal modelinde kıyı dislokasyonu (edge dislocations), örgüdeki boşluk, gren sınırlarının şematik gösterimi	18
Şekil 2.7 Kenar dislokasyonu için Burgers vektörünün gösterimi	18
Şekil 2.8 Vida dislokasyonu için Burgers vektörünün gösterimi	20
Şekil 2.9 Civanın direncinin sıcaklığa bağlı olarak değişimini gösteren K. Onnes tarafından çizilmiş grafik	23
Şekil 2.10 Periyodik tabloda süperiletkenlik özelliği gösteren elementler.....	24
Şekil 2.11 I. tip süperiletken için kritik magnetik alanın sıcaklıkla değişimi... ..	26
Şekil 2.12 a) Normal durumda halka içerisinde magnetik alan çizgilerini vardır b) Süperiletken durumda halkadan magnetik alan çizgilerinin dışarlanması c) Uygulanan alan kaldırıldıktan sonra süperiletken halkanın boşluğunda magnetik alan çizgilerinin tuzaklanması	27
Şekil 2.13 Magnetik alan içerisindeki I. tip süperiletken küreler a) Madde süperiletken halde b) Madde normal halde	31
Şekil 2.14 II. tip süperiletkenlerde kritik magnetik alanların sıcaklıkla değişimi.....	32
Şekil 2.15 $B_{c2} > B > B_{c1}$ durumunda II. tip süperiletken bir tabakaya dik magnetik alan çizgilerinin nüfuz etmeleri: taralı alanlar, tabakada normal fazda olan kısımları yandan göstermektedir. Süperiletken bölgenin tipik boyutu d_s , normal fazdaki bölgenin boyutu ise d_n ile gösterilmiştir.	33
Şekil 2.16 $B_{c2} > B > B_{c1}$ durumunda akı tüplerinin II. tip süperiletken ince tabakaya nüfuz etmeleri yukarıdan görünüm: Akı tüpleri süper akımlarla çevrelenirler ve taralı her bir alandan geçen magnetik akı Φ_0 'nun tamsayı katıdır. Akı tüpleri üçgen örgü oluştururlar. Normal fazda olan taralı alanların boyutu yaklaşık olarak λ (nüfuz derinliği) kadardır	33

Şekil 2.17 II. tip süperiletken için akı tüplerinin etkileşimi gösteren şema	34
Şekil 2.18 II. tip süperiletken için akı tüplerinin super-akıma dik olan hareketini gösteren şema. Tüpler küçük okların gösterdiği yönde hareket ederler	35
Şekil 2.19 a) II. tip süperiletkenin mıknatıslanmasının uygulanan magnetik alanla değişimi b) Mıknatıslanmasının uygulanan magnetik alanla değişimi.	36
Şekil 2.20 İki elektron arasında çekici etkileşmeye neden olan örgü bozulması.	37
Şekil 3.1 Vickers sertlik ölçüm düzeneğinin şematik gösterimi.....	42
Şekil 3.2 İz profilinin tipik görünümü: dijital panelde görülen d_1 ve d_2 uzaklıklarını göstermektedir	44
Şekil 4.1 Vickers sertliğinin Zn katkısı ile değişimi	46

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Süperiletkenlik alanında verilen Nobel Fizik Ödülleri	3
Çizelge 1.2 Seramik yüksek sıcaklık süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri ..	4
Çizelge 1.3 Bazı II. tip metalik süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri.....	4
Çizelge 2.1 Bilinen materyallerin sertlik derecesi aralıkları	11
Çizelge 2.2 I. tip süperiletken elementlerin kritik sıcaklık ve magnetik alan değerleri..	25
Çizelge 3.1 300g yük kullanarak elde edilen deneysel veriler	45

FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

Fotoğraf 2.1 Tarayıcı elektron mikroskobu ile elde edilmiş numunede oluşan tipik bir iz.....	10
Fotoğraf 2.2 Meissner Olayı.....	30
Fotoğraf 3.1 Vickers sertlik ölçüm test cihazının Zn katkılı $BiP bSrCaCuO$ süperiletkeni üzerine yük uygularkenki görünümü.....	41
Fotoğraf 3.2 Deneyde kullanılan Zn ilaveli $BiP bSrCaCuO$ tabletler.....	42
Fotoğraf 3.3 Vickers sertlik ölçüm düzeneğini ekranında (dijital panel) alınan verilerden birini gösterirken.....	43

KISALTMA VE SİMGELER

KISALTMA/SİMGE

A Alan

$\vec{A}$ Vektör Potansiyel

$\vec{E}$ Elektrik Alan

$\vec{B}$ Magnetik İndüksiyon Alanı

E_n n.ci Kuantum Seviyesinin Enerjisi

E Young Modülü

e Elektronun Yüğü

d Uzaklık, Diagonal Genişlik

D Çap

$\vec{F}$ Kuvvet

$h_{s,i}$ Girme derinliğı (yer değıştirme)

$\hbar$ Planck Sabiti

$H_{c1,2}$ Kritik Magnetik Alan Değerleri

$\vec{M}$ Magnetizasyon

H_B Brinell Sertlik Derecesi

H_V Vickers Sertlik Derecesi

H_R Rockwell Sertlik Derecesi

H_K Knoop Sertlik Derecesi

I Akım

$\vec{J}$ Akım Yoğunluğu

K Kelvin sıcaklık Derecesi

L İndüktans

M Kütle, İsootopik Kütle

$\vec{P}$ Basınç

R Yarıcap, Direnç

T Sıcaklık

T_c Kritik Sıcaklık

$\vec{S}$ Yüzey Alanı

Ω Katı Açısı

ρ özdirenç

σ İletkenlik Katsayısı

ν Possion Oranı

λ Nüfuz Derinliği

Φ Magnetik Akı

BCS Bardeen, Cooper, Schriffer

DSI Depth Sensing Indentation

SEM Tarayıcı Elektron Mikroskobu

BÖLÜM I

GİRİŞ

1.1 Tezin Konusu

Bu tezin konusunu II. tip süperiletken olan *BiPbSrCaCuO* seramik külçe numunelerin sertlik özelliklerinin *Zn* ilavesine bağlı olarak değişiminin oda sıcaklığında incelenmesi oluşturmaktadır. Sertlik ölçüm metodu olarak metal ve seramik gibi malzemelerin mekanik özelliklerini araştırmada oldukça yaygın kullanılan *Vickers sertlik testi* kullanılmıştır.

BiPbSrCaCuO bileşikleri yüksek kritik sıcaklığa sahip olmasından dolayı çok sayıda teorik ve deneysel çalışmanın konusu olmuştur [1-8]. Süperiletken materyallerin teknolojiye uygulanmasında, bu materyallerin mekanik özellikleri de süperiletken özellikleri kadar önem taşır.

Süperiletken tel ve şeritler taşıdıkları akıma etki eden elektromagnetik kuvvetlerin etkisi, kullanım alanına göre bu malzemelerin tasarımdan kaynaklanan mekanik basınç gibi pratik sebeplerden kaynaklanan mekanik stress altında kalırlar. Dolayısıyla *BiPbSrCaCuO* seramik bileşiği gibi oldukça kırılgan külçe yapısına sahip birçok malzeme ile yapılacak tel yada şeritlerin dayanıklılığı ve çeşitli kuvvet ve basınçlar altında gösterceği mekanik davranışlarının önceden kestirilmesi mühendislik bakımından son derece önemlidir.

Süperiletken tel ve şeritlerin hem mekanik özelliklerini, hem de süperiletken özelliklerini etkileyen bu materyallerin kristal yapısındaki kusurlar bu materyallerin üretim aşamalarının da kaçınılmaz bir yan ürünü olarak ortaya çıkarlar. Örneğin, bu kristal kusurlar, üretim aşamasında şerit haline getirme esnasında materyale uygulanan basınçla ve ısıtma işleminden geçme aşamasında oluşurlar. Dolayısıyla, süperiletken malzemelerin üretiminden kaynaklanan ve bu malzemelerin hem süperiletkenlik özelliklerini hem de pratik uygulamalardaki performanslarını belirleyen mekanik özelliklerinin araştırılması oldukça önemli olmasına rağmen gerekli ilgiyi görmemiştir. özellikle teknolojiye birçok alanda kullanılan kırılgan-seramik, yüksek sıcaklık süperiletken parçalar içeren cihazların çalışma güvenliği, kullanım ömrü ve tasarımı bakımından bu malzemelerin elastik ve plastik özellikleri henüz popüler olmamış bir araştırma alanıdır.

Süperiletken malzemelerin mekanik özelliklerinin incelenmesinde pratik öneme sahip başka bir motivasyon da bu malzemelerde oluşan deformasyon, çatlaklar ve bu malzemelerin kristal yapı kusurları ile bu malzemelerin süperiletken ve normal fazlardaki elektromagnetik özelliklerinin nasıl değiştiğinin araştırılmasıdır [9-10].

Bu teze konu olan özgün araştırma için gerekli bilimsel formasyon da oldukça farklı konuların hibrid bir bütün oluşturmasıyla sağlanabilir. Tezin oluşturulması için gerekli farklı konu başlıkları da şu şekilde sıralanabilir:

- (1) Süperiletkenlik: deneysel ve teorik olarak süperiletkenliğe bakış, teknolojideki uygulamaları bakımından süperiletken materyallerin mekanik ve mühendislik özellikleri ve bu özelliklerinin süperiletkenlik özellikleri ile ilişkisi,
- (2) Sertlik testleri ve sertlik testleri ile seramik, metal materyallerin çeşitli mekanik özelliklerinin elde edilmesi ve bu sertlik testlerinde kullanılan metodoloji ile ilgili teorik bilgilere, elastik ve metallerin plastik deformasyonuna (şekil değişikliğine), metallerdeki bu plastik özelliğinin atomik seviyedeki açıklanmasına genel bir bakış.

Bu konu başlıklarından ikincisi hakkında, daha sonraki bölümlerde detaylandırmak üzere, tanıtıcı bilgi vermek gerekirse; Metalürjide sertlik, malzemenin gücünün plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Aşınma sertliği, sertliğin deformasyona karşı yaptığı direnç olarak açıklanır. Bu yeterli statik yük altındaki yüzeye uygulanan baskı da, aşındırıcının sivri veya yuvarlak olması da sertlik testinin olağan bir şeklidir. Metal, seramik, ince metal ve seramik kaplamalar üzerinde kullanılan en yaygın testler Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop ve Berkovich sertlik testleridir. Bu sertlik testlerinden üçü de metal sertliklerini koni, yuvarlak veya piramit uçlar (ya da farklı geometrik şekillerde delici miller) kullanarak dayanıklılık ölçümünü verir. Ölçüm sonuçlarında malzemenin dayanıklılığı belirli zaman aralıklarında uygulanan yükün metal içerisinde oluşturduğu yuvarlak veya koni şeklindeki izlerin derinlikleri tarafından belirlenir. Sertlik testleri de zamanla materyallerin Young modülü gibi önemli mekanik özelliklerini de verecek şekilde gelişmiştir.

Birinci konu başlığı olan *Süperiletkenlik* ise yaklaşık bir yüzyıllık deneysel ve teorik bir geçmişe sahip olmasına rağmen, kuantum teorisi gibi fiziğin bu konusu kadar eski diğer dalları gibi olgunlaşmış ve evrimini tamamlamış bir alan değildir. Çizelge 1.1’de verilen Fizik Nobel Ödülleri incelenirse, süperiletkenlik konusunun *Nobel Ödülü*

kazandırma bakımından hem deneysel hem de teorik fizik için oldukça verimli olduğu açıkça görülebilir.

Çizelge 1.1 Süperiletkenlik alanında verilen Nobel Fizik Ödülleri

Tarih	Bilim Adamı/Adamları	Ödülü Alma Sebebi
1913	Heike Kamerlingh Onnes	Helyumun Sıvılaştırılması
1972	John Bardeen (1/3) Leon N. Cooper (1/3) Robert Schrieffer (1/3)	Süperiletkenliğin BCS Teorisi
1973	Leo Esaki [*] (1/4) Ivar Giaever [*] (1/4) Brian D. Josephson ⁺ (1/2)	Süperiletkenler ve Yarıiletkenlerde Tünelleme Olayı [*] , Josephson Etkisi ⁺
1987	J.George Bednorz (1/2) K.Alex Müller (1/2)	Seramik Malzemelerde Yüksek Sıcaklık Süperiletkenliğinin Keşfi
2003	Alexei A. Abrikosov (1/3) Vitaly L. Ginzburg (1/3) Anthony J. Leggett (1/3)	Süperiletkenlik ve Süper-sıvılar Teorisi

Çizelge1.1’de dikkat çekici başka bir özellik de aslında çizelgenin tamamlanmamış olmasıdır. 1986 yılında seramik malzemelerde yüksek sıcaklıklarda süperiletken özelliğın keşfi hem teknolojiye uygulama hem de bilimsel açıdan süperiletkenlikte yeni bir dönemin başlangıcı kabul edilebilir[11]. Yüksek sıcaklık süperiletkenliğinin teorik açıklamasınında listeye ekleneceğini söylemek oldukça gerçekçi bir tahmin sayılabilir.

1.2 Neden BSCCO Süperiletkeni? Neden Mekanik Özellikleri?

Eğer yüksek sıcaklık süperiletkenleri maliyeti yüksek olan sıvı helyum ile soğutma gerektirmese, bu malzemelerin uygulama alanları hayatın ve teknolojinin her yerine

nüfuz edebilir. Getireceği enerji tasarrufu bile yaşam biçimimizi değiştirebilir. Yeterince düşüksıcaklıklarda her gaz sıvı fazında bulunur. Örneğin oksijen $90K$, nitrojen $77K$ 'de sıvıdır. 2002 ekonomik şartları itibariye, gazların sıvılaştırılması helyumun sıvılaştırılmasından yaklaşık olarak litre başına 1000 defa daha ucuzdur [12]. Bakır-oksitli bazlı *seramik* bileşikler ise yaklaşık $150'K$ de süperiletken özellik göstermektedirler [13].

Çizelge 1.2 Seramik yüksek sıcaklık süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri

İsim	Kimyasal Formül	Kritik Sıcaklık (K)
YBCCO	$Y_1Ba_2Cu_3O_7$	92
BSCCO	$(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$	110
TBCCO	$Tl_1Ba_2Ca_2Cu_3O_y$	115
HBCCO	$Hg_1Ba_2Ca_2Cu_3O_y$	135

Çizelge 1.3 Bazı II. tip metalik süperiletken bileşiklerin kritik sıcaklık değerleri

II. Tip Süperiletken	Kritik Sıcaklık (K)
Nb_3Al	18.7
NbN	15.7
V_3Si	16.9
$NbTi$	9.3
$PbMoS$	14.4

Bu kadar önemli özelliklerinin yanında, bu seramik süperiletkenlerin şu anda günlük hayattaki kullanımdan uzak olmalarının sebepleri ise bu materyallerin aşağıdaki dezavantajlarıdır:

(i) Bütün seramikler ve CuO -bileşiklerinden oluşan yüksek sıcaklık süperiletkenleri oldukça *kırılgandırlar*. Bu özelliğinden dolayı seramikten pratik kullanım için tel ya da şerit üretilmesi başlı başına mühendislik problemidir.

(ii) Seramik süperiletkenlerin taşıyabileceği kritik akım yoğunluğu J_c pratik kullanım için oldukça düşük değere sahiptir.

(iii) Seramik süperiletkenlerin magnetik özellikleri metalik süperiletkenlerinden daha farklıdır. II. tip süperiletken olan yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerine magnetik alan nüfuz edebilir. Nüfuz eden bu magnetik alanlar süper-akımla çevrili akı tüpleri oluştururlar. Seramik süperiletkenlerin oldukça karmaşık kristal yapısı bu akı tüplerinin parçalanmasına sebep olur. Bu da akı tüplerinin serbestçe hareket ederek süperiletken özelliğın ve dolayısıyla materyalin bütün avantajlarının tamamen kaybolmasına yol açmaktadır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenliğının bulunmasından hemen sonra en büyük hayal kırıklığı bu materyallerden mühendislerin kullanabileceğı tel üretilmemesidir. Elektrik cihazlarında çalışacak süperiletken malzemeler güçlü esnek olmalı ve aynı zamanda güçlü süper-akım taşıyabilmelidir. Son derece kırılğan olan seramik süperiletkenlerin pratikte kullanımları bakımından mekanik performansları da bu maddelerin süperiletken özellikleri kadar önem taşımaktadır.

BSCCO süperiletken seramiğini benzerlerinden ayırd eden en önemli özelliğı *mika* benzeri bir yapıya sahip olmasıdır. Bu özelliğinden dolayı *BSCCO* süperiletkenine diğerk seramik süperiletkenlere göre daha kolay şekil verilebilir.

Tez için seçilen konunun önemi bu şekilde özetlendikten sonra tezi oluşturan bölümler de şu şekilde sıralanabilir: II. bölümde tezde yapılan deney sonuçlarının değerlendirilmesi ve yapılan çalışmanın genel bir çerçeve içine oturtulabilmesi ve deneysel verilerin yorumlanması için gerekli ön çalışmalardan oluşmuştur. Bu bölüm kendi içinde iki alt bölüme ayrılmaktadır. Bu alt bölümlerin konu başlıkları da sırasıyla sertlik testleri, sertlik testlerinin teorik tabanı, maddenin mekanik özellikleri ve süperiletkenlik özellikleri ile ilgili çeşitli olayların açıklanmasından ibarettir. Tezin III. bölümü, yapılan özgün araştırma sonuçlarına ayrılmıştır. Bu bölümde, deneysel verilerin elde edilmesi, deney düzeneğı ve deney şartları açıklanmıştır. Tezin sonuç bölümünde ise elde edilen bulgular ve yapılan araştırmanın muhtemel daha ileri safhaları hakkında öngörüler sunulmuştur.

BÖLÜM II

ÖN ÇALIŞMA

2.1 Sertlik ve Sertlik Testleri

Sertlik, teknik anlamda, çeşitli yapıdaki malzemelerin plastik deformasyona, kesme, bükme ya da çatlak oluşturmaya karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanabilir. Şunu da özellikle belirtmek gerekir ki, sertlik sayıları numunenin gerçek mekanik özelliği değildir.

Sertlik sayısı ya da derecesi kullanılan metoda ve sertlik ölçeğine bağlı deneysel bir veridir. Bununla beraber sertlik testlerinde kullanılan metodlarla elde edilen verilerle metalik malzemenin, külçe modülü (Young ve bulk modülleri) gibi elasto-mekanik özelliklerini de açıklamakta kullanılır. Dolayısıyla, özellikle mühendislik dizaynı söz konusu olduğunda maddenin çeşitli kuvvetler ve basınç altında nasıl davranacağını belirleyen özelliklerinin elde edilmesi bakımından son derece önemli bilgiler uygun sertlik testleriyle elde edilebilir.

Brinell, Vickers, Knoop, Berkovich, Rockwell, Mohs, Shore, vb. sertlik testlerinin hepsi de aynı mekanik prensiple çalışarak değişik ölçeklerde sertlik ölçümü yapabilen testlerdir.

Yukarıda adı geçen bütün bu sertlik testlerinin temel aldığı prensip aynı olmasına rağmen materyallerin sertlik dereceleri için farklı değerler verirler. Bunun bir sebebi de testlerin uygulandığı materyallerin yapısal özelliklerine bağlı olmasıdır. Sertlik testleri, hemen hemen statik kabul edilebilecek bir yükün numuneye batan elmas ya da elmas gibi sert bir uçla tatbik edilmesi ve bunun sonucunda ucun numunede oluşturduğu izin incelenmesiyle elde edilir. Dolayısıyla, kullanılan yöntem gereği testten elde edilen sertlik sayısı (derecesi) uygulanan yük ve yükün etkisinde oluşan ize bağlıdır. Oluşan izin şekli de yükü numuneye uygulayan sert ucun geometrik şekline bağlıdır. H_B , H_V , H_R , H_K , gibi sembollerle gösterilen sertlik sayılarının hepsi de aynı matematiksel ifadeyle tanımlanmıştır. Bu formül:

$$H(\text{Sertlik}) = \frac{\text{Ucun numuneye uyguladığı kuvvet}}{\text{Numunede oluşan izin yüzey alanı}} \quad (2.1)$$

ile verilir. Tanımından da anlaşılacağı gibi sertlik sayıları (derecelerinin) boyutu basınç boyutuyla aynıdır: $[P] = \left[\frac{F}{A} \right] = [ML^{-1}T^{-2}]$. Bununla birlikte sertlik derecelerinin birimleri *MPa* ve *GPa* olmasına rağmen bunlar genellikle açıkça belirtilmez. Bu açıklamaların sonucunda numunenin sertliği, numuneye şekli bozulmaz bir kesici ya da deforme edici bir uca direnci olarak da tanımlanabilir.

Mikro-sertlik ölçümünden kasıt genellikle *1kgf* den daha fazla yükün şekli değişmez bir uçla numuneye hemen hemen *statik* kabul edilebilecek şekilde uygulandığı sertlik ölçümüdür. Mikro-sertlik ölçümlerinde genellikle iz derinliği ya da iz boyutlarını ölçmek için hassas mikroskoplar kullanılır. Bu mikroskoplar genellikle $\times 500$ büyütme gücü ve $\pm 5 \mu m$ hassaslığına sahiptir. Nanometre mertebesindeki iz uzunluklarını ölçen araç olarak ayrıca Tarayıcı Elektron Mikroskobu (SEM)'da kullanılır.

Mikro-sertlik ölçümlerinde yük bindiren mekanizma genellikle elektromagnet ile çalışan bir düzendir. Bu sistemde uzunluk ölçümü de bir elektrik sayacı tarafından ölçeklendirilen bir ayar tarafından yapılır. Yük bindirici mekanizmanın dış etkilerden korunmasını sağlamak için de sistem güçlü yaylar üzerine oturtulmuştur.

Rockwell sertlik testinde numuneye yük bindiren uç çelik bilye ya da tepe açısı 120° olan elmas konidir. Delici ucun geometrik şekli ve yük miktarı da bu test için kendi içinde *A*, *B*, *C*, . . . , *R*, *S* ile gösterilen daha ayrıntılı ölçeklere ayrılmıştır. Rockwell ve Shore sertlik testleri, sert plastik ve çeşitli polimerlerin sertlik derecelerini belirlemede kullanıla gelmiştir. Buna rağmen Rockwell sertlik testinden elde edilen sonuçlar materyalin diğer mekanik özellikleri (Kopma, kırılma ve çizilmeye karşı direnç) ile ilişkilendirilemez. Rockwell sertlik derecesi, Rockwell sertlik ölçüm cihazına bağlı bir kadrandan doğrudan okunur. Bu kadranın göstergesi aslında cihazın delici ucun numuneye batma derinliğini gösteren, (2.1) formülünü göre derecelendirilmiş bir göstergedir.

İnceleyeceğimiz diğer sertlik testi örneklerinde de göreceğimiz gibi numuneye yük uygulayan şekil değiştirmez ucun oluşturduğu izin yüzey alanı ucun batma derinliğinin ya da oluşan izin genişliğinin bir fonksiyonu olarak yazılabilir. Kolayca anlaşılacağı gibi bu fonksiyon ucun geometrik şekli tarafından belirlenir.

Rockwell sertlik testinde kullanılan uç da sertlik derecesinin bir parçası olarak, alt ölçeğini gösteren harf ile birlikte verilir. Örneğin, Rockwell sertlik testiyle elde edilen tipik bir sertlik sayısı ‘60 *HRB*’ şeklinde verilir. Bu derecede 60 sayısı (2.1) formülünden elde edilen sayı, sondaki *B* harfi de uygulanan ağırlık ölçeğini belirler. Bu sertlik derecesi ile bazen verilen *T* ya da *N* gibi semboller de yük uygulayan ucun şeklinin sırasıyla çelik küre ya da elmas koni olduğunu gösterir.

2.1.1 Brinell Sertlik Derecesi

II. Dünya Savaşı'nda, savaş araç ve gereçlerinin zırhlarının sertliğini ölçmek için kullanılan Brinell testin de yük uygulayan uç küredir. Bu testen elde edilen tipik sertlik derecesi ‘ 75 *H_B* 10=500=30 ’ şeklinde verilir. Bu derecelendirme sisteminde 75 (2.1) formülünden elde edilen değeri, 10 kullanılan küre ucun *mm* cinsinde çapı, 500 uygulanan yükün ağırlığına karşılık gelen kütle, ve 30'da yükün numuneye uygulanma süresini saniye cinsinden göstermektedir. Verilen bu sertlik sayısında hesaplama gerektiren tek nicelik, formülü (2.1) ile verilen ve boyutu basınç olan niceliktir. Pratik amaçlar için (2.1) formülü küre uç için çizelge haline getirilmiştir. (2.1) formülünü Brinell testine uygulamak istersek, küresel ucun numunede açtığı izin yüzey alanının çok iyi bir yaklaşıklıkla kusursuz bir küre kabuğu şeklinde olduğunu dikkate alırsak bu kabuğun yüzey alanı

$$A = \Omega R^2 \quad (2.2)$$

şeklinde verilir. Burada, Ω küresel ucun merkezinin numuneye batan kısmını tarayan katı açı, R de kürenin yarıçapıdır. Katı açı Ω aşağıda Şekil 2.1'de gösterilmiştir. Bu katı açı:

$$\Omega = \int_0^{\theta_0} \int_0^{2\pi} \sin \theta d\theta d\phi = 2\pi(1 - \cos \theta_0) = 2\pi \left\{ 1 - \frac{R-h}{R} \right\} = \frac{2\pi h}{R} \quad (2.3)$$

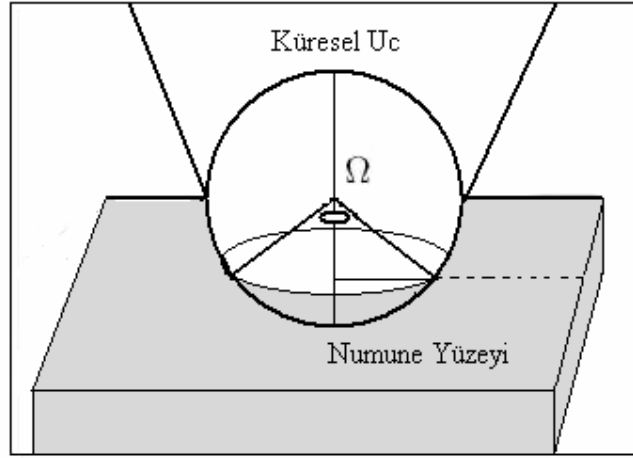
olarak verildiğinden, izin yüzey alanı A da

$$A = \Omega R^2 = 2\pi h R = \pi h D \quad (2.4)$$

ile verilir ($D = 2R$). Bu formül aslında yukarıda bahsedildiği gibi, numunede oluşan izin yüzey alanını ucun maksimum batma derinliğinin (doğrusal) bir fonksiyonu olarak verir. Sonuç olarak (2.1) formülü de bu durumda Brinell sertlik testi için

$$H_B = \frac{F}{A} = \frac{F}{\pi h D} (kgf.mm^{-2}) \quad (2.5)$$

şekline dönüşür.

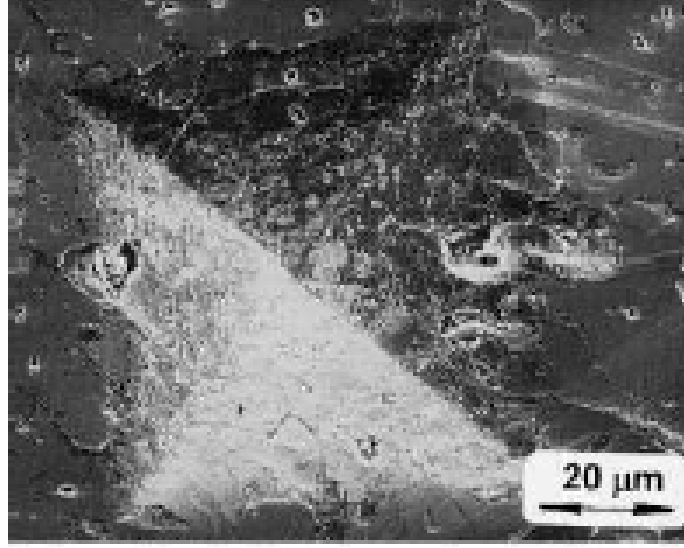


2.1 Brinell sertlik testinde kullanılan küresel ucun numuneye yük bindirirken kürenin merkezinin numuneye batan kısmını gören katı açığı gösteren şematik görünümü

Brinell testi genellikle metalik numunelere uygulandığından dolayı uygulanan yük 500 - 3000 *kgf* aralığında değişir. Bu büyük miktardaki yük numuneye hemen hemen *statik* sayılabilecek şekilde 10-15 saniye süresince uygulanır.

2.1.2 Vickers Sertlik Derecesi

Vickers sertlik testi, 1920'lerin başlarında, İngiliz *Vickers Mühendislik Şirketi* tarafından geliştirilen bir metottur ve metal, seramik gibi sert maddelerin sertlik ölçeklendirmesi için kullanılmıştır.



Fotoğraf 2.1 Tarayıcı elektron mikroskobu ile elde edilmiş numunede oluşan tipik bir iz[14]

Diğer metodlarda olduğu gibi, Vickers sertlik derecesi de numuneye şekli değişmez bir elmas piramit ile yük bindirilerek oluşturulan izin alanı ve bindirilen yük miktarı ile tarif edilir. Yük bindiren uç, yatay kesiti kare olan simetrik bir piramittir. Bu piramidin üçgen yan yüzeyleri arasındaki açı 136^0 dir. Bu testte kullanılan, yük bindiren ucun piramit şekli de diğer mikro-sertlik ölçüm cihazlarına göre daha tutarlı sonuçlar vermesinde önemli rol oynar.

Yatay kesiti kare olan eşkenar piramit uç, zamanla diğer sertlik ölçüm cihazlarında kullanılan uçlara göre çok daha az şekil bozukluğuna uğrar. Genellikle, piramit ucun açtığı izin boyutları $0.5mm$ den daha küçüktür.

Fotoğraf 2.1’de piramit ucun açtığı tipik bir izin elektron mikroskobu ile elde edilen görüntüsü verilmiştir [14].

Elmas piramidin üçgen yan yüzeyini a ile ve bu üçgenin kare olan tabana izdüşümünün alanını da $\bar{a}$ ile gösterirsek bu iki alan arasındaki bağıntı, analitik geometri kurallarından $\bar{a} = \cos 22^0$ dir. Burada, elmas piramidin yandan şeklini gösteren şemadan da anlaşılabacağı gibi, piramidin üçgen olan yan yüzeyi ile kare tabanı arasındaki açı 22^0 dir. Ucun oluşturduğu izin toplam yüzey alanı ise $A = 4\bar{a}$ olur.

Sonuç olarak ucun numunede oluşturduğu izin yüzey alanı, ucun numunenin içinde ulaştığı maksimum genişliğin bir fonksiyonu olarak bulunabilir. Elmas piramit ucun numunede açtığı kare izin köşegeninin uzunluğunu d ile gösterirsek (2.1) formülü Vickers sertlik testi için

$$H_V = \frac{F}{A} = \frac{F}{4 \times \frac{d^2}{8} \times \frac{1}{\cos 22^\circ}} = \frac{2F \cos 22^\circ}{d^2} \approx 1.85436779 \times \frac{F}{d^2} (grfmm^{-2}) \quad (2.6)$$

biçimine dönüşür. Genellikle, literatürdeki kaynaklarda bu formül:

$$H_V = 1.854 \times \frac{F}{d^2} (grf.mm^2) \quad (2.7)$$

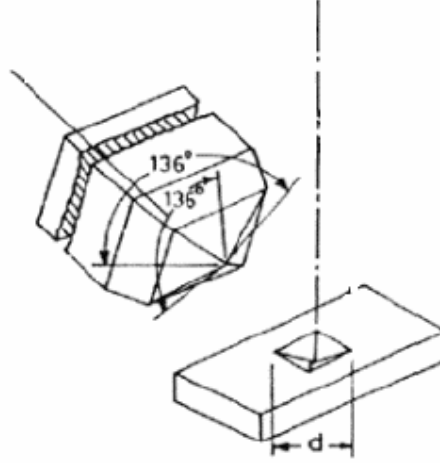
şeklinde verilir.

Vickers sertlik derecesi genellikle sembolik olarak $xxxH_Vyy$ şeklinde verilir. Bu gösterimin ortadasındaki H_V harfleri İngilizce ‘*Hardness Vickers*’ kelimelerinin baş harfleridir. Gösterimin ilk kısmı olan xxx genellikle (2.7) formülünden hesaplanan niceliği gösterir. Gösterimin son kısmındaki yy ise elmas ucun numuneye uyguladığı yük olarak tanımlanmıştır. Bu şekilde verilen Vickers sertlik derecelerine örnek olarak bilinen bazı materyallerin sertlik dereceleri çizelgede verilmiştir [16].

Verilen iz derinliği ya da genişliği ile uygulanan kuvvet için çeşitli sertlik sayılarını otomatik olarak hesaplayan basit bir program [15] de verilen internet adresinde bulunabilir.

Çizelge 2.1 Bilinen materyallerin sertlik derecesi aralıkları

Malzeme	Tipik Sertlik Derecesi Aralığı
Çelik	140-180 HV 30
Karbon Çelik	55-120 HV 30
Demir	30-80 HV 5

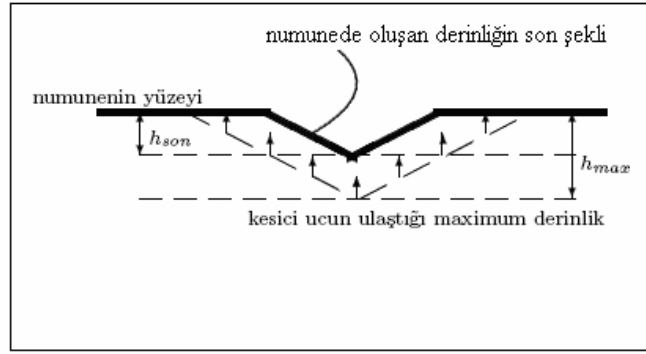


Şekil 2.2 Vickers sertlik testinde kullanılan piramit ve numunede açtığı izin şekli [15]

Knoop mikro-sertlik ölçeğinde kullanılan sert uç piramit şeklindedir ancak piramidin yatay kesiti, bir köşegeni diğerine göre daha uzun olan düzgün dörtgendir. H_K Knoop sertlik derecesi de, (2.1) formülünden, yukarıda türetilen H_B sertlik derecesine benzer şekilde hesaplanır. Vickers sertlik testinde kullanılan piramidin yatay kesiti kare olmasına rağmen piramidin numunedeki izi dikdörtgen şeklinde olur. Bu dikdörtgenin köşegenlerini d_1 ve d_2 olarak gösterirsek (2.7) formülünde kullanılan d yerine iki köşegen uzunluğunun ortalaması alınır. Bu durumda (2.7) formülü de:

$$H_V = 1.854 \times \frac{F}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2} \right)^2} \text{ (grf.mm}^{-2}\text{)} \quad (2.8)$$

şekline dönüşür. Sertlik testlerinde sert ucun oluşturduğu şeklin alanını bulmak için derinlik yerine, Vickers testinde olduğu gibi, oluşan izin genişliğini ölçmek daha pratik tir ve daha sağlıklı sonuçlar alınmasını sağlar. Bunun sebeplerinden birisi de, aslında sert ucun numunede açtığı izin şeklinin yüzey alanı, gerçekte kullanılan ucun kusursuz bir *negatif* kopyası değildir. örneğin, Brinell testinde oluşan iz kusursuz küre kabuğu şeklinde değildir. Elektron mikroskobu ile görüntülenen elmas piramit ucun açtığı izin fotoğrafından da anlaşılacağı gibi oluşan iz her zaman *geometrik* bir piramit olmaya bilir. Bunun doğal bir sonucu olarak da bir numuneden elde edilen sertlik dereceleri belirli ortalama değer etrafında yayılma eğilimi gösterirler.



Şekil 2.3 Numunede oluşan iz ve iz profilinin hareketi

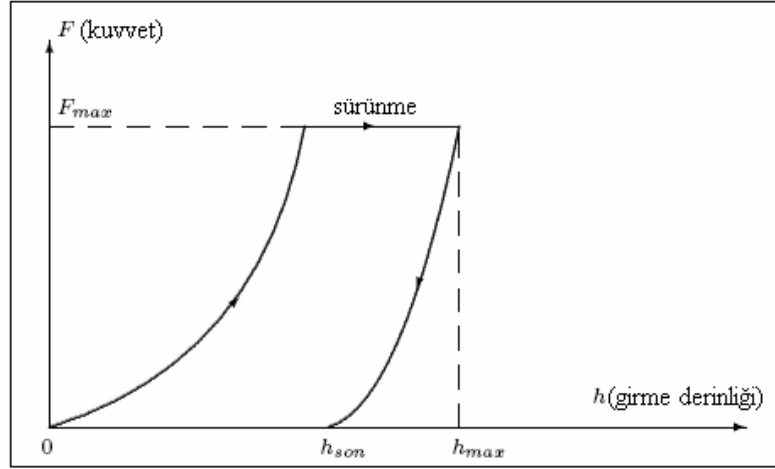
Sertlik testlerinde numunede iz açan ucun numuneye yük bindirme esnasındaki hareketinin incelenmesi, çoğu zaman testten elde edilen sertlik derecesinden daha yararlı bilgiler verir. İz açan ucun numuneye yük bindirmesi aniden olamayacağı için aslında uc numunede yük tatbik edilmeye başladığı andan itibaren belirli bir süre hareket eder, numuneye batar. Dolayısıyla aslında yük numuneye hiçbir zaman, daha önce belirtildiği gibi tamamen statik şekilde tatbik edilemez. Şekil 2.3’de ucun yük bindirmesi esnasında numunede oluşan izin hareketi şematik olarak verilmiştir. Bu şemadan da anlaşılacağı gibi, iz oluşumu esnasında numunede farklı iki tipte deformasyon meydana gelir. Yük uygulanmaya başladıktan hemen sonra ucun derinliği maksimum derinlikten (h_{max}) daha küçük bir derinliğe artar. Yükün tamamının uygulandığı anda ucun derinliği sabit kalmaz, bu derinliğe kadar çok küçük de olsa belirli bir ivme kazanmış olan uç hala numuneye batmaya devam eder ve en son olarak h_{max} ’da durur. Aynı şekilde numuneye tatbik edilen yük anlık olarak sıfırlanamayacağından, yük numune üzerinden kaldırılırken numunenin uca temas eden yüzeyi de ucla birlikte hareket ederek h_{son} derinliğine kadar geri gelir. Yükün numuneye tatbikinden itibaren numunede oluşan şekil bozukluğu katılardaki *plastik deformasyona* bir örnek teşkil eder. Numunede, uygulanan basınç sebebiyle geri dönüşü olmayan deformasyon (ya da şekil değişikliği) meydana gelmiştir. Metalik materyallerde oluşan plastik deformasyona metal kristalini oluşturan bağların bozulması eşlik eder, buna rağmen elastik deformasyonda bağlar sadece esner ve geri çağırıcı kuvvet görevi görürler.

Uygulanan yük numune üstünden kaldırılırken numunenin yüzeyinin yukarı doğru hareket eden yükle birlikte hareket ederken de numunenin değişen şekli daha önceki

halini alarak uç seviyesi h_{son} derinliğine gelir. Bu değişiklik te katılardaki *elastik deformasyona* örnek teşkil eder. İsminden de anlaşılacağı gibi basınç uygulayarak oluşturulan şekil değişiklikleri, basınç kaldırıldığında ortadan kalktığına bu tür değişiklikler elastik şekil değişiklikleri olarak adlandırılır [17-20].

Uygulanan kuvvet ile batma derinliğini gösteren Şekil 2.4, testte kullanılan ucun numuneye yük uygulamaya başlamasından ucun geri çekilmesine kadar geçen süre boyunca devamlı şekilde batma ucunun derinliğini *tek seferlik yük bindirme esnasında* ölçerek elde edilir. Sertlik testleri pratik kullanımı çok daha eskiye dayanmasına rağmen, bu şekilde $F-h$ grafiğinden yararlanarak malzemelerin hem sertlik hem de elastik özelliklerinin tek bir deneyde elde edilmesine 70' lerde başlanmıştır [21]. Bu şekilde derinlikuygulanan kuvvet eğrileri elde edilen sertlik metodu literatürde genellikle *Duyarlı Çentme İşlemi* (Depth Sensing Indentation genellikle 'DSI' olarak kısaltılır) ya da *Dinamik Sertlik ölçümü* olarak adlandırılır [6].

Bu kavramları tanımladıktan sonra sertliğin tanımını, malzemenin plastik deformasyona karşı direnci olarak da kabul edebiliriz.



Şekil 2.4 Uygulanan yük ile yer değiştirme miktarının değişimini gösteren şematik gösterim

Literatürde geçen yaygın bir terim de elasto-plastik deformasyondur. Bu terim tam olarak sertlik ölçümlerinde numunede iz açma esnasında oluşan deformasyonu anlatmak için kullanılabilir. Şekil 2.4'de uygulanan kuvvetin (F) ucun batma derinliğine (h) göre tipik grafiği gösterilmektedir. Kuvvet F_{max} değerine ulaştığında yer değiştirme

artmaya devam eder, bu olay literatürde *sürüklenme* (*creep*) olarak adlandırılır ve bu olayı gösteren parça grafikteki yatay çizgidir. Sürüklenme derinliği metalik ve seramik malzemeler için sıcaklığa bağlı olarak değişir. Azalan sıcaklık ile plastik deformasyon eğrisi daha dikleşir ve eriştiği maksimum yükseklikten, sürüklenme doğrusu boyunca ilerlemeden, elastik deformasyon eğrisi daha düşük bir eğimle aşağı doğru iner. Genellikle sürüklenme derinliği sıcaklıkla azalan bir eğilim gösterir ve alçak sıcaklıklarda sürüklenme olayı olmaz. Dolayısıyla yukarıdaki şekil yaklaşık oda sıcaklığında tipik $F - h$ eğrisinin göstermektedir. Bu şekilde DSI metodu ile elde edilen $F - h$ eğrisini kullanarak değişik kavramlara dayalı sertlik tanımlamaları da yapılmıştır. Örneğin, numuneye yük uygulayan ucun numune üzerinde plastik ve elastik kuvvetlerin yaptığı işten yola çıkarak sertlik tanımları yapılmıştır [22]. Açıkça görüleceği gibi uygulanan yükün yaptığı toplam iş yaklaşık olarak $F - h$ eğrisinin h -ekseniyle beraber çevrelediği alana eşittir.

DSI metodu ile elde edilen verilerin analizinde kullanılan en yaygın yöntem ise Oliver-Pharr metodu olarak bilinir [23]. Bu metotta, elde edilen grafikten numunenin Young modülü E elde edilebilir. En kestirme olarak, Young modülü, elastik deformasyona uğrayan materyallere Hooke Kanunu'nun uygulaması olduğu söylenebilir ve

$$\frac{F}{A} = E \frac{\Delta L}{L} \quad (2.9)$$

formülü ile ifade edilir [17-20]. Burada L materyalin kuvvet doğrultusundaki orijinal boyutunu; ΔL ise F kuvvetinin A etki yüzeyi ile etkidiğindeki kuvvet doğrultusu boyunca olan değişimi göstermektedir. Her iki yönden de uygulanan kuvvetin yönlerine göre materyalin boyu kuvvet doğrultusunda uzar ya da kısalmır. Materyal üzerine uygulanan kuvvet doğrultusunda boyu uzadığında (kısaldığında) uygulanan kuvvete dik yönlerdeki boyutlarında büzülme (genleşme) olur. Bu şekilde kuvvet yönündeki uzamanın (kısılmanın) diğer yönlerdeki büzülme (genleşmeye) oranı Poisson oranı olarak tanımlanmıştır ve genellikle ν sembolü ile gösterilir. Oliver-Pharr metodunda DSI ile elde edilen $F - h$ grafiğinden elde edilen verilerle numunenin Young modülü

$$E_i = \frac{1}{C^* \sqrt{A_c}} \frac{dF}{dh} (h = h_{\max}) \quad (2.10)$$

formülü ile verilir. Burada formülün sağ tarafı deneysel verilerin işlenmesinden elde edilir. A_c kontak alanı olarak tanımlanır ve ucun numunede bıraktığı efektif izin

alanının deneysel olarak elde edilir. Daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi, değişik sertlik testleri için ucun oluşturduğu izin yuzey alanı ucun batma derinliğinin bir fonksiyonu olarak $A = A(h)$ şeklinde yazılabilir. Doğal olarak A , h 'nin monoton olarak artan bir fonksiyonudur. A_c kontak alanı da $A_c = A(h_c)$ den kolaylıkla hesaplanır. Burada, h_c derinliği yükün kaldırıldığı eğriyi gösteren $F = F(h)$ egrisinin maksimum derinliğe karşılık gelen noktadaki teğetinin h -ksenini kestiği derinliktir. A_c yüzey alanı Şekil 2.4'deki h_{son} 'na karşılık gelen alandan daha büyüktür. Yani $A(h_c) > A(h_{son})$ dir. (2.10) denklemindeki değişkenlerin boyutları incelenirse C^* nin boyutsuz olduğu kolayca görülür. Bu boyutsuz sabit, testte kullanılan ucun geometrisine bağlı olarak değişir. Vickers testi için $C^* = 1.142$ olarak verilir [24]. (2.10) denklemindeki $\frac{dF}{dh}$ türevi de $F(h) = B(h - h_{son})^\alpha$ gibi bir polinom olduğu kabul edilerek deneysel olarak elde edilen grafkten B , α parametreleri (sabitleri) belirlenerek bulunur. (2.10) denkleminin sol tarafındaki E_i de indirgenmiş Young modülüdür ve

$$\frac{1}{E_i} = \frac{1 - \nu_u^2}{E_u} + \frac{1 - \nu_n^2}{E_n} \quad (2.11)$$

şeklinde tanımlanmıştır. Burada, E_u, E_n sırasıyla elmas uç ve numunenin Young modülleri, ν_u, ν_n de sırasıyla elmas uç ve numunenin Poisson oranlarıdır. Bu formül de numuneye batan uçta meydana gelen elastik deformasyonların da hesaba katılmasıyla elde edilir. Elmas uç için $E_u = 1144 \text{ GPa}$, $\nu_u = 0.07$ dir [16].

Seramik malzemelere uygulandığında, DSI metodu ile belirlenebilen başka bir mekanik özellik de 'Kırılma Tokluğu' (*Fracture Toughness*)dir. Bu mekanik özellik, basınç altında, materyalde bulunan mikro-çatlakların yayılma hızını belirleyen özelliktir [12, 17].

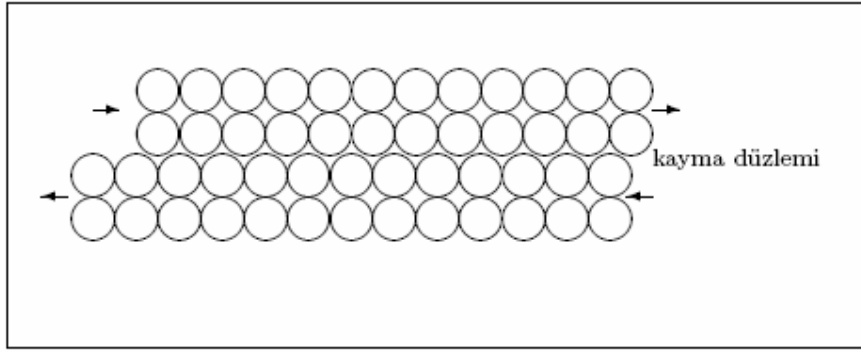
Bundan sonraki alt bölümde, metalik malzemelerde plastik deformasyonun sebepleri ile ilgili atomik ölçekteki olaylar ve teoriler hakkında genel bilgiler verilecektir.

2.2 Kusurlar ve Dislokasyon

Sertlik testlerinde numunede oluşan plastik deformasyon, atomik ölçekte kristal yapıdaki bağların koparılıp tekrar bağlanmasıyla oluşur. Kristal plastik deformasyona

uğradığında, kristal yapının geometrisine bağlı olarak bu deformasyonlar, koparılan bağlar için harcanan enerji minimum olacak şekilde oluşan kayma düzlemleri boyunca olur. Bu olay Şekil 2.5’de şematik olarak gösterilmiştir.

Metal veya seramik malzemelerde oluşan plastik deformasyon kaba hatlarıyla bu şekilde modellendiğinde deformasyona sebep olan kuvvet için teorik olarak hesaplanan kuvvet ile gerçekte bu materyallerin plastik deformasyonu için uygulanan kuvvetten oldukça büyük olduğu görülmüştür [19]. Bu problem kristalde var olan kusurlar ve bu kusurların özellikleri ile 1934 yılında açıklanmıştır [25-27]. Bu buluş, malzeme mühendisliğinde çok önemli kilometre taşıdır.



Şekil 2.5 Kayma düzleminin şematik gösterimi

Kusurlar efektif olarak koparılan bağların sayısını önemli ölçüde azaltarak teori ile pratik arasındaki uyumsuzluğu giderirler. Metallerdeki plastik deformasyon metal kristaldeki *dislokasyon* olarak adlandırılan kusurların oluşumu ve hareketiyle açıklanmaktadır.

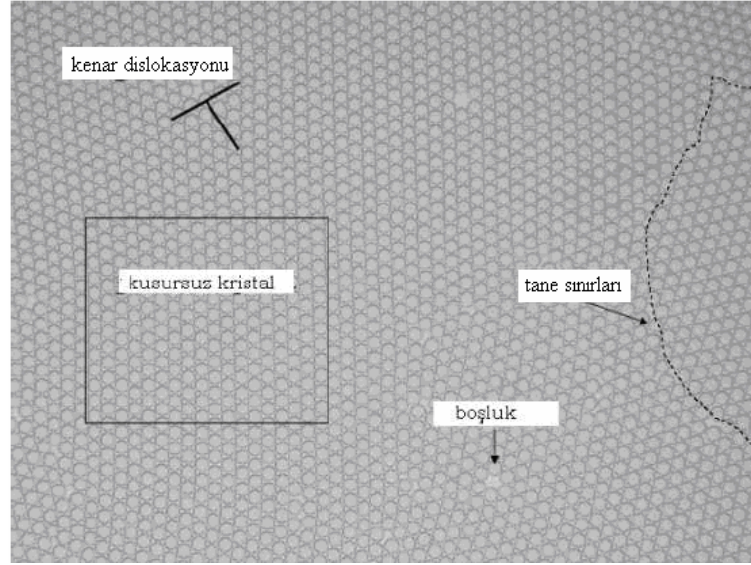
Kristallerde iki tip *dislokasyon* vardır:

- (1) kenar tipi dislokasyonlar
- (2) burğu (ya da vida) tipi dislokasyonlar.

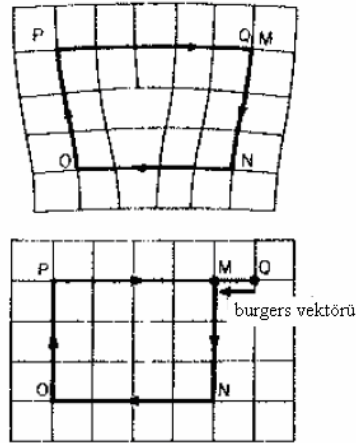
Gerçekte varolan dislokasyonların bu iki tip dislokasyonun karışımından oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekil 2.6’da şematik olarak dislokasyon teorisinde kullanılan terimler topluca tasvir edilmiştir.

Noktasal bir yapı bozukluğu ise kristal yapı içerisinde bir atomun bulunması gereken adreste veya konumda bulunmaması ile ya da yine bulunmaması gereken bir konumda fazladan bulunması ile ortaya çıkabilir.

Çizgisel yapı bozuklukları dislokasyon tipi bozukluklardır ve kristalin dış zorlara karşı direncinde önemli değişikliklere yol açarlar. En çok görülen yapı bozuklukları ise, ikizlenmeler (twinning) veya kaymalar (slip) türü bozukluklardır ve üç boyutta ortaya çıkar. Buradaki kristal yapı kusurları kristalin oluşumu sırasında kendiliğinden ortaya çıkmış olabileceği gibi, oluşumundan sonra dış etkenlerle de oluşabilirler.



Şekil 2.6 Gerçekçi bir kristal modelinde kenar dislokasyonu, örgüdeki boşluk, tane sınırlarının şematik gösterimi [25]



Şekil 2.7 Kenar dislokasyonu için Burgers vektörünün gösterimi [27]

Çizgisel kristal yapı kusurları olan dislokasyonlar, örgü içerisinde oldukça uzun atomik boyutlarda ortaya çıkarlar ve kristalin mekanik özelliklerinde çok önemli değişikliklere yol açarlar. Dislokasyonlar, kristal yapı içerisinde yapının zayıf merkezleri olarak bilinirler. Dislokasyonlar nedeni ile bir kristalin kırılabilirliği 10^4 katı kadar azalabilir. Bu yüzden özellikle materyal hazırlanmasında dislokasyonların varlığının ve yoğunluklarının bilinmesi büyük önem taşır. Dislokasyon kristal yapı içerisinde konumlarını değiştirmiş atomların oluşturduğu bir çizgi olarak düşünülebilir. Bir kristal yapı içerisinde çıkan dislokasyonların oluşum özellikleri ve cinsi Burgers vektörü ile tanımlanır. Dislokasyonların kristal içerisinde ortaya çıktığı bölgeler kristalin ideal halindeki bölgelere göre daha yüksek enerjili bölgelerdir ve bu yüzden yüksek enerji bölgeleri olarak tanımlanırlar. Sözü ettiğimiz bu enerjinin büyüklüğü, mesela bakır kristali için atom düzlemi başına $6eV$ 'dur. Genel olarak düşünersek atom düzlemi başına eV düzeyindedir. Kristaller için daha genel bir formül ile bu enerjiyi tanımlamak istersek $E = \mu b^2$ şeklinde verebiliriz [25]. Burada Burgers vektörünün büyüklüğü b , μ 'de kristalin kesme modulüdür. İdeal ve dislokasyon içeren kristaller enerjileri açısından karşılaştırıldıklarında, bu şekilde kusur ile oluşan kristalin entropisinin, ideal kristalin entropisinden daha büyük olduğu görülür. Ne kadar dikkat edilmiş olursa olsun, üzerinde hiçbir dış etki olmaksızın oluşturulan kristaller bile cm^2 başına 10^3 dislokasyon içerebilirler. Oldukça yüksek oranda deforme edilmiş bir kristal yapıda bu büyüklük 10^{12} ye kadar yükselebilir. Kristallerde dislokasyon türü yapı bozukluklarının gözlenmesi özelliklerinin ortaya çıkarılması elektron mikroskobu ile kolayca yapılabilmektedir. Kristallerde gözlenen hacimsel yapı bozukluklarının en çok görülen iki türü, kayma ve ikizlenmelerdir. Kayma türü yapı bozuklukları, kristali oluşturan atomik düzen bozulmaksızın, kristalin iki bölümünün kayma düzlemi olarak bilinen bir düzlem üzerinde atomik uzaklıklar düzeyinde birbirine göre kaymaları şeklinde ortaya çıkar. Kayma oluşumu sırasında ortaya çıkan atomik yer değiştirmede, yer değiştirme uzunlukları atomlar arası uzaklığın tam katlarıdır.

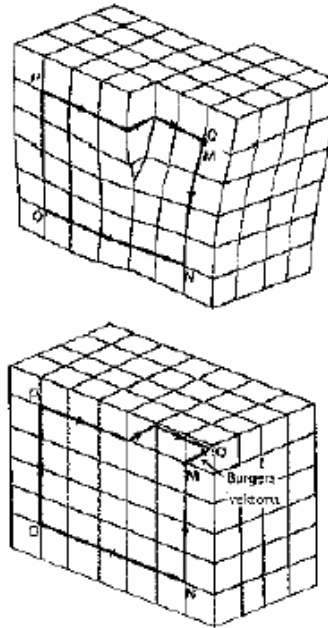
Diğer bir hacimsel yapı bozukluğu olan ikizlenmeler de ise, yine kristalin bir bölümü diğer bölümüne göre hacimsel olarak yer değiştirmiş olmakla birlikte, atomik yer değiştirme atomlar arası uzaklığın tam katları değildir. Bu tür yapı bozukluklarında kristalin bir miktar hacmi diğerine göre belirli bir açı altında döner, her iki hacimde aynı

atomik düzeni korumakla birlikte birbirlerine göre bu açı kadar dönmüş olur. Kristal hacimlerin ayrı ayrı incelenmesi sonucunda gözlenen en belirgin özellik her iki hacminde kristal ideal atomik yerleşim düzenini korumuş olmasıdır, ancak sanki aynı kristal yapıda iki hacim birbirlerine göre belirli bir açı kadar döndürülerek bir kristal düzlemi içerisinde yapıştırılmış gibidirler, bu düzleme de ikizlenme düzlemi denir.

2.3 Seramik Süperiletkenler ve Mekanik Özellikleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri gibi seramik malzemelerin metallere göre sert ve kırılgan olmalarının sebebi seramiği oluşturan atomlar arasındaki bağların doğasından kaynaklanır.

Metallerdeki plastik deformasyonun sebebi metal kristalindeki iyonların elektrik akımı iletim bandındaki elektronlar sayesinde hemen hemen küresel simetriye sahip olmasıdır. Metallerdeki deformasyon da yukarıda özetlendiği gibi kristaldeki iyonların kayma düzlemi boyunca bağları koparılmasıyla olur. Plastik deformasyonun kolay olması da bu bağların kopması için metalik yapıda belirleyici bir yön olmamasıdır.



Şekil 2.8 Vida dislokasyonu için Burgers vektörünün gösterimi [19]

Bununla kıyaslandığında, seramikteki atomlar arası bağların bazıları iyonik bazıları da kovalent bağlardır. Seramik malzeme *amorfe* yapıda olabileceği gibi bu araştırmanın konusu olan *BSCCO* seramiği, diğer bakır oksitli seramik süperiletkenlerde olduğu gibi, oldukça karmaşık kristal bir yapıya sahiptir.

Genel tanımı itibariyle seramik, metal bir elementle metal olmayan elementin alaşımıdır. Seramik yapısında kovalent bağların bulunması da bağlar arasındaki kopmada daha düşük enerjide gerçekleşecek yönlerin seçilmesine yol açar [19]. Bu da yine yukarıda bahsedilen kayma için elverişli olan kayma düzlemlerinin kısıtlanmasına sebep olur. Tipik bir seramik yapıdaki birim hücrenin boyutları tipik metalik kristaldeki hücreye göre daha büyük olması da ayrıca seramik malzemedeki plastik deformasyon özelliklerinin metallere göre çok daha az olmasına sebep olur. Bu özellik aynı zamanda plastik deformasyonun ana sebeplerinden birisi olarak sayılan dislokasyonların hareketini metallerekinden farklı kılar. Seramik malzemelerde dislokasyon hareketi daha zor olduğu için seramikler metallere göre plastik özellik göstermezler. Koparılan bağlar atomlar arasındaki uzaklık fazla olduğundan tekrar oluşmaz ve materyal esneklik göstermeden kırılır.

Pratik amaçlar bakımından seramik süperiletken materyallerde en çok aranan özellik, iyi elektrik özelliklerinin yanında, metallere yakın plastik deformasyon özelliği ve esneklik özelliğidir. Bu amaca hizmet edecek en kestirme ve de en yaygın olarak kullanılan yol da bu seramik malzemelerin aranılan mekanik özelliklere sahip (genellikle metal) başka elementlerle bileşiklerinin oluşturulmasıdır. Örneğin, *YBCO* seramiğine genellikle gümüş(Ag) katkısı yapılır. *BSCCO* seramiğine de, deneyde kullanılan numunelerde olduğu gibi elektriksel özelliklerini geliştirmek için kurşun (Pb) katkılı üretilirler. Bu metotla her zaman olumlu sonuç elde edilmeyebilir. Malzemelerin mekanik özellikleri geliştirilirken aynı zamanda süperiletken özelliklerinin muhafaza edilmesi gerekir. Çoğu zaman katkının malzemenin diğer özellikleri üzerindeki etkisini tahmin etmek zordur. Bu şekilde katkı yoluyla '*mükemmel süperiletken*' oluşturmak her seramik malzeme için uygun olmayabilir ya da katkı, malzemenin elektrik özelliklerini kullanışsız kılacak etkileri de beraberinde getirebilir. Genellikle katkı aynı zamanda seramik süperiletkenlerin taşıyabildiği maksimum akımın da azalmasına sebep olur [12].

2.4 Süperiletkenliğe Genel Bir Bakış

Maddeler elektrik iletme kabiliyetleri bakımından sınıflandırıldığı zaman basitçe, elektrik akımını ileten maddelere iletken, iletmeyenlere ise yalıtkan dendiğini biliyoruz. İletkenlerin elektrik akımına karşı gösterdiği direnç, iletkende ısınmaya ve bunun sonucunda da enerji kaybına yol açmaktadır. Bu durum teknolojik gelişmelerde büyük oranda maddi kaybı ve zaman kaybını beraberinde getirmektedir. Eğer elektrik akımını kayıpsız iletecek maddeler bulunmuş olsaydı, teknolojik gelişmelerde çığır açılabilirdi. örneğin, çok hızlı iş görebilen, sürekli çalıştığında bile ısınmayan küçük jeneratörler ve elektrik motorları, elektrik akımını bir yerden bir yere nakletmek için kullanılan yüksek gerilim hatları yerine küçük yer kabloları, mükemmel elektronik parçalar ve yeni bilgisayar teknolojisi bunlardan bir kaçısı olarak sayılabilirdi. Bu yüzden bilim adamları sürekli daha iyi bir iletken keşfetme çabası içerisinde olmuşlardır.

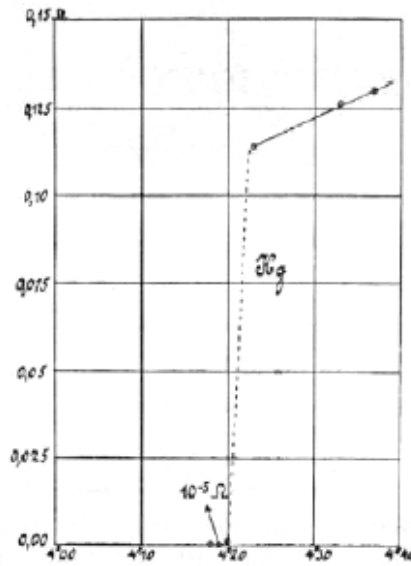
Süperiletkenliğin küçük ölçekteki teorisinin anlaşılması yani elektronların süper-akım oluşturma mekanizmaları deneysel ve teorik bilgi ve gelişmelerin birbiriyle etkileşerek gelişmesiyle gerçekleşmiştir. Süperiletkenlik esasında *kuantum mekaniksel* bir olay olmasına rağmen süperiletkenliği kuantum mekaniğinin temel formüllerinden çıkarsamak oldukça güç bir iş olurdu. Zaten bir bilim adamı süperiletkenlik için kuantum mekaniksel bir teori geliştirip bu olağandışı olayın doğada gözlemlenebileceğini iddia etseydi bile pek de inandırıcı olmayacağı açıktır. örneğin *izotop etkisi* süperiletkenliğin teorisinin gelişmesinde son derece önemli rol oynamıştır. Bu etki, ileriki bölümlerde de bahsedileceği gibi, BCS teorisine şekil vermiş ve ilk önce deneysel olarak bulunmuştur [28, 29].

Bilindiği üzere süperiletkenlik deneysel olarak keşfedildi ve teorik bir çerçeveye oturtulmadan önce deneysel ve fenomenolojik teoriler geliştirildi. Bir iletkenin sıcaklığı arttığında, iletkeni oluşturan iyon merkezlerinin titreşim hızları artacaktır. Bu durumda elektrik akımını oluşturan ve metal içerisinde hareket halindeki serbest elektronların, bu iyon merkezleri ile çarpışma ihtimali yüksek olacak, dolayısıyla iletkenin direnci artacaktır. Bilim adamları bunun tersi bir düşünceden yola çıkarak iletkenlerin aşırı soğutulduğunda, dirençlerinde nasıl bir değişim olacağını araştırmışlardır.

Süperiletkenliğin keşfine yol açan önemli teknolojik ilerleme helyumun sıvılaştırılmasıdır. 1908 yılında Hollandalı fizikçi H. K. Onnes ve ekibi, bir asal gaz olan helyumu sıvılaştırmayı başarmıştır . Bu gelişme araştırmacılara maddeleri çok düşük sıcaklıklara kadar (1K) soğutabilme imkanı tanımıştır. 1911 yılı başlarında, Onnes ve

alıřma arkadařları platin ve paladyum gibi elementlerin direnlerinin sıcaklıkla deęiřimini incelerken, ok dřk sıcaklıkta iletkenlerin direncinin sıfır yerine R_0 gibi bir deęerde sabit kaldıęını ve bundan sonra direncin metalin sağıına baęlı olarak deęiřtięini gzlemlemiřlerdir. Daha sonra saf olarak elde ettikleri cıvayı incelemeye karar verdiler. Yapılan deneylerde srpriz bir sonula karřılařtılar. Saf cıvanın 4.15' de akıma karřı hi bir diren gstermedięini ve direncin bu sıcaklıkta ok keskin bir řekilde sıfır olduęunu gzlemlediler. Bu sıcaklıęı cıva iin kritik sıcaklık (T_c), bu olayı da *Speriletkenlik* olarak adlandırdılar [30]. Ařağıdaki řekilde, cıva elementinin direnci iin elde edilen deney sonuları verilmektedir [31].

Onnes yaptıęı dięer bir deneyde speriletken bir halkada oluřturulan elektrik akımının, speriletken halkanın sıcaklıęı kritik sıcaklıęın zerine ıkmadıęı srece akımın deęerinin hi kaybolmadıęını gsterdi. Daha sonra yapılan alıřmalarda ise periyodik cetveldeki bir ok elementin speriletkenlik gsterdięi anlařılmıř ve kritik sıcaklıkları bulunmuřtur. Bu elementler řekil 2.10'da gsterilmiřtir.



řekil 2.9. Cıvanın direncinin sıcaklıęa baęlı olarak deęiřimini gsteren K. Onnes tarafından izilmiř grafik [31]

2.4.1 I. Tip Süperiletkenler

1911 yılından sonra bazı metallerin, metale özgü bir T_c kritik sıcaklığın altında süperiletken hale geçtiği bilinmektedir. Ancak süperiletken haldeki bu metale bir dış magnetik alan uygulandığında, belli bir değerden sonra metalin süperiletkenliğinin kaybolduğu gözlenmiştir. Uygulanan magnetik alanın bu değeri kritik magnetik alan B_c 'den büyük olduğunda süperiletken özellikleri kaybolur. Bu tip süperiletkenler *I. tip süperiletkenler* olarak adlandırılır.

I. tip süperiletken olan bazı elementlerin, T_c kritik sıcaklıkları ve 0K 'deki kritik magnetik alan değerleri Çizelge 2.2' de verilmiştir [32].

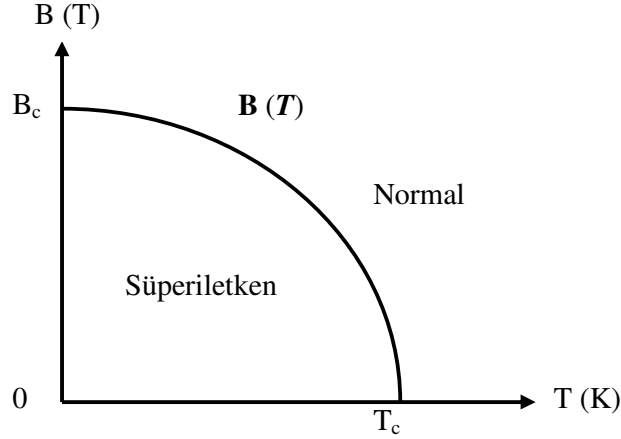
I. tip bir süperiletkenin belli bir sıcaklıktaki kritik magnetik alanı,

$$B_c(T) \approx B_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (2.12)$$

yaklaşık eşitliği ile verilmektedir. Aynı zamanda $B_c(T)$ 'nin sıcaklıkla değişimi, aşağıdaki şekilde verilmiştir.

Çizelge 2.2 I. tip süperiletken elementlerin kritik sıcaklık ve magnetik alan değerleri

I. Tip Süperiletken	Kritik Sıcaklık (K)	Kritik Magnetik Alan (T)
Al	1.196	0.0105
Ga	1.083	0.0058
Hg	4.153	0.0410
Nb	9.260	0.1991
Ta	4.470	0.0829
W	0.015	0.0001
Zn	0.850	0.0054



Şekil 2.11 I. tip süperiletken için kritik magnetik alanın sıcaklıkla değişimi

Şekil 2.11'den görüldüğü gibi, $B_c(0)$ I. tip bir süperiletkende önemli bir magnetik alan değeridir. Uygulanan magnetik alan bu değerden büyük ise, metal hangi sıcaklıkta olursa olsun süperiletkenlik ortadan kalkar. Şekilden çıkarılan diğer bir sonuç ise, metale uygulanan magnetik alan değeri ile metalin sıcaklık değerinin kesiştiği nokta kritik eğrinin altında ise metal süperiletken, üstünde ise normal iletken olduğudur. I. tip süperiletkenler için $B_c(0)$ değeri çok küçük olup $0.2T$ 'nin altında olması, bu tip süperiletkenlerin yüksek magnetik alanlı mıknatıs yapımı için uygun olmadığını gösterir. Süperiletken malzemelerde, süperiletkenliğin yok olmasına sebep olan kritik değere sahip bir başka önemli parametre de J_c ile gösterilen kritik süper-akım yoğunluğudur. Süperiletken, dış bir magnetik alana konmasa bile kendi taşıdığı süper-akım sebebiyle bir magnetik alan oluşturur. Dolayısıyla, süperiletken için B_c kritik magnetik alanı J_c kritik süper-akımı tarafından da oluşturulabilir. Süperiletkenlerin kullanım alanları düşünüldüğünde J_c değerinin yeterince büyük olması son derece önem taşır.

2.4.2 Süperiletkenlerde Oluşan Sürekli Akımlar

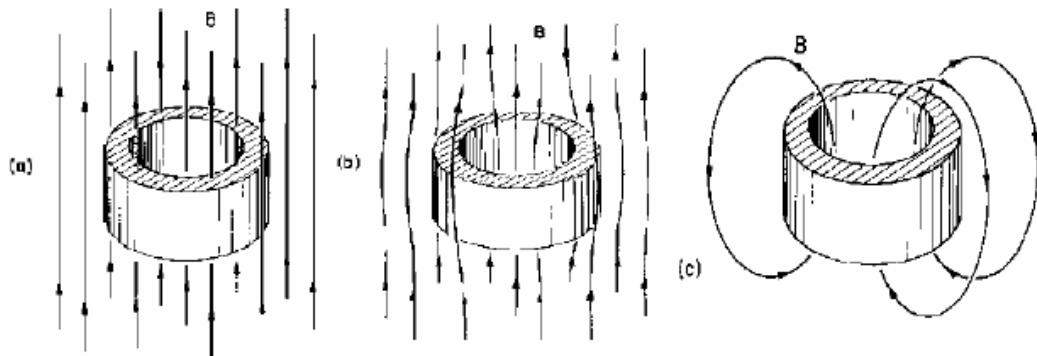
Normal fazda maddenin elektriksel direnci olduğu için madde içinde elektronlar ancak bir potansiyel farkı uygulandığı zaman bir elektrik akımı oluştururlar. Süperiletken fazda ise madde içinde direnç olmadığı için akım elde etmek için bir potansiyel farkı

uygulamaya gerek yoktur. Süperiletken fazda elektronlar yük taşıyan bir süper-sıvı gibi hareket ederler. Başka bir ifadeyle sıkıştırılmaz, viskozitesi olmayan ve elektrik yükü taşıyan bir sıvı gibi hareket ederler. Bir süper-sıvı gibi düşünülen süperiletken fazdaki elektronların elektromagnetik davranışını açıklamak için ortaya konulan ve süperiletkenliğin en eski teorilerinden birisi de ‘*London Teorisi*’ dir [37]. Bu teori de elektronların süperiletken fazının sebeplerini açıklamaz ve fenomenolojik bir teoridir.

$$\frac{\partial \vec{J}}{\partial t} = \frac{Ne^2}{mc} \vec{E}$$

(2.13)

denklemini *London denklemini* olarak bilinir ve bu denklem süperiletkenler için Ohm Kanunu yerine geçer. Ohm Kanunu normal fazdaki elektronların sürüklenme hızlarını elektrik kuvvetine eşitlerken (2.13) denklemini kuvveti ivmeye eşitler. (2.13) denklemini kullanarak süperiletkenliğin gözlemlenen elektromagnetik davranışlarının çoğu kolayca açıklanabilir. ($\vec{B}$ için nüfuz derinliği λ , Meissner etkisi, akı kuantumlanması, vb.) Mağnetik akı kuantumlanması olayının süperiletken halka kullanılarak gözlemlenmesi, süperiletkenliğin BCS teorisini deneysel olarak doğrulayan olaylardan birisidir [39, 40]. Aslında süperiletkenlik ile ilgili ilk teorilerden birisini geliştiren H.London ve F. London kardeşler bu olayı henüz 1930 yılında öngörmelerine rağmen teorik hesaplamalarda hata yapmışlardır. Bu hatalarının sebebi de süperiletken akımı taşıyan yüklerin *Cooper çiftlerini* oluşturan elektronlar olması yerine tek başlarına elektronlar olduklarını kabul etmelerinden kaynaklanmaktadır [37].



Şekil 2.12 a) Normal durumda halka içerisinde magnetik alan çizgilerini vardır b) Süperiletken durumda halkadan magnetik alan çizgilerinin dışarlanması c) Uygulanan alan kaldırıldıktan sonra süperiletken halkanın boşluğunda magnetik alan çizgilerinin tuzaklanması [38]

Şekil 2.12(a)'da gösterildiği gibi, süperiletken maddeden yapılmış bir halka, $T > T_c$ sıcaklığında daire yüzeyinden dik olarak geçecek şekilde bir magnetik alan içerisine konulmuştur. Daha sonra halka T_c kritik sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda şekilde (b)'de görüldüğü gibi süperiletken içerisindeki alan çizgileri oluşan yüzey akımları tarafından dışlanır ancak halkanın çevrelediği boşluktan geçmeye devam edecektir. Halkadan geçen magnetik akı dışarlama sebebiyle biraz artar ve magnetik alan çizgileri halkanın yüzeyine çok az miktarda nüfuz edebilir. Uygulanan alan kaldırıldığında, Faraday indüksiyon yasası denklem (2.21)'e göre zamana bağlı değişen magnetik alan halka boyunca bir elektrik alanı oluşturur. Bu elektrik alanı da

$$-\frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \oint_{\text{halka yüzeyi}} \vec{B} \cdot d\vec{S} = \oint_{\text{halka}} \vec{E} \cdot d\vec{l} \quad (2.14)$$

ile verilen (*Maxwell tarafından düzeltilmiş*) Ampere yasasına göre oluşturduğu süper-akım, dolayısıyla bir magnetik alan indükler ki indüklenen bu magnetik alan, halka yüzeyinden geçen magnetik akının aynı kalmasını sağlar. Cooper çiftleri elektronlar tarafından oluşturulan süper-akım halka boyunca halkayı oluşturan kristalden normal fazdaki gibi saçılarak ilerleyerek enerji kaybetmediğinden, oluşan süper-akım halkanın sıcaklığını T_c den daha düşük bir sıcaklıkta tutulduğu sürece değişmez. Dolayısıyla halka boşluğundaki magnetik akı değişmez, yani magnetik alan çizgileri başlangıç değerini koruyarak *donacak* ya da *tuzaklanacaktır*. Bu olayda daha şaşırtıcı olan ise bu donan magnetik akının sayısal değerinin

$$\Phi = n \frac{hc}{2e} = n \Phi_0 \approx n \times 0.2067833636 \times \mu.G.cm^2 \quad (2.15)$$

olarak verilmesidir. Burada $n = 1, 2, 3, \dots$ tamsayı değerlerini almaktadır, h ise kuantum mekaniğinin temel sabiti olan Planck sabitidir, c 'de elektromagnetizmanın temel sabitlerinden olan ışık hızıdır [41]. Başka bir ifadeyle halkada tuzaklanan magnetik akı temel akı $\Phi = hc/2e$ büyüklüğünün tamsayı katları olabilmektedir.

Bu akı kuantumu literatürde '*Fluxoid*' olarak geçer. Halkanın induktansını L ve normal fazdaki direncini R ile gösterirsek, L/R nin boyutu zaman olduğundan, yine normal fazda akımın azalma süresini belirleyen zaman sabiti L/R olur. Halkanın sıcaklığı $T > T_c$ sıcaklığına getirilirse halkadaki akım, dolayısıyla magnetik alan ve magnetik akı da birkaç (L/R) mertebesindeki zaman içinde yok olur. $E = (1/2) LI^2$ enerjisinin tamamı

da çok iyi bir yaklaşıklıkla halkanın örgüsünün titreşimlerine aktarılarak ısı enerjisine dönüşür. Magnetik akı kuantumlanmasının sebebi, magnetik alanı oluşturan elektronların kuantum mekaniğinin yasalarına göre hareket etmesidir. Burada hepside aynı kuantum temel seviyesinde bulunan süperiletken Cooper çiftleri halka boyunca sınırlı bir hacimde hareket ettiklerinden, bu elektronların kinetik enerjileri de kuantumludur. (2.15) ile verilen akı kuantumunda paydadaki $2e$ de süperiletken fazda akım taşıyan yüklerin Cooper çiftinin toplam yükü olduğunu işaret eder. Bu deneysel verileri, özellikle (2.15) gibi şaşırtıcı bir denklemi kuantum mekaniğinin temel yasalarını ve London teorisini kullanarak kolayca elde etmek mümkündür. $\vec{B} = \vec{\nabla} \times \vec{A}$ ve Stokes teoremini kullanarak

$$\Phi = \oint_{\text{halka yüzeyi}} \vec{B} \cdot d\vec{S} = \oint_{\text{halka yüzeyi}} (\vec{\nabla} \times \vec{A}) \cdot d\vec{S} = \oint_{\text{halka}} \vec{A} \cdot d\vec{l} \quad (2.16)$$

elde edilir. Bu denklem magnetik akıyı vektör potansiyelin halka boyunca yol integrali cinsinden verir. (2.13) denklemini $\vec{J} = e\vec{v}$ ve $\vec{E} = -\frac{1}{c} \frac{\partial \vec{A}}{\partial t}$ tanımlarını kullanırsak (2.16) denklemi :

$$\Phi = -\frac{mc}{Ne} \oint_{\text{halka}} \vec{v} \cdot d\vec{l} = -\frac{mc}{Ne} |\vec{v}| 2\pi r \quad (2.17)$$

şeklinde yazılabilir. Burada, r halkanın yarıçapıdır. Dolayısıyla (2.17) denkleminde de anlaşılacağı gibi, klasik şekilde hareket eden elektronlar magnetik akıyı kuantumlandırıramazlar. Basit şekilde genişliği $2\pi r$ olan sonsuz derin kuyuda hareket eden kuantum parçacığının enerji seviyeleri:

$$E_n = \frac{p_n^2}{2m} = \frac{\hbar^2 k_n^2}{2m} = \frac{1}{2} m \left(\frac{\hbar n}{2m\pi r} \right)^2 = \frac{1}{2} m v_n^2 \quad (2.18)$$

şeklinde verilir. Burada, k_n kesikli değerler alır; $k_n = \frac{n}{2r}$ ile verilir. Enerjisinin kuantumlu olması parçacığın hızının da kuantumlu olmasını sağlar. Son olarak (2.18) ve (2.17) denklemlerinden (2.15) denklemini veren

$$\Phi = -\frac{\hbar c}{Ne} n \quad (2.19)$$

elde edilir. Burada, N süper-akıma katkıda bulunan yüklerin toplam sayısıdır. Bu basit hesapların da gösterdiği gibi, bu fenomen süperiletkenliğin kuantum yasalarıyla açıklanabileceğinin de bir göstergesidir. Bunun bir sonucu olarak süperiletkenliği

kuantum teorisinin büyük ölçekte ve olağandışı bir göstergesi sayabiliriz. İleriki alt bölümlerde de değinileceği gibi, II. tip süperiletkenlerde de süperiletkene nüfuz eden magnetik alan çizgileri süperiletken içinde bir solenoid hacmini dolduracak şekilde ve simetri eksenine paralel ilerlerler ve bu alt bölümde anlatılan süperiletken halka örneğine benzer şekilde süper-akım girdapları ile çevrelenirler. Bu girdapların çevrelediği magnetik akı tüpleri de yine aynı şekilde kuantumlu magnetik akı değerlerine sahiptirler yani bir tüpteki toplam akı Φ_0 'nun tamsayı katıdır.

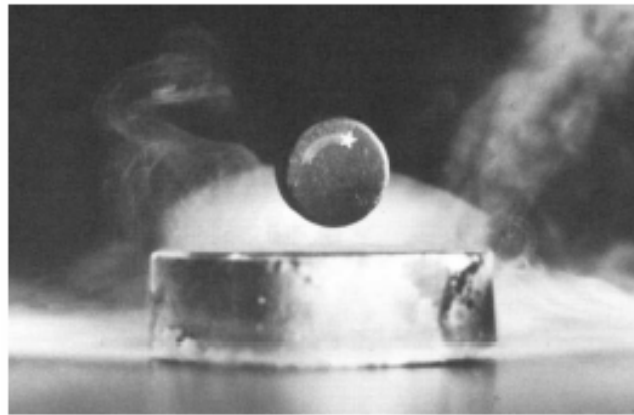
2.4.3 Meissner Olayı

1911 yılında süperiletkenliğin keşfinden 1933 yılına kadar süperiletkenlik, bu maddelerin akıma karşı gösterdiği sıfır direnç fikrine dayanmaktaydı. Bir süperiletkende $R = 0$ olduğundan,

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (2.20)$$

şekline dönüşen Ohm kanununa göre elektrik alan ($\vec{E}$) sıfır olmalıdır. Burada σ , iletkenlik katsayısı olup, $\sigma^{-1} \equiv \rho$ şeklindedir (ρ metalin öz direncidir). Faraday indüksiyon kanunu da aşağıdaki eşitlikte verildiği gibidir.

$$\oint \vec{E} \cdot d\vec{S} = - \frac{d\Phi_m}{dt} \quad (2.21)$$

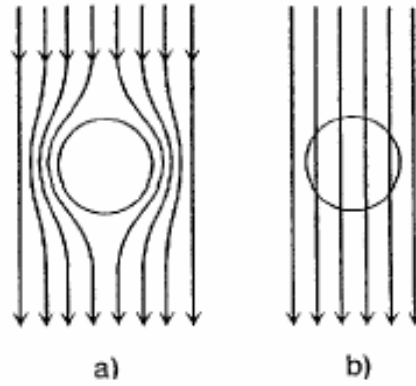


Fotoğraf 2.2 Meissner Olayı [12]

Burada Φ_m magnetik akıdır. Bir süperiletkenin içinde her yerde $\vec{E} = 0$ olduğu için $\frac{d\Phi_m}{dt} = 0$ olacak, dolayısıyla magnetik akı zamanla değişmeyecektir. Bunun sonucunda magnetik akı,

$$\Phi_m = \oint \vec{B} \cdot d\vec{S} \quad (2.22)$$

olduğundan, süperiletken madde içerisindeki magnetik alan sabit olmalıdır. Ancak 1933 yılında W. Meissner ve R. Ochsenfeld yaptıkları deneylerde, magnetik alan içerisindeki süperiletken özelliğe sahip bir maddeyi kritik sıcaklığın altına kadar soğuttuklarında, süperiletken hale geçen madde içerisinde magnetik alan çizgilerinin dışarılandığını gözlemlediler [42,43]. Bunun yanında süperiletken haldeki bir maddeye bir magnetik alan uygulandığında, magnetik alan çizgilerinin süperiletken madde içerisine giremediğini de gördüler. Bu durum *Meissner Olayı* olarak bilinmektedir. Süperiletken içerisindeki her noktada $\vec{B} = 0$ olduğundan, süperiletken madde aynı zamanda mükemmel bir diamagnetik maddedir. Yalnız I. tip süperiletken maddeye uygulanan magnetik alan değeri, kritik alan değerinin üstüne çıkarsa süperiletkenlik özelliği kaybolur ve magnetik alan çizgileri madde içerisine nüfuz ederler.



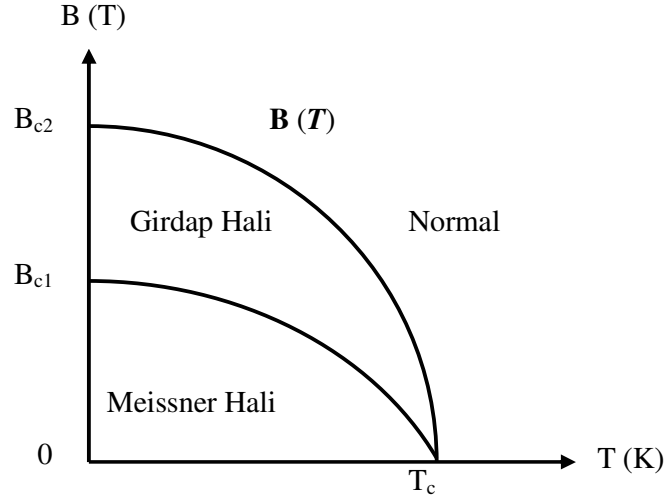
Şekil 2.13 Magnetik alan içerisindeki I. tip süperiletken küreler a) Madde süperiletken halde b) madde normal halde

Süperiletken bir madde aynı zamanda mükemmel bir diamagnetik madde olduğu için, süperiletkenler daimi bir mıknatısı sürekli iter.

2.4.4 II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenler dış magnetik alandaki davranışlarına göre I. tip ve II. tip süperiletkenler olarak sınıflandırıldılar.

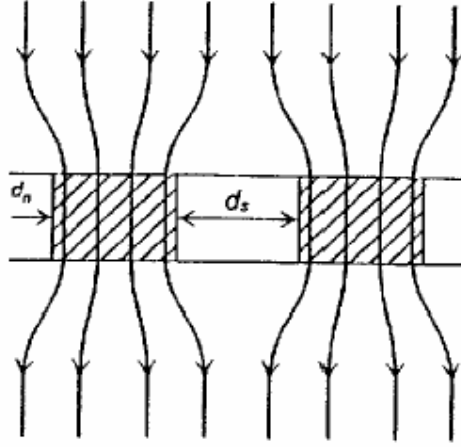
I. tip süperiletken olarak adlandırılan maddelerin, içerisinde büyük bir akım geçirildiğinde ve küçük bir magnetik alana maruz kaldıklarında süperiletkenliklerinin kaybolduğu bilinmektedir. Yüksek kritik sıcaklığa sahip ve yüksek magnetik alanlarda süperiletken maddelerin bulunması oldukça önemlidir. Yapılan araştırmalarda Nb_3Sn bileşiğinde 18.4K kritik sıcaklığa ve de 20T değerinde kritik



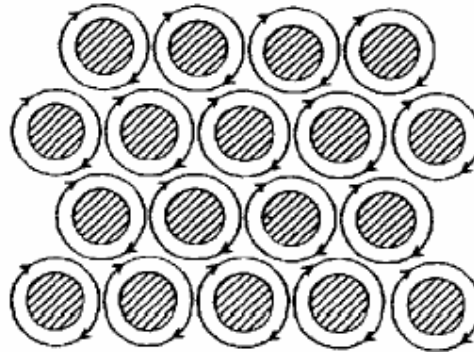
Şekil 2.14 II. tip süperiletkenlerde kritik magnetik alanların sıcaklıkla değişimi

magnetik alana ulaşmaları çok büyük bir gelişmedir. ‘II. tip süperiletken’ kavramı ilk kez 1950 yılında A. A. Abrikosov tarafından ortaya atılmış daha sonra ortaya konulan öngörüler deneysel olarak doğrulanmıştır [44]. Abrikosov, bu tür süperiletkenlerin magnetik özelliklerini Ginzburg-Landau fenomenolojik teorisinin kullanarak açıklamıştır. II. tip süperiletken olarak adlandırılan maddelerin, B_{c1} ve B_{c2} gibi iki tane kritik alana sahip oldukları tespit edildi. Eğer uygulanan dış magnetik alan, alt kritik alan değerinden küçükse madde tamamıyla süperiletken durumdadır ve hiçbir magnetik alan çizgisi madde içerisine nüfuz edemez. Magnetik alanın değeri B_{c1} in üzerine çıktığında, magnetik alan çizgileri madde içerisine akı tüpleri şeklinde girmeye başlar, ancak bu durumda madde süperiletken halde olabilir. Alanın şiddeti daha da artırıldığında $B > B_{c2}$ olduğunda bu akı tüplerinin sayısı giderek artar ve birbirleriyle

çakışarak B_{c2} değerinden sonra tamamıyla madde içerisine girer ve süperiletkenlik ortadan kalkar.



Şekil 2.15 $B_{c2} > B > B_{c1}$ durumunda II. tip süperiletken bir tabakaya dik magnetik alan çizgilerinin nüfuz etmeleri: taralı alanlar, tabakada normal fazda olan kısımları yandan göstermektedir. Süperiletken bölgenin tipik boyutu d_s , normal fazdaki bölgenin boyutu ise d_n ile gösterilmiştir [45]

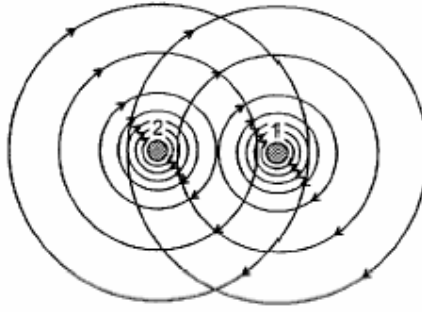


Şekil 2.16 $B_{c2} > B > B_{c1}$ durumunda akı tüplerinin II. tip süperiletken ince tabakaya nüfuz etmeleri yukarıdan görünüm: Akı tüpleri süper-akımlarla çevrelenirler ve taralı her bir alandan geçen magnetik akı Φ_0 'nun tamsayı katıdır. Akı tüpleri üçgen örgü oluştururlar. Normal fazda olan taralı alanların boyutu yaklaşık olarak λ (nüfuz derinliği) kadardır [45].

Süperiletken ve normal fazların aynı anda bulunduğu durumda oluşan akı tüpleri içlerindeki magnetik alan aynı yönde olduğu durumda birbirlerini

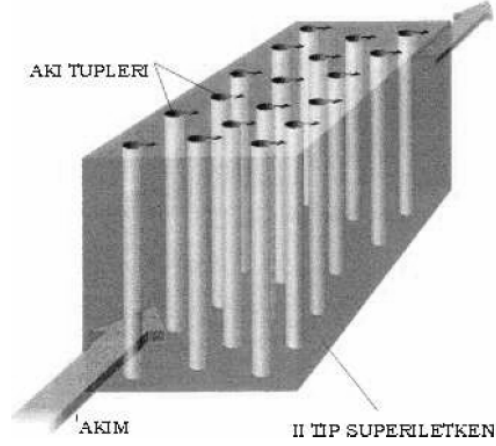
$$F = \frac{1}{c} J \Phi \quad (2.23)$$

Lorentz kuvveti ile iterler. Burada J bir akı tüpü etrafındaki süper-akım yoğunluğu Φ ise diğer akı tüpünün kuantumlu akısıdır. Bu kuvvet aynı zamanda magnetik alanda hareket eden yük üzerindeki kuvvettir. Akı tüplerinin birbirini itme sebebini ise akışkanlar mekaniğindeki basit kanunlar ile açıklanabilir.



Şekil 2.17 II. tip süperiletken için akı tüplerinin etkileşimi gösteren şema [45]

Şekilde gösterildiği gibi, magnetik vektörlerinin yönleri birbiriyle aynı ve birbirine yakın iki akı tüpünü göz önüne alacak olursak tüpleri çevreleyen süper-akımların üst üste gelmesiyle oluşan toplam süper-akımların yönü tüplerin dış tarafındaki süper-akım yoğunluğu tüplerin iç tarafındakından daha fazla olur. Dolayısıyla tüplerin etrafındaki Bernoulli *süper-sıvı* basıncı tüplerin iç tarafındaki basıncından daha az olur. Dolayısıyla akı tüpleri birbirlerini iterler. Bu kuvvetin şiddeti (2.23) formülü ile verilir [45]. Aynı şekilde, birbirleriyle etkileşmelerini ihmal ettiğimiz akı tüpleri içeren II. tip bir süperiletkenden boyunca geçen süper-akım ile akı tüplerinin etrafındaki *girdap akımlarının* üst üste gelmesini düşündüğümüzde; akı tüplerinin süperiletken içinde boylu boyunca akan akıma dik bir yönde hareket ettiği anlaşılabılır. Dolayısıyla II. tip süperiletken boyunca geçen akım akı tüplerinin hareket etmesine sebep olur. Şekil 2.18’ de gösterildiği gibi süper-akıma dik hareket eden akı tüpleri de süperiletkende bir potansiyel farkı, dolayısıyla bir sahte-direnç (*Pseudo Resistance*) oluşmasına sebep olurlar.



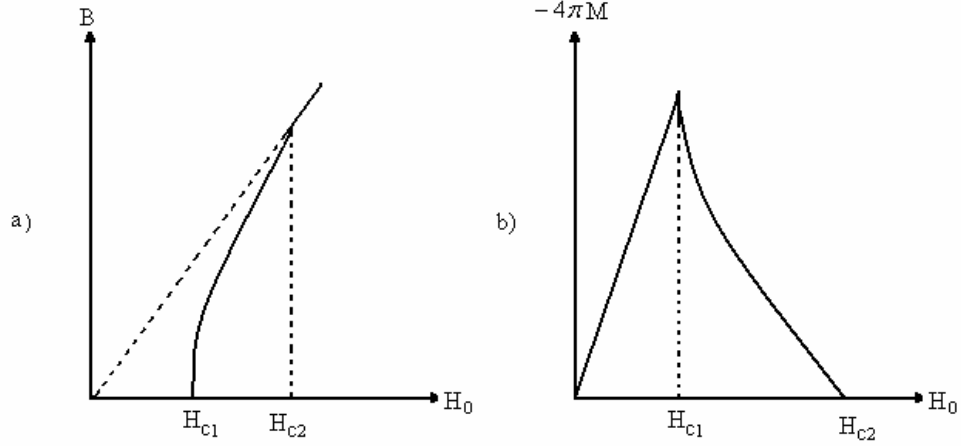
Şekil 2.18 II. tip süperiletken için akı tüplerinin süper-akıma dik olan hareketini gösteren şema. Tüpler küçük okların gösterdiği yönde hareket ederler [36].

II. tip yüksek sıcaklık seramik süperiletkenler için bu akı tüplerinin hareketi son derece önem taşır. Bu akı tüpleri süperiletkenin yapısındaki, mikro-çatlak vb. Kusurlarla etkileşir ve süperiletkenin performansını etkiler.

2.4.5 Süperiletkenlerde Mıknatıslanma

Bir süperiletken içerisinde magnetik alan çizgilerinin dışarlanması, süperiletken yüzeyi üzerinde oluşan yüzey akımları sayesinde oluşmaktadır. Normal bir iletken içinde serbest elektronlar iletkenine uygulanan (statik) $\vec{E}$ alanını yok edecek şekilde yüzeyde hareket ederler. Süperiletken fazda da normal iletkeninde olduğu gibi yükler süperiletkenin yüzeyinde bulunurlar. Ayrıca, süperiletken fazda süperiletken içinde zamana göre değişen $\vec{E}$ alanında 0 olur.

I.tip süperiletkenlerde, bu yükler dış bir magnetik alan uygulandığında bu alanı sıfırlayacak şekilde yüzey akımları oluştururlar. Dolayısıyla yüzey akımları süperiletkenin yüzeyine paraleldir. II. tip süperiletkenlerde iki kritik magnetik alan değeri olduğundan bu tip süperiletkenler içinde magnetik alan kritik alan değerlerinden küçük olduğu zaman sıfır olur. Dolayısıyla $B > B_{c1}$ olan magnetik alanda II. tip süperiletkenlerde *Meissner etkisi* görülmez.



Şekil 2.19 a) II. tip süperiletkenin mıknatıslanmasının uygulanan magnetik alanla değişimi b) Mıknatıslanmasının uygulanan magnetik alanla değişimi [34]

Yüzey akımları numune yüzeyinden içeri doğru, yaklaşık λ kadar bir kalınlıkta oluşmaktadır. λ parametresi 0.5×10^3 Å ile 1×10^3 Å arasında değerler alır.

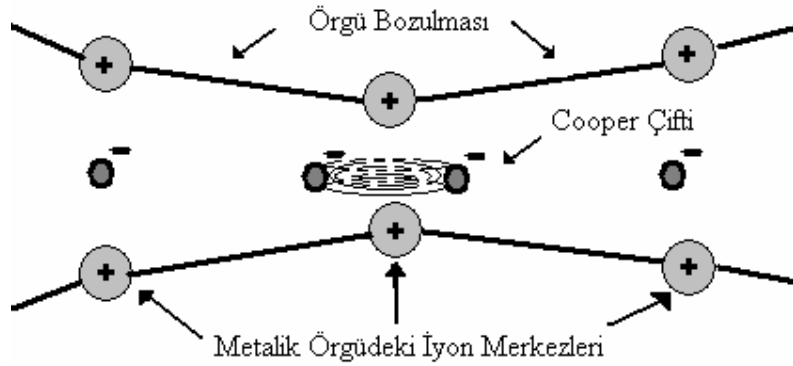
2.4.6 Süperiletkenliğin Teorik Açıklaması ve BCS Teorisi

Metallerin elektrik akımına karşı gösterdiği direnç, büyük bir çoğunlukla metaldeki serbest sayılabilecek elektronlarla metal örgüyü oluşturan iyon merkezlerinin çarpışması sonucunda oluşmaktadır. Süperiletkenliğin mikroskobik- kuantum teorisinin kurulması çalışmalarında da elektron - metalik örgü etkileşimi önemli bir rol oynamıştır. Bu etki-leşimin metallerin süperiletkenlik özelliğinde rol oynadığının anlaşılmasını sağlayan olgu ‘*izotop etkisi*’ olarak bilinir [28, 29, 46]. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları ölçülen civa atomu izotopları için deneysel olarak $T_c M^{1/2} \approx$ sabit olduğu gözlenmiştir. Burada M civa atomunun değişik izotoplarının kütlelerini temsil etmektedir. Civanın izotopik kütlesi M iletkenlik üzerinde etkisi varsa süperiletkenlik fazı için kristalin yapısında dinamik bir rol oynadığı sonucu elde edilir.

1957 yılında süperiletkenliğin teorik açıklanması [47, 48] ile tesadüf eseri (1911) keşfedilmesi arasında yaklaşık yarım yüzyıl geçtiği ve teorik açıklamanın teoriyi öne sürenlere 1972 Nobel ödülü kazandırdığı göz önünde bulundurulursa, süperiletkenliğin teorik açıklamasının zor olduğu anlaşılabilir. Süperiletkenliğin mikroskobik teorisi

kuantum alan teorisinin metodlarını kullanır. İlk defa kuantum alan teorisi metodlarının süperiletkenliğe uygulaması BCS teorisinden daha sonra yapılmıştır [49,50].

Bu modern teoriden daha önce daha basit fenomenolojik teoriler de öne sürülmüştür. Bahsedilen bu teorilerden en önemlisi Landau-Ginzburg teorisidir [34]. Süperiletkenliğin sebeplerinden çok elektromagnetik özelliklerini açıklamayı amaçlayan en eski teori ise London teorisidir [37, 43, 51].



Şekil 2.20 İki elektron arasında çekici etkileşmeye neden olan örgü bozulması

Bir süperiletkende elektronların, birbirlerine bağlanarak elektron çiftleri oluşturdukları L. Cooper tarafından bulunmuş ve *Cooper çiftleri* olarak adlandırılmıştır. Bu çiftler arasındaki uzaklık $100nm$ kadar olup, örgüyü oluşturan iyonlar arası uzaklıktan çok büyük olduğu için (iyonlar arası uzaklık $0.1 - 0.4nm$), süperiletken içerisinde negatif yük bölgeleri oluşturmazlar. Elektronlar aynı tür yüke sahip oldukları için birbirlerini itmeleri gerekirken, nasıl olurda birbirlerini çeker ve bir elektron çifti oluşturur. Bu durum şekildeki şematik gösterimden de anlaşılacağı gibi kaba hatları ile şöyle de açıklayabiliriz.

Hareket halindeki serbest bir elektron metalik örgüyü oluşturan iyon merkezleri yakınından geçerken, pozitif yüklü iyon merkezlerini birbirine doğru çekerek, o bölgede azda olsa pozitif bir yük yoğunluğu oluşturur. O bölge yakınındaki başka bir elektron bu pozitif yük yoğunluğu tarafından çekilir ve dolaylı olarak iki elektron birbirine bağlanmış olur.

1957 yılında Bardeen, Cooper ve Shrieffer bu elektron çiftlerine dayanan ve *BCS teorisi* olarak adlandırılan bir teori ortaya attılar. Kuantum teorisine göre elektronlar fermiyondur ve Pauli dışarlama ilkesine uyarlar [52]. Bu teoremin sonucu olarak aynı kuantum durumunda yalnız bir elektron bulunabilir. Buna karşın çift sayıdaki fermiyonlar da bozon karakterindedir, aynı kuantum durumunda bulunabilir ve birlikte hareket etme (koherent) eğilimindedir.

Bozonlar ve fermiyonlar kuantum mekaniksel özelliklere sahip parçacıklardır klasik olarak açıklanamazlar. Bozon parçacıklarının ayırt edici kuantum mekaniksel özellikleri bu parçacıkların dalga fonksiyonunda gizlidir. Çok sayıda bozon parçacığının dalga fonksiyonu tek tek her birinin dalga fonksiyonlarını herhangi iki bozon parçacığın yer değişimi altında simetrik yapacak çarpımından elde edilir. Aynı şekilde çok sayıda fermiyon da anti-simetrik dalga fonksiyonuna sahiptir. Atomu oluşturan yapıtaşları, nötron, proton, elektron gibi parçacıkların hepsi 1/2-spine sahip olduklarından *fermiyon*durlar. Anti simetrik dalga fonksiyonuna sahip olmalarından dolayı fermiyon olan herhangi iki fermiyonik parçacıklar bütün kuantum sayıları aynı olan durumda bulunamazlar (Pauli Dışarlama İlkesi) [53].

Bozon olan parçacıklar ise yapı taşları olan fermiyonlar arasındaki etkileşmeleri sağlayan kuvvetleri ileten kuantum mekaniksel parçacıklardır. Fermiyonların aksine, sonsuz sayıda bozon parçacığın her biri kuantum sayılarının hepsi de aynı olan bir durumda bulunabilir. Parçacıkların fermiyon ya da bozon özelliğine sahip olmasını tayin eden şey parçacığın spinidir; tamsayı spine sahip parçacıklar (daha küçük alt parçacıklardan oluşsalar bile) bozon; kesirli spine sahip parçacıklar da (daha küçük alt parçacıklardan oluşsalar bile) fermiyondur. Birbiri ile etkileşerek birbirine bağlanan iki fermiyondan oluşan bir kuantum-mekaniksel yapı bozon özelliği gösterir. Süperiletkenlikte metalde bulunan $\sim 10^{22}$ sayıda elektronun (fermiyonun) aynı taban seviyeye çökmesi ile açıklanır. Fermiyonlar aynı kuantum durumuna bulunamayacakları için elektronlar çiftler halinde bozon oluştururlar. Bu bozonlar, bu bölümün girişinde de bahsedildiği gibi *Cooper çiftleri* olarak adlandırılır. Cooper çiftleri zıt spinli iki elektrondan oluştuğu için toplam spinleri ve toplam açısall momentumları sıfırdır. BSC teorisine göre bir süperiletkendeki bütün elektronlar bağlı çiftler halindedir ve hepsi aynı kuantum durumunda kilitlenmiştir. Süperiletkendeki elektronların birbirlerine çiftler halinde kilitlenmiş olması nedeniyle bu çiftler, iyon

merkezleri tarafından saçılmaya uğratılamazlar. Çünkü bu uyumlu hareketteki elektron çiftlerinden birinin hızını değiştirmek için sistemdeki bütün elektron çiftlerinin hızını değiştirmek gerekir, dolayısıyla bu yüksek bir enerji gerektirdiği için bu çarpışmalar saçılmaya neden olmazlar ve sonuçta dirençsizlik meydana gelir.(Bu olayı birbirine bir sicimle bağlanmış dağcılar hareketine benzetebiliriz. Eğer serideki dağcılardan bir tanesi bir engel tarafından seriden koparılmaya zorlansa, bu dağcıya yakın diğer dağcılar kendisini geri çekerek bu etkiyi ortadan kaldırılır). En genel hatları ile özetlemek gerekirse BCS teorsinin esası metallerde iletkenlik bandındaki elektronlarla, elektronların hareket ettiği örgü ile etkileşmeleri, elektronların bozon olan Cooper çiftleri oluşmasına neden olur. Bu bozonların temel kuantum seviyesi ise süperiletkenliğe karşılık gelir. Elektronlarla örgü arasındaki etkileşmeler, kuantum alan teorisindeki modelde örgüdeki kuantum mekaniksel titreşimlerine karşılık gelen bozon parçacıklar tarafından sağlanır. Bozon olan bu parçacıklara '*fonon*' denir ve fonon sayıları, elektronlarla etkileştikleri için, sabit değildir. Süperiletkenliği keşfeden ve süperiletken elementleri araştıranları şaşırtan olgu, normal fazda iyi iletken olan elementlerin süperiletken fazı olmamasıdır. BCS teorisinin fonon-eletron etkileşmesine dayanmasının bir sonucu olarak, normal durumda iyi iletkenlerde elektron-fonon etkileşmesinin az olması anlamına geldiğinden, iyi iletken element ya da bileşiklerin süperiletken fazı yoktur. Süperiletken durum güçlü elektron-fonon etkileşmesini gerektirir. BCS teorisi ile süperiletkenlerin dirençsizlikleri ve akı kuantumlanması başarı ile açıklanmış olmasına rağmen, süperiletkenlerin bütün davranışlarını tam anlamıyla açıklayan, elektron-fonon etkileşmesiyle açıklanamayan yüksek sıcaklık-süperiletkenliği gibi fenomenleri açıklayabilen bir teori geliştirilememiştir.

BÖLÜM III

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Süperiletken (BiPb)SrCaCuO Numunelerin Üretimi ve Zn Katkısı

(BiPb)SrCaCuO numunelerin yaygın olarak kullanılan *Amonyum Nitrat Metodu* ile üretim aşamaları ve katkı işlemlerinin detaylı açıklaması kaynak [1] de bulunabilir. Bu alt bölümde, Zn katkısı içeren süperiletken numunelerin üretim aşamaları kısaca özetlenmiştir.

Süperiletken malzemelerin hazırlanması genelleştirilmiş $(\text{Bi}_{1-x}\text{Pb}_x)_2\text{SrCa}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ sistemi içinde $n=3$ sistemine benzer şekilde seçilen, $(\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34})\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10}$ kompozisyonuna uygun olarak yapılmıştır.

Başlangıç kompozisyonu $(\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34})\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.0}\text{O}_{10}$ olarak seçilen yapı için yüksek safıkta (>99.99) Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 ve CuO yeterince amonyum nitrat kullanılarak üretim yapılmıştır. 700 , 700 , 750 , 780 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıklarda sırasıyla 10 dak, 30 dak, 20 saat, 3 saat olmak üzere her işlem sonrası ara öğütme işlemi yapılarak dört defa ara öğütme ile kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra 1g'lık tabletler yaklaşık 250MPa basınç altında hava ortamında tablet haline getirilmiştir. Tabletler 820 $^{\circ}\text{C}$ deki fırın içerisine konulmuş ve 0.03 $^{\circ}\text{C}/\text{dak}$ ısıtma hızı ile 848 $^{\circ}\text{C}$ de 100 saat sinterlemeye tabi tutulduktan sonra 0.03 $^{\circ}\text{C}/\text{dak}$ ile 830 $^{\circ}\text{C}$ soğutulmuş ve bu sıcaklıktan doğrudan oda sıcaklığına alınmıştır.

Sinterleme işlemi sonrasında bir ara öğütme yapılarak 1g'lık tabletler halinde saf ve %3, 5, 10, 20, 30, 50 oranlarında Zn ilavesi yapılarak hazırlanan tabletler tavlama işlemi için 755 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklığındaki fırına konarak 0.01 $^{\circ}\text{C}/\text{dak}$ hızla 770 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklığına çıkarılmış ve bu sıcaklıkta 12 saat bekletilerek ortama O_2 verilmiştir. Daha sonra 0.1 $^{\circ}\text{C}/\text{dak}$ hızla fırının sıcaklığı 790 $^{\circ}\text{C}$ 'ye çıkarılırken O_2 verme işlemine devam edilmiştir. 790 $^{\circ}\text{C}$ 'de 100 saat tavlandıktan sonra direkt olarak hava ortamına çıkarılmıştır.

Yüksek sıcaklık süperiletkeni olan BSCCO sıvı azot ortamında süperiletken fazdadır. *BSCCO* süperiletkenine yapılan *Zn* katkısı kritik sıcaklık T_c değerinin düşmesine sebep olur [50].

3.2 Mikrosertliğin Ölçülmesi

Deneyde, *Future-Tech FM-700 series* marka dijital-mikrosertlik test cihazı kullanılmıştır. Kullanılan bu ölçüm cihazının teknik özellikleri ile ilgili ayrıntılı bilgi [54] internet adresinde bulunabilir. Bu cihaz aynı zamanda kullanılan problemleri değiştirilerek H_V , H_B , H_K sertlik testleri; kırılma tokluğu (Fracture Toughness) testlerini de yapabilme özelliğine sahiptir. Cihaz teste kullanılan ucu (H_B için küre, H_V ve H_K için piramit şeklinde) numuneye, otomatik olarak, $50\mu\text{ms}^{-1}$ hızla kuvvet uygulamaktadır ve 10g ~1000g arasında değişen büyüklüklerde yükü uygulayabilmektedir. Yükün numuneye uygulanma süresi-bekleme zamanı (Dwell-time) 5s ~ 99s aralığında değişmektedir. İz çapının ölçümlerini ise %5 hassasiyette optik olarak yapmaktadır. Maksimum $\times 500$ büyütülmüş değerlerinde objektiflerle fotoğraf çekebilme özelliklerine sahiptir ve veriler doğrudan bilgisayar ortamına aktarılabilir. Uzunluk ölçümleri $\sim\mu\text{m}$ seviyesinde olduğundan uzunluk ölçümü optik düzenele olur, nm seviyesinde iz oluşturan sertlik testlerinde ise *SEM* kullanılır.

Deneyde kullanılan Vickers sertlik ölçüm cihazı ve süperiletken numunelerin resimleri Fotoğraf 3.1 ve Fotoğraf 3.2’de gösterilmektedir.

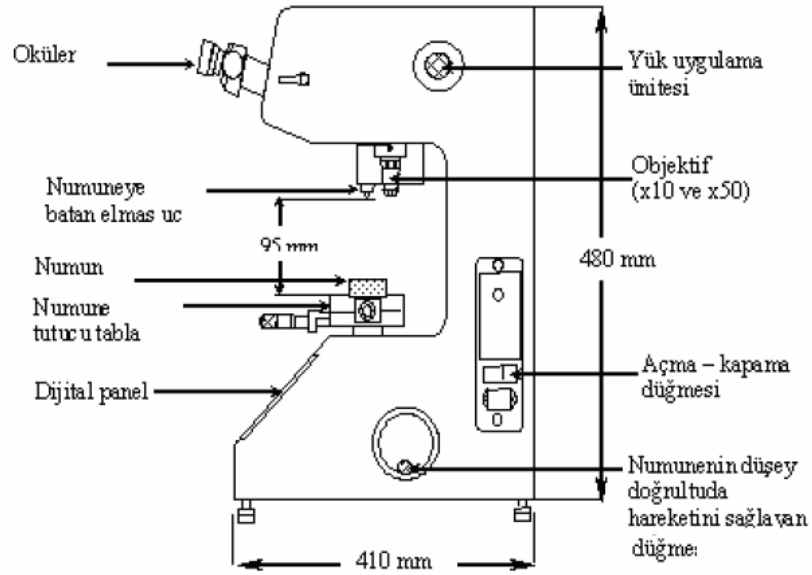


Fotoğraf 3.1 Vickers sertlik ölçüm test cihazının *Zn* katkılı *BiP bSrCaCuO* süperiletkeni üzerine yük uygularkenki görünümü



Fotoğraf 3.2 Deneyde kullanılan *Zn* ilaveli *BiP bSrCaCuO* tabletler

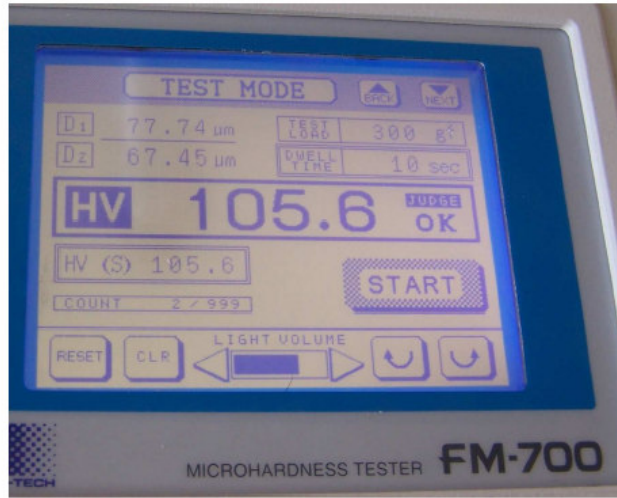
Ölçüm aracının parçalarını gösteren şematik bir diyagram Şekil 3.1’de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Vickers sertlik ölçüm düzeneğinin şematik gösterimi

Future-Tech FM-700 series markalı dijital mikrosertlik cihazı kullanıma hazırlandıktan sonra ölçümü yapılacak olan *BSCCO* süperiletken tablet ölçüm cihazının alt tablasına sabit duracak şekilde yerleştirildikten sonra seçilen en küçük yük miktarı ile bu yük miktarı belirli oranlarda artırılarak malzeme için uygun olan yük miktarı tesbit edildi. Malzeme için uygun olan yük miktarı tesbiti sonrasında malzeme yüzeyinde farklı beş nokta belirlenerek mikrosertlik cihazının uygun değerleri ayarlamasıyla yük uygulandı. Uygulanan yükün malzemeye yaklaşık olarak 10s kadar etki etmesi beklendi.

Daha sonra yükün etkisi ortadan kaldırılarak malzeme yüzeyinde oluşturmuş olduğu köşegen izleri ile ilgili optik ölçüm aşamasına geçildi. Köşegen iz ölçümü %5 hassasiyetindeki mikroskop yardımıyla yapıldı. Bu da deneyin yapılışı sırasında oluşan hem sistematik hem de aletsel (instrumental error) kaynaklarından birisini oluşturmaktadır. Bunun için mikroskoptan elde edilen, (2.8) formülündeki d_1 ve d_2 ile gösterilen köşegen uzunlukları belirlenerek mikrosertlik değerleri otomatik olarak tespit edildi.

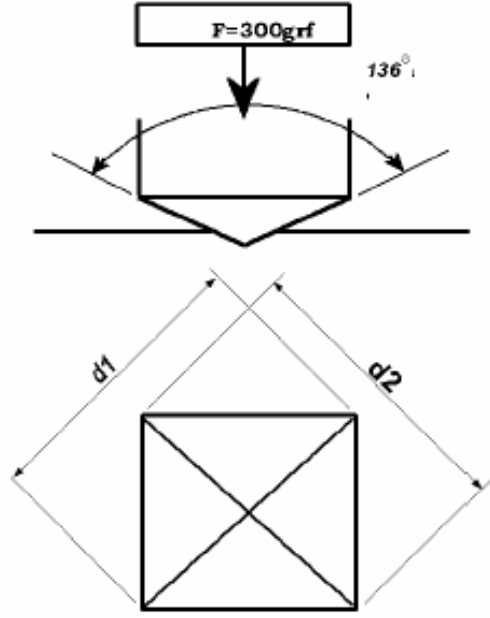


Fotoğraf 3.3 Vickers sertlik ölçüm düzeneğini ekranında (dijital panel) alınan verilerden birini gösterirken

Sertlik ölçümü için malzemelerin tamamında deneysel karşılaştırmalarda doğacak hataları en aza indirmek için 300g' lık yük uygulandı. Deney laboratuvar sıcaklığında gerçekleştirildi.

Deneyin yapılması ve verilerin alınması sırasında oluşan sistematik hata kaynaklarından bir tanesi de numunelerin yüzeyinin temizliğidir. Deneyde hem numunelerin az olması hem de alınan verilerin sayılarının az olmasından dolayı deneyde oluşan rastgele deney hatalarını (random errors) deney sonuçlarından çıkarmak mümkün değildir [55]. Bununla birlikte özellikle belirtmek gerekir ki, deneydeki sistematik hatalardan en büyüğü d_1 ve d_2 uzunluklarının ölçülmesinden kaynaklanmaktadır. Bunun bir sebebi de numune üzerindeki dikdörtgen izlerin köşegen uzunluklarının mikroskopla ölçülerek optik olarak deneyci tarafından tespit edilerek alete kaydedilmesidir. Dolayısıyla,

uzunluk ölçümlerindeki sistematik hatanın bir kaynağıda bu uzunlukları mikroskoptaki görüntülerine bakarak cihaza kaydeden deneycinin görüşünün keskin olmayışı olabilir. Ayrıca uzunluk ölçümlerinde önemli bir etken de numunelerin renginin siyah olmasıdır.



Şekil 3.2 İz proflinin tipik görünümü: dijital panelde görülen d_1 ve d_2 uzaklıklarını göstermektedir

Çizelge 3.1 300 g yük kullanarak elde edilen deneysel veriler

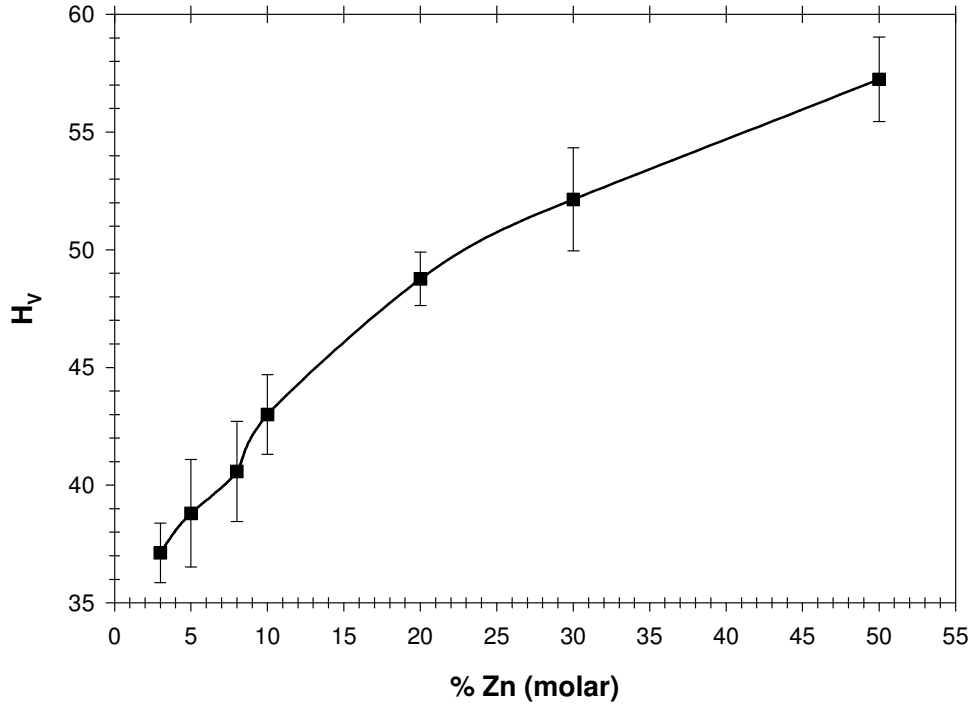
% Zn Katkısı	H_V Sertlik Dercesi	Ortalama	Standart Sapma
3	37.6 37.9 36.1 38.5 35.5	37.12	1.265
5	36.5 39.0 38.5 42.5 37.5	38.80	2.280
8	41.7 43.2 37.9 39.0 41.1	40.58	2.125
10	41.0 43.5 42.0 45.5 43.0	43.0	1.695
20	48.0 49.5 50.3 48.5 47.5	48.76	1.134
30	52.5 51.5 48.8 54.6 53.3	52.14	2.184
50	58.5 57.7 56.5 54.5 59.0	57.24	1.799

BÖLÜM IV

SONUÇLAR

Bir önceki bölümde çizelge halinde sunulan verilerin ve bunlara ait istatistik bilgilerinden elde edilen sertlik değişimi Şekil 4.1’de görüldüğü gibidir. Bu grafiği elde etmek için SigmaPlot2000 çizim programı kullanılmıştır.

Çizelge 3.1’de elde edilen deneysel sonuçlara göre sertlik dercesinin Zn katkı oranına değişimi Şekil 4.1’de çizildi. Deneyde elde edilen ve Şekil 4.1’de görülen sertlik grafiğinden çıkarılacak ilk değerlendirme, deney sonuçlarının sağlıklı bir şekilde değerlendirilebilmesi ve yapılan başka araştırma sonuçları ile karşılaştırılabilmesi için öncelikle Zn katkı oranının %2 - %80 aralığında çok daha fazla ölçüm alınması gerektiğidir. Ancak bu şekilde alınacak sertlik ölçüm deneyinde kullanılacak katkı oranları farklı numunelerin üretimi deney maliyetini oldukça yukarı çekeceğinden bu şekilde



Şekil 4.1 Vickers sertliğinin Zn katkısı ile değişimi

tasarlanmış bir araştırma hem malzeme üretimi yapan bir araştırmacı ile ortak bir çalışmayı hem de ekonomik bakımdan daha fazla desteği gerektirmektedir. Dolayısıyla bu kısıtlı şekilde elde edilen veriler ve bu verilerden elde edilen sonuçlar önemlidir.

Şekil 4.1’de H_V - %Zn grafiğinden de görüldüğü gibi, %3, 5, 8 gibi düşük Zn katkı oranlarında sertlik numunenin dereceleri oldukça geniş bir aralıkta değişim göstermektedir. Katkısı düşük malzemenin sertliğinin katkısız malzemeye yakın olması bekleneceğinden, bu değişimin sebebi *BSCCO* yapısı içerisinde Zn katkısının yeterince homojen dağılmamış olduğu söylenebilir. %10, 20, 30, 50 oranlarında yapılan Zn ilavelerinin *BSCCO* yapısı içerisinde sertliği etkileyecek oranda olduğu görülmektedir. Bununla birlikte sertlik derecesinin Zn katkısı ile birlikte arttığı da H_V - %Zn grafiğinin incelenmesinden elde edilebilir. Bu deneysel sonuçlar benzer başka araştırmalarda elde edilen sonuçlarla uyushmaktadır. Örneğin [7, 8] de yapılan çalışmaların sonuçlarında da *oda sıcaklığında BSCCO* süperiletkeninde Pb konsatrasyonu ile numunenin Vickers mikrosertlik derecesinin arttığı tespit edilmiştir.

Deneyde elde edilen bulguların ışığında yapılan çalışmanın devamı olarak aşağıdaki öneriler araştırmaya değer konular olarak sıralanabilir:

- (i) Zn katkı oranları farklı daha fazla *BSCCO* numunelerinin üretimi,
- (ii) Mekanik özelliklerine paralel olarak Zn katkısı ile birlikte *BSCCO*’nun süperiletken özelliklerinin de nasıl değiştiğinin araştırılması,
- (iii) Bu şekilde yapılacak çalışma ile hem mekanik özelliklerini hem de süperiletken özelliklerini optimum yapacak olan Zn katkı oranı araştırılabilir ve [4,5] araştırmalarında olduğu gibi bu optimum katkılı *BSCCO*’nun sertlik değerinin sıcaklıkla değişiminin incelenmesinden elde edilecek sonuçlar literatüre katkıda bulunabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Karaca, İ., Doktora Tezi, "Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerin Üretimi ve Katkı Maddelerinin Fiziksel özellikler Üzerine Etkisi ", Karadeniz Teknik üniversitesi, 2001.
- [2] Karaca, İ., Çelebi, S., Varilci A., and Malik, A., I., "Effect of Ag₂O Addition on the Intergranular Properties of the Superconducting Bi(Pb)SrCaCuO System", Superconducting Science and Technology, Vol. 16 Issue 1, pp.100-104, 2003.
- [3] Kölemen, U., Çelebi, S., Karal, H., öztürk, A., Çevik, U., Nezir, S., and Görür,O., "Superconducting and Vickers hardness properties of Zn-O added YBCO polycrystalline superconductor", Phys. Stat Sol. (b), No.2, pp. 273-283, 2003.
- [4] Kölemen, U., Çelebi, S., Yoshino, Y. and öztürk, A., "Mechanical Properties of YBCO and YBCO+ZNO Polycrystalline Superconductors Using Vickers Hardness Test at Cryogenic Tempetratures", Physica C, No. 406 pp. 20-26, 2004.
- [5] Yoshino, Y., Iwabuchi A., Noto K., Sakai N., Murakami M., "Vickers Hardness Properties of YBCO Bulk Superconductor at Cryogenic Temperatures", Phisica C,357-360, pp. 796-798, 2001.
- [6] Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi S., Güçlü, N. "Modulus and Hardness Evaluation of Polycrystalline Superconductors by Dynamic Micro-indentation Technique", Journal of European Ceramic Society, No. 25, pp. 969-978, 2004.
- [7] Khalil, S.,M., "Enhancement of Superconducting and Mechanical Properties in BSCCO with Pb Additions ", Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol.62, No.3, pp. 457-466, 2001.
- [8] İbrahim M. M., Khalil, S. M., Ahmed, A. M., "Effect of Pb addtion on Thermoelectric and Microhardness of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Superconductors", Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol. 61, No. 5, pp. 1553-1560, 2000.
- [9] Oduleye, O. O., Penn S. J., and McN Alford N., "The Mechanical Properties of (Bi-Pb)SrCaCuO", Superconducting Science and Technology, Vol. 11, Issue 9, pp.858-865, 1998.
- [10] Gurevich, A., McDonald, J., "Nonlinear Current Flow Around Defects in Superconductors", Physical Review Letters, Vol. 81, pp. 2546-2549, 1998.
- [11] Bednorz, J.G., Müller, K. A., "Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system", Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, 1986.
- [12] Sheahen T. P., "High- Temperature Superconductivity: Selected Topics In Superconductivity", Kluwer Academic Publishers, New York, 2002.

- [13] Nunez-Regueiro, M., J. L. Tholence, E. V. Antipov, J. J. Capponi, and M. Marezio, "Pressure-Induced Enhancement of T_c Above 150K in Hg-1223" Science, Vol. 1, No. 262, pp. 97-99, 1993.
- [14] Milman Yu.V., S.I. Chugunova, I.V. Goncharova, T. Chudoba, W. Lojkowski, W. Gooch, "Temperature Dependence of Hardness in Silicon Carbide Ceramics with Different Porosity", International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, Vol. 17, pp. 361-368, 1999.
- [15] Gordon England Şirketi, İnternet Adresi: <http://www.gordonengland.co.uk/Hardness.html>, 2006.
- [16] Brandes, E. A., Brook, G. B., Smithells Metals Reference Book, 7th Edition, Butterworth-Heinemann Ltd, Oxford, 1992.
- [17] Safoğlu, R. A., "Malzeme Bilimine Giriş", Çeviri, İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, 1972.
- [18] Onaran, K., "Malzeme Bilimi", Gözden geçirilmiş 7. Baskı Bilim Teknik Yayınevi, 1999.
- [19] Van Vlack, H. L., "An Introduction to Material Science: Concepts and Applications", Addison and Wesley Series in Metalurgy and Materials, Addison and Wesley Publishing Company, 1982.
- [20] Ashby, F. A., and Jones, D. R. H., "Engineering Materials-1, An Introduction to Their Properties and Application ", International Series on Material Science and Technology, Vol. 34, Pergamon Press, 1980.
- [21] Bulychiev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M., H., Ternovskii, A. P., "Mechanical properties of materials studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression ", Strength of Materials, Vol. 8, No. 9, pp. 1084-1089, 1976.
- [22] Güçlü, N., Kölemen U., Uzun O., Çelebi S., "The work of Indentation Approach for the investigation of mechanical properties of YBCO bulk superconductor at cryogenic temperatures", Physica C, Vol. 433, pp. 115-122, 2005.
- [23] Oliver W. C., Pharr G.M., "An Improved Technique For Determining Hardness And Elastic Modulus Using Load And Displacement Sensing Indentation Experiments", Journal of Materials Research ; Vol. 7, Issue. 6, pp. 1564-1583, 1992.
- [24] Suresh S., Giannakopoulos A. E., "A New Method For Estimating Residual Stresses By Instrumented Sharp Indentation", Acta Materialia, Vol. 46, No. 16, pp. 5755-5767(13) 1998.

- [25] Taylor, G.I. "Plastic Strain In Metals ", Proceedings of the Royal Soceity of London, Vol. 362, 145A, 1934.
- [26] Orowan, E., "Problems Of Plastic Gliding ", Zeitschrift für Physik, Vol. 89, pp.634, 1934.
- [27] Polanyi, M., " Form Of Lattice Distortion That May Render A Crystal Plastic ", Zeitschrift für Physik, Vol. 89, pp. 660-664, 1934.
- [28] Reynolds, C., A., B., Wright, W.,H., Nessbitt L., "Superconductivity of the Isotops of Mercury " , Physical Review, Vol. 78, pp. 487-487, 1950.
- [29] Maxwell, E., "Isotope Effect in the Superconductivity of Mercury", Physical Review, Vol., 78, 477 - 477, 1950.
- [30] Onnes, K., "University of Leyden Communication of Physics Laboratory", No.119, 120, 122, 124(c), Leyden, 1911.
- [31] Eschrig, H., "Theory of Superconductivity: A Primer ", Ders Notları, Dresden Teknoloji Üniversitesi, 2001.
- [32] J. F., Shackelford, W. Alexander, "Structure of Materials Materials Science and Engineering Handbook", Boca Raton: CRC Press LLC, 2001.
- [33] Ketterson, J. B., and Song, S. N., "Superconductivity", Cambridge University Press, Cambbridge, 1999.
- [34] Tinkham, M., "Introduction to Superconductivity", 2nd Edition, McGraw-Hill Inc.,1976.
- [35] Wu,M. K., Ashburn, J. R., Torng C. J., P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J.Huang, Y. Q. Wang, and C. W. Chu, "Superconductivity at 93K in a new mixed-phase Y b-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure", Physical Review Letters, Vol. 58, pp. 908-910, 1987.
- [36] "Superconductors for Beginers", İneternet Adresi: [http:// www.superconductors.org /Type2.htm](http://www.superconductors.org/Type2.htm), 2007.
- [37] London, F. I., "The Electromagnetic Equations of the Superconductor", Proceedings of the Royal Society A, Vol. 149, London, 1935.
- [38] Feynmann R.P., R. B. Leighton and L. Sands, "The Feynmann Lectures on Physics", Vol. 2 Addison-Wesley Publishing Company, 1977.
- [39] Deaver, B., Fairbank, W., "Experimental Evidence for Quantized Flux In Superconducting Cylinders ", Physical Review Letters, Vol. 7, pp. 43, 1961.
- [40] Doll, R., Nabauer. M., "Experimental Proof of Magnetic Flux Quantization in a Superconducting Ring", Physical Review Letters, Vol. 7, pp. 51, 1961.

- [41] Schriber, J.R., Tinkham, M., "Superconductivity", Review of Modern Physics, Vol. 71, No.2, Centenary, 1999.
- [42] Meissner W., Ochsenfeld R., "Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit ", Naturwissenschaften, Vol. 21, No.44 pp.787-788, 1933.
- [43] Thirring, W., "Classical Theory of the Fields", Vol. 2, Springer-Verlag, New York, 1978.
- [44] Abrikosov A. A., "On The Magnetic Properties Of Superconductors Of The Second Group", Soviet Physics, Journal of Experimental and Theoretical Physics, Vol.32, pp. 1442, 1957.
- [45] Müller, P., Ustinov, A. V.,(Editors), Schmidt, V. V., "The Physics of Superconductors, Introduction to Fundamentals and Applications", Springer-Verlag Berlin, Berlin, 1997.
- [46] Bardeen, J., Nobel Lecture Talk, "Electron-Phonon Interactions and Superconductivity", İnternet Adresi: <http://nobelprize.virtual.museum/nobel-prizes/-physics/laureates/1972/bardeen-lecture.pdf>, 2006.
- [47] Bardeen, J., Cooper, L. N., and Schriber, J.R., "Theory of Superconductivity", Physical Review, Vol. 108, No.5, pp. 1175-1204, 1957.
- [48] Bogoliubov, N. N., (Editor) "The Theory of Superconductivity", Gordon and Breach Science Publishers, New York, 1962.
- [49] Eliashberg, G., M., "Interactions Between Electrons And Lattice Vibrations In a Superconductor", Soviet Journal of Experimental and Theoretical Physics, Vol. 38 pp. 966, 1960.
- [50] İ.Karaca, S.Çelebi, U.Kölemen ve A.Öztürk, "Amonyum Nitrat Yöntemi ile Üretilen Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Süperiletken Yapıya Zn İlavesinin Etkisinin X-Işını Kırınım Desenleri ve Mikroyapı Analizi", II. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu, İnönü Üniversitesi, 11-13 Temmuz 2001, Malatya, Ref.No: M18.
- [51] Migdal A., B., "Interaction of Electrons with Lattice Vibrations in a Normal Metal", Soviet Journal of Experimental and Theoretical Physics, Vol. 34 pp. 735, 1958.
- [52] Feynmann, R. P., R. B. Leighton and L. Sands, "The Feynmann Lectures on Physics", Vol. 3, Addison-Wesley Publishing Co., 1977.
- [53] Pauli, W., Pauli Lectures On Physics, Field Quantization, Vol. 3, Dover Publications, New York, 1964.
- [54] FUTURE-TECH Corporation, Japan, Şirketin İnternet adresi: <http://www.ft-hardness.com/english/product/fm.html>, 2006.

[55] Gülmez E., "Basic Data Analysis for Experiments in the Physical Sciences",Boğaziçi University Publications, 1997.