

**KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**LUTESYUM (Lu) KATKILANMIŞ Bi-2212 SÜPERİLETKENİNİN VICKERS
MİKROSERTLİK ÖLÇÜMLERİ VE BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Özlem YILDIZ

FİZİK ANABİLİM DALI

**KASTAMONU
2012**

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAYI

Özlem YILDIZ tarafından hazırlanan “**Lutesyum (Lu) Katkılanmış Bi-2212 Süperiletkeninin Vickers Mikrosertlik Ölçümleri Ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi**” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : **Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK**

Jüri Üyeleri :

Prof. Dr. Abdullah GÜNEN
Gazi Üniversitesi Fen Fakültesi
Genel Fizik Anabilim Dalı

Yrd. Doç. Dr. Şükrü ÇAVDAR
Gazi Üniversitesi Fen Fakültesi
Genel Fizik Anabilim Dalı

Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Kastamonu Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Katıhal Fiziği Anabilim Dalı

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Doç. Dr. Ömer KÜÇÜK
Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

LUTESYUM (Lu) KATKILANMIŞ Bi-2212 SÜPERİLETKENİN VICKERS MİKROSERTLİK ÖLÇÜMLERİ VE BAZI FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Özlem YILDIZ

Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Lu katkılı $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaLu}_x\text{Cu}_2\text{O}_8$ süperiletken numuneleri, katıhal tepkime yöntemi kullanılarak $x=0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7$ ve 1.0 olacak şekilde katkılılandı. Ardından dikdörtgen şeklinde kesilen numuneler 840°C ' de 50 saat tavlandı. Fırının hem ısıtma, hem de soğutma oranı sırasıyla $5^\circ\text{C}/\text{dak.}$ ve $3^\circ\text{C}/\text{dak.}$ olarak ayarlandı. Karşılaştırma yapabilmek için, katkısız numune de aynı ısıtma işlem koşullarında hazırlandı. Hazırlanan numuneler X-ışınları kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılım spektrometresi (EDS), öz direnç (ρ -T) ve mikrosertlik (H_v) ölçümleri ile karakterize edildi. XRD ölçümlerinden, örgü parametreleri ve fazları belirlendi. Numunelerin mikroyapı ve yüzey yapısı için SEM, element bileşim analizleri için EDS ölçümleri yapıldı. Ayrıca, dc öz direnç ölçümlerinden numunelerin geçiş sıcaklıkları (T_c) belirlendi. Numunelerin mekaniksel karakteristikleri oda sıcaklığında farklı yüklerde ($0.25\text{-}3\text{N}$) yapılan mikrosertlik ölçümleriyle belirlendi. Bu ölçümlerin sonuçlarına göre Lu katkısının artmasıyla c örgü parametresi ve Bi-2212 fazı azaldı. SEM ve EDS ölçümleri sırasıyla, Lu katkısıyla yüzey yapısının ve tanecikler arasındaki bağlantının kötüleştiğini ve Lu atomlarının ağırlıklı olarak Sr ve küçük bir kısmının da Ca atomlarıyla yer değiştirerek kristal yapı içine girdiğini gösterdi. Lu katkısıyla, $T_{c\text{ onset}}$ değerlerinin 99.5°K ' den 93K 'e düştüğü gözlemlendi. Numunelerin mikrosertlik değerleri yüke bağlı olarak hesaplandı ve bu değer Lu katkısıyla arttı. Bunun yanında, farklı modeller kullanılarak numunelerin yükten bağımsız mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri hesaplandı. Deneysel mikrosertlik sonuçları Meyer yasası, elastik/plastik deformasyon (EPD), orantılı numune direnci (PSR), modifiye edilmiş orantılı numune direnci (MPSR) ve Hays-Kendall (HK) yaklaşımı kullanılarak analiz edildi. Sonuç olarak, yukarıda bahsettiğimiz modelleri numunelere uyguladığımızda, Hays-Kendall (HK) yaklaşımı bizim numunelerimizin çentici boyut etkisini (ÇBE) açıklayan en iyi model olarak tespit edildi.

Bu tezde, Lu katkısının Bi-2212 süperiletkeninin mikroyapı, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri üzerinde meydana getirdiği değişimler ve bunların olası sebepleri detaylı olarak tartışıldı.

2012, sayfa 100

Anahtar Kelimeler: Bi-2212, Lu katkısı, Mekanik özellikler, ISE, Vickers mikrosertlik, XRD, SEM, EDS.

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

VICKERS MICROHARDNESS MEASUREMENTS AND INVESTIGATION OF SOME PHYSICAL PROPERTIES OF LUTETIUM (Lu) DOPED Bi-2212 SUPERCONDUCTOR

Özlem YILDIZ

Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK

Lutetium (Lu) added $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaLu}_x\text{Cu}_2\text{O}_8$ superconducting samples, with $x=0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7$ and 1.0 were prepared by solid state reaction method on a form of rectangular bar, annealed at 840°C for 50 hours. Both the heating and cooling rates of the furnace were adjusted to be $5^\circ\text{C}/\text{min}$ and $3^\circ\text{C}/\text{min}$ respectively. To comparison, undoped sample was prepared in the same annealing conditions. The prepared samples were characterized using X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), resistivity measurements (ρ -T) and microhardness measurements (H_v). The volume fraction and lattice parameters were determined from the XRD measurements. The microstructure, surface morphology and element composition analyses of the samples were carried out by SEM and EDS measurements, respectively. Moreover, Zero resistivity transition temperatures (T_c) of the samples were estimated from the dc resistivity measurements. Mechanical characterizations of the samples were determined from the room temperature microhardness measurements at different loads ($0.25\text{--}3\text{N}$). According to results of these measurements; lattice parameter c and volume fraction of Bi-2212 phase decreased with increasing Lu content. SEM measurements show that the surface morphology and grain connectivity were obtained to degrade with increasing Lu content. The EDS results reveal that the elements used for the preparation of samples distribute homogeneously and the Lu atoms enter into the crystal structure by replacing Sr and small partly Ca atoms. It is found that T_c^{onset} values were obtained to decrease from 99.5K to 93K with increasing the Lu addition. The microhardness values of the samples were found to be load dependent. The load dependent microhardness values of the samples increased with increasing Lu addition. In addition we calculated the load independent microhardness, elastic modulus, yield strength, and fracture toughness of the samples using the different models. The experimental microhardness results were analyzed using Meyer's law, elastic/plastic deformation model (EPD), proportional specimen resistance model (PSR), modified proportional specimen resistance model (MPSR) and Hays-Kendall approach (HK). As a result, when all the above mentioned models are applied to the samples, HK approach best explains the indentation size effect (ISE) behavior of our samples.

In this thesis, the possible reasons for the obtained degradation in microstructural, superconducting and mechanical properties were also discussed in detail.

2012, pages 100

Keywords: Bi-2212, Lu-doping, Mechanical properties, ISE, Vickers microhardness, XRD, SEM, EDS.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmam süresince, tezin kapsamlı ve nitelikli bir hale getirilmesinde bilgisi ve desteğiyle her zaman yanımda olan danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Özgür ÖZTÜRK' e teşekkür ederim.

Yine tez çalışmalarım süresince, gerek tezin oluşumu gerekse manevi desteğinden dolayı değerli arkadaşım Arş. Gör. Elif AŞIKUZUN' a çok teşekkür ederim. Bu süreçte beni yalnız bırakmayan ve her zaman yanımda olan değerli arkadaşım Fatma USTABAŞ' a, ayrıca Şeydanur KAYA' ya ve Çiğdem VEREP' e teşekkür ederim. Deneysel ölçümlerde yardımcı olan Abant İzzet Baysal Üniversitesi Öğretim üyesi Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU' na, Arş. Gör. Gürcan YILDIRIM' a ve Arş. Gör. Sevgi Polat ALTUNTAŞ' a da teşekkür ederim.

Maddi ve manevi destekleriyle her zaman her koşulda yanımda olan babam Ali Rıza YILDIZ' a, annem Cemile YILDIZ' a, ablam Elçin YILDIZ KAYAALTI' na, eniştem Mustafa KAYALTI' na ve yeğenim Ecrimsu KAYAALTI' na sonsuz teşekkür ederim.

Özlem YILDIZ

Kastamonu, Ocak 2012.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. KURAMSAL BİLGİLER	1
1. Giriş	1
1.2 Meissner Olayı	3
1.3 Mükemmel Diyamanyetizma	5
1.4 Süperiletkenlerin Özellikleri	5
1.4.1 Kritik Sıcaklık	6
1.4.2 Sıfır direnç özelliği	7
1.5 Süperiletkenlerde Akımın Taşınması	8
1.5.1 Yüzey akımları	9
1.6 Kritik Manyetik Alan	9
1.7 I. Tip Süperiletkenler	10
1.8 II. Tip Süperiletkenler	12
1.9 Nüfuz Etme Derinliği	14
1.10 Eş Uyum Uzunluğu	15
1.11 BCS Teorisi	16
1.12 Bi-Sr-Ca-Cu-O Bileşiklerinin Kristal Yapısı	18
1.12.1 Bi ₂ Sr ₂ CuO ₆ bileşiğinin kristal yapısı	19
1.12.2 Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O ₈ bileşiğinin kristal yapısı	20
1.12.3 Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀ bileşiğinin kristal yapısı	21
1.13 Lantanitler	22
1.13.1 Lutesyum	24
2. KAYNAK ÖZETLERİ	25
3. MATERYAL VE YÖNTEM	28
3.1 Giriş	28
3.2 Süperiletken Hazırlama Yöntemleri	28
3.2.1 Katıhal tepkime yöntemi	28
3.2.2 Eritme- Döküm yöntemi	29
3.2.3 Çökeltme yöntemi	30
3.3 Numunelerin Üretilmesi	31
3.3.1 Lu katkılanmış Bi-2212 numunelerinin hazırlanması	31
3.3.2 Tabletlerin sinterlenmesi	32
3.4 Deneyisel Ölçümler	36
3.4.1 X-Işını difraksiyonu analizi (XRD)	36
3.4.2 Taramalı elektron mikroskopu analizi (SEM)	37
3.4.3 Özdirenç-sıcaklık ölçümleri (ρ-T)	37
3.4.4 Sertlik ölçümleri	38
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	41
5. SONUÇLAR	88
KAYNAKLAR	91
EKLER	97

EK Tüp Fırın İçin Sıcaklık Bölgelerinin Belirlenmesi	97
ÖZGEÇMİŞ.....	99

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

a, b, c: Örgü parametreleri
B: Manyetik alan
Bi: Bizmut
Ca: Kalsiyum
Cu: Bakır
D: Tanecik boyutu
E: Elastik modülü
F: Yük
H_a: manyetik alan şiddeti
H_c: Kritik manyetik alan
H_{c1}: Alt kritik alan
H_{c2}: Üst kritik alan
H_v: Vickers mikrosertlik
H_{EPD}: Elastik/plastik deformasyon sertliği
H_{HK}: Hays-Kendall sertliği
H_{MPSR}: Değiştirilmiş orantılı numune direnci sertliği
H_{PSR}: Orantılı numune direnci sertliği
K_{ic}: Kırılma dayanımı
LRC: Lineerlikten sapma katsayısı
Lu: Lutesyum
n: Meyer üssü
O: Oksijen
p: Yük taşıyıcı konsantrasyonu
Sr: Stronsiyum
T_c: Kritik sıcaklık
ρ: Öz direnç
Y: Gerilme

Kısaltmalar

BCS: Bardeen, Cooper, Schrieffer
XRD: X-ışını kırınımı
SEM: Taramalı elektron mikroskobu
EDS: Enerji dağılım spektrometresi
ÇBE: Çentici boyut etkisi
TÇBE: Ters çentici boyut etkisi
ISE: Çentici boyut etkisi (Indentation Size Effect)
RISE: Ters çentici boyut etkisi (Reverse Indentation Size Effect)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 Saf Hg’de direncin sıcaklıkla değişimi	2
Şekil 1.2 Mükemmel bir iletkenin magnetik davranışı.....	4
Şekil 1.3 Süperiletken özellik gösteren maddenin magnetik alanı dışarlaması	5
Şekil 1.4 Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla değişimi.....	6
Şekil 1.5 Bir iletkenin öz direnci ile süperiletkenin öz direncinin sıcaklığa bağlı değişimi	8
Şekil 1.6 I. tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklıkla değişimi	10
Şekil 1.7 I. Tip süperiletkende mıknatıslanmanın uygulanan magnetik alanla değişimi	11
Şekil 1.8 II. Tip süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi	12
Şekil 1.9 II. Tip süperiletkenlerde mıknatıslanmanın magnetik alanla değişimi	13
Şekil 1.10 Uygulanan manyetik alanın bir süperiletken içine girişi.....	14
Şekil 1.11 Bi-2201 bileşiğinin kristal yapısı	19
Şekil 1.12 Bi-2212 bileşiğinin kristal yapısı	20
Şekil 1.12 Bi-2223 bileşiğinin kristal yapısı	21
Şekil 1.14 Periyodik cetvel.....	22
Şekil 3.1 Pres aleti	31
Şekil 3.2 a) 820°C, b) 830°C, c) 840°C ve d) 850°C’de tavlanan katkısız Bi-2212 katkısız Bi-2212 için EDS analizleri	34
Şekil 3.3 Farklı ısıtma işlem sıcaklığında, katkısız Bi-2212 için XRD analizleri	35
Şekil 3.4 Programlanabilir tüp fırın	35
Şekil 3.5 X-ışını Difraksiyon Cihazı.....	36
Şekil 3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Cihazı (SEM)	37
Şekil 3.7 a) Vickers çentiği, b) İzin diagonal boyu.....	39
Şekil 3.8 Mikrosertlik Cihazı	40
Şekil 4.1 Numunelerin XRD verileri	42
Şekil 4.2 Numunelere ait a) a (Å)-Lu konsantrasyonu (%), b) c (Å)-Lu konsantrasyonu (%)	44
Şekil 4.3 (008) düzlemine ait XRD pikleri	45
Şekil 4.4 Tanecik büyüklüğünün Lu konsantrasyonuna (%) karşı grafiği.....	46
Şekil 4.5 Lu 0.0 numunesine ait SEM fotoğrafı	48
Şekil 4.6 Lu0.1 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	48
Şekil 4.7 Lu0.3 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	49
Şekil 4.8 Lu0.5 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	49
Şekil 4.9 Lu0.7 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	50
Şekil 4.10 Lu1.0 numunesine ait SEM fotoğrafı.....	50
Şekil 4.11 a) Lu0.0 ve b) Lu1.0 numunelerine ait karşılaştırmalı SEM fotoğrafları	51
Şekil 4.12 Lu0.0 numunesine ait EDS analizi.....	53
Şekil 4.13 Lu0.1 numunesine ait EDS analizi.....	54
Şekil 4.14 Lu 0.3 numunesine ait EDS analizi.....	55
Şekil 4.15 Lu0.5 numunesine ait EDS analizi.....	56
Şekil 4.16 Lu0.7 numunesine ait EDS analizi.....	57
Şekil 4.17 Lu1.0 numunesine ait EDS analizi.....	58
Şekil 4.18 a) Lu0.0, b) Lu1.0 numunelerine ait karşılaştırmalı EDS	

analizi ve verileri	59
Şekil 4.19 Lu konsantrasyonu ile element konsantrasyonu arasındaki değişim	60
Şekil 4.20 Numunelere ait öz direnç-sıcaklık grafiği	61
Şekil 4.21 Numunelere ait normalize öz direnç-sıcaklık grafiği	62
Şekil 4.22 Numunelere ait a) T_c^{onset} -Lu konsantrasyonu (%) ve b) T_c^{offset} -Lu konsantrasyonu (%) değişimi	64
Şekil 4.23 Yük taşıyıcı konsantrasyonun Lu konsantrasyonu (%) ile değişimi	65
Şekil 4.24 a) Lu0.0, b) Lu0.1, c) Lu0.3, d) Lu0.5, e) Lu0.7 ve f) Lu1.0 numunelerinin 2.940 N yük altındaki optik iz fotoğrafları ...	67
Şekil 4.25 a) H_V - Lu konsantrasyonu (%) karşı grafiği olarak değişimi, b) Numunelerin dinamik mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı	69
Şekil 4.26 a) Numunelere ait a) E-Lu konsantrasyonu (%), b) E-F (N) değişimi	71
Şekil 4.27 Y-Lu konsantrasyonu (%) grafiği	72
Şekil 4.28 Numunelere ait a) F_{max} yüke karşı sertlik değerinin Lu konsantrasyonuna (%) ve b) F_{min} yüke karşı sertlik değerinin Lu konsantrasyonuna (%) karşı grafiği	73
Şekil 4.29 Numunelerin Meyer Kanununa göre lnF - Ind grafiği	75
Şekil 4.30 PSR modeline göre F/d - d grafiği	76
Şekil 4.31 Numunelere ait yükten bağımsız a) H_0 -Lu konsantrasyonu (%), b) E_0 -Lu konsantrasyonu (%) ve c) Y_0 -Lu konsantrasyonu (%) değişimi ..	79
Şekil 4.32 $MPSR$ modeli için F - d grafiği	81
Şekil 4.33 Numuneler için plastik deformasyonun (d_p) uygulanan yükün karekökü ($F^{1/2}$) ile değişimi	82
Şekil 4.34 Numunelerin Hays-Kendall yaklaşımına göre F - d^2 grafiği	84
Şekil 4.35 Numunelerin $ln(F-W_{HK})$ - Ind grafiği	86
Şekil E1 Set sıcaklığı 800°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği	97
Şekil E2 Set sıcaklığı 840°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği	97
Şekil E3 Set sıcaklığı 900°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği	98
Şekil E4 Set sıcaklığı 950°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği	98

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1 Bazı elementlere ait nüfuz etme derinlikleri	15
Çizelge 1.2 Lantanitlere ait bazı özellikler.....	23
Çizelge 4.1 XRD verilerine göre hesaplanan a ve c örgü parametreleri ile fazların hacim oranları.....	43
Çizelge 4.2 Numunelere ait tanecik büyüklüğü değerleri.....	47
Çizelge 4.3 Lu0.0 numunesine ait EDS verileri	53
Çizelge 4.4 Lu0.1 numunesine ait EDS verileri.....	54
Çizelge 4.5 Lu0.3 numunesine ait EDS verileri	55
Çizelge 4.6 Lu0.5 numunesine ait EDS analizi.....	56
Çizelge 4.7 Lu0.7 numunesine ait EDS verileri... ..	57
Çizelge 4.8 Lu1.0 numunesine ait EDS verileri	58
Çizelge 4.9 Numune içindeki elementlerin konsantrasyonları.....	60
Çizelge 4.10 Numunelere ait T_c^{onset} , T_c^{offset} ve ΔT_c değerleri.....	63
Çizelge 4.11 Numuneler ait yük taşıyıcı konsantrasyonu değerleri	66
Çizelge 4.12 Numunelere uygulanan yüke bağlı olarak hesaplanan H_v , E , Y ve K_{Ic} değerleri	68
Çizelge 4.13 Meyer kanununa göre elde edilen n_k , $\ln A_{1k}$ ve LRC değerleri.....	75
Çizelge 4.14 Yükten bağımsız sertlik, α , β ve LRC değerleri.....	77
Çizelge 4.15 Numuneler uygulanan yükten bağımsız hesaplanan H_0 , E_0 , Y_0 ve K_{Ic} değerleri	77
Çizelge 4.16 Yükten bağımsız sertlik, W_{MPSR} , A_{0MPSR} , A_{1MPSR} ve LRC değerleri	81
Çizelge 4.17 EPD modeline göre hesaplanan d_e , A_2 ve H_{EPD} değerleri	83
Çizelge 4.18 Yükten bağımsız hesaplanan sertlik, W_{HK} , n_{HK} ve LRC değerleri	85
Çizelge 4.19 Plato bölgesindeki yüke bağlı Vickers mikrosertlik değeri ile yükten bağımsız hesaplanan H_{PSR} , H_{MPSR} , H_{EPD} ve H_{HK} değerleri	86

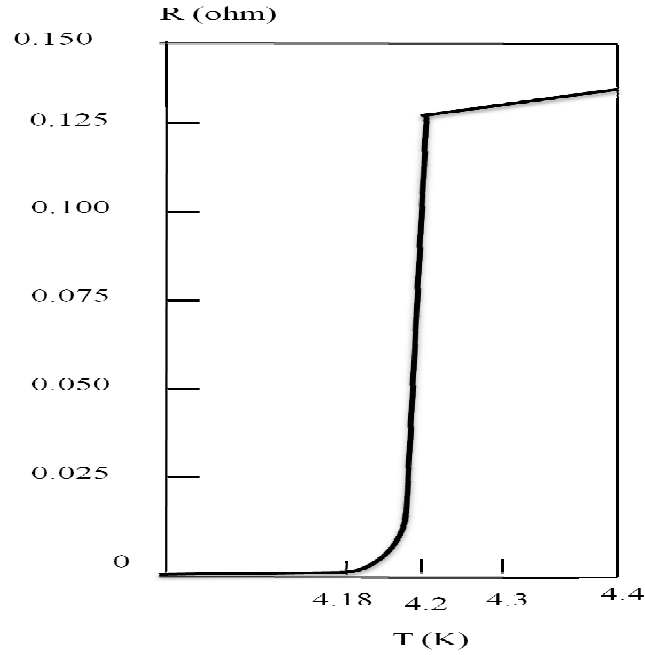
1. KURAMSAL TEMELLER

1.1 Giriş

Süperiletkenlik, belirli maddelerin doğru akımı hiçbir dirençle karşılaşmaksızın kayıpsız iletebilmek için aşırı düşük sıcaklıklara soğutulduklarında gösterdikleri özellikleridir. Başka bir deyişle sıcaklığı belirli bir değerin altına düşürüldüğü zaman doğru akım ile elektriksel dirençleri sıfır olan malzemelere süperiletken malzemeler denir.

Süperiletkenlikle ilgili ilk çalışmalar 1908 yılında Hollandalı Fizikçi H. Kammerling Onnes' ın kaynama sıcaklığı 4.18 K olan helyumu sıvılaştırması ile başladı. Metallerin elektriksel dirençlerinin bu düşük sıcaklık bölgelerindeki değişimi ilk kez Onnes tarafından incelendi. Onnes ve yardımcıları ilk olarak platini incelediler ve öz direncinin numunenin saflık derecesine bağlı olduğunu buldular. Bu çalışmadan üç yıl sonra 1911'de Onnes o zamana kadar en saf olarak bilinen cıvanın direncini ölçtü ve direncin 0 K ' de sıfıra gitmesini beklerken yaklaşık 4.18 K civarında keskin bir şekilde sıfıra düştüğünü ve bu sıcaklık altında hep sıfır direnç gösterdiğini keşfetti (Şekil 1.1). Onnes bu yeni olayı, kusursuz iletkenlik anlamında "süperiletkenlik" olarak adlandırmıştır. Bu çalışmadan yaklaşık bir yıl sonra Onnes yeterince yüksek magnetik alan uygulanması durumunda, süperiletkenliğin yok olduğunu keşfetti. Helyumu sıvılaştırmasının yanı sıra maddelerin düşük sıcaklık özellikleri üzerine yaptığı çalışmalar Onnes' a 1913 yılında Nobel Fizik Ödülünü kazandırmıştır (Zan 2006).

Meissner ve R. Ochsenfeld tarafından 1933 yılında magnetik alan içindeki bir süperiletkenin kritik geçiş sıcaklığına (T_c) kadar soğutulduğunda magnetik alan çizgilerinin süperiletkenin dışına itildiğini gözlemlediler. Magnetik alanın bu şekilde dışarlanmasına "*Meissner olayı*" adını verdiler. Bu olayda, bir süperiletkenin içinde magnetik alanın sıfır olduğunu ($B=0$) gördüler. Magnetik alanın dışlanması, perdeleme akımları ile olur ki bu akımlar uygulanan magnetik alana eşit ve zıt yönde alan oluşturacak şekilde süperiletken yüzeyinde akan elektrik akımından dolayı meydana gelirler. Meissner etkisinin en iyi gösterimi levitasyon durumundaki kalıcı mıknatıs deneyidir.



Şekil 1.1 Saf *Hg*' de direncin sıcaklıkla değişimi

C.J. Gorter ve H.B.G. Casimir, 1934 yılında süper akışkan Helyum modelini süperiletkenliğe uygulamış ve serbest enerjiyi iki akışkan modeline göre yazmışlardır. Bu iki akışkan modeli, geçiş sıcaklığının altındaki bir süperiletkende biri normal elektronlardan diğeri de süperelektronlardan oluşan iki akışkan varmış gibi görünür. İki akışkan modeli süperiletkenler üzerinde yapılan öz ısı ve benzer ölçümlerinin sonuçlarına dayanan termodinamik verilerden yola çıkarak ortaya atılmıştır (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

V.L. Ginzburg ve L.D. Landau, sıcaklığa bağlı nüfuz etme derinliğinin yanı sıra sıcaklığa bağımlı eş uyum uzunluğunu teorik olarak elde etmişlerdir. GL parametresi olarak bilinen bu iki uzunluk arasındaki oran,

$$\kappa = \lambda/\xi \quad (1.1)$$

şeklinde ifade edilir. Bu eşitlikten faydalanarak süperiletkenin tipini belirlemek mümkündür. Burada $\kappa \ll 1$ olduğunda, süperiletken, pozitif yüzey enerjisine sahiptir ve I. tip süperiletkenlik oluşur. $\kappa \gg 1$ olduğunda ise süperiletken, negatif yüzey

enerjisine sahiptir ve II. tip süperiletkenlik meydana gelir (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

1950' de yapılan deneylerle, aynı elementin farklı izotoplarından oluşmuş kristalin kritik sıcaklığının, izotopik kütleyle bağlı olduğunu açıkladığı zaman, süperiletkenlik olayında örgü titreşiminin oynadığı önemli rol kanıtlanmış oldu.

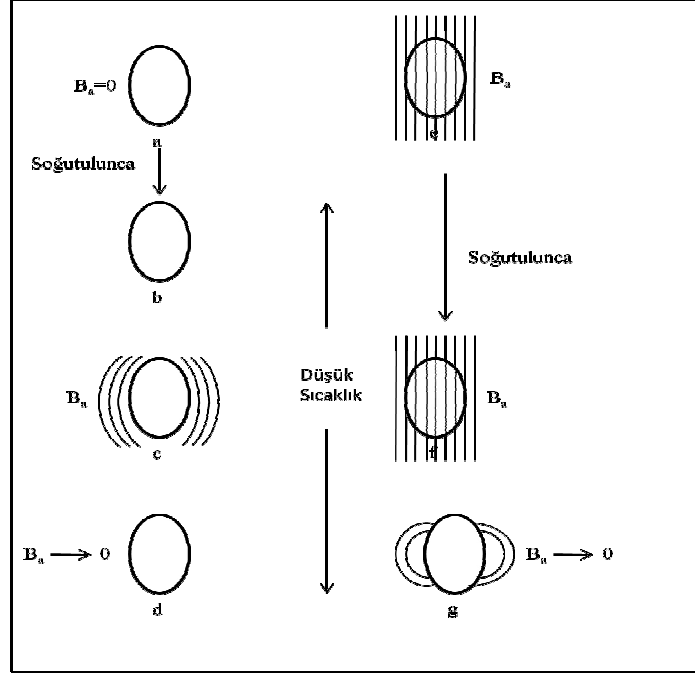
M , katının ortalama izotopik kütlesi olup, $M^{1/2}T_c = \text{sabit}$ ile verilen bu bağımlılığa “izotop etkisi” denir. Bu bağıntı, örgü titreşimleri olmadığında ($M \rightarrow \infty$ olduğunda) kritik sıcaklığın sıfıra gideceğini göstermektedir (Aşıkuzun 2010).

Süperiletkenliğin kuantum teorisinin temeli 1957' de Bardeen, Cooper ve Schrieffer' in (BCS) makalelerinde açıklandı. BCS teorisi olarak bilinen bu teorisin temeli, iki elektron arasında “Cooper Çiftleri” olarak bilinen bağlı bir çiftin oluşmasıdır. Kunzler ve arkadaşları, Nb_3Sn alaşım tellerinin 100 kG a yaklaşan magnetik alan değerlerinde, çok şiddetli süper akımlar taşıdığını ve geçiş sıcaklığının 18 K olduğunu buldular. Bu gözlem, süperiletken mıknatıs yapımının ticari olarak gelişmesine sebep oldu.

Süperiletkenliğin iki temel özelliği vardır. Bunlardan birincisi, elektrik akımına karşı oluşan direncin tamamıyla sıfırlanması; ikincisi ise, belki daha az belirgin olmakla birlikte, bir süperiletkenin içine magnetik akının nüfuz edememesi, yani materyalin içinin bütün magnetik kuvvetlerden korunmasıdır. Magnetik alanın dışarılandığı sıcaklık, numunenin hiç elektrik direnci göstermediği sıcaklıkla aynıdır (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

1.2 Meissner Olayı

Süperiletkenliğin bulunuşundan itibaren 22 yıl boyunca, magnetik alanın bir süperiletken üzerindeki etkisinin Şekil 1.2' de gösterildiği gibi olduğu kabul edildi. 1933' te Meissner ve Ochso, magnetik alan içerisinde, geçiş sıcaklığının altına kadar soğutulan bir kalay-kurşun numunenin dışındaki akı dağılımını ölçtüler. Şekil 1.2b' deki beklenen olayın gerçekte meydana gelmediğini buldular.



Şekil 1.2 Mükemmel bir iletkenin magnetik davranışı

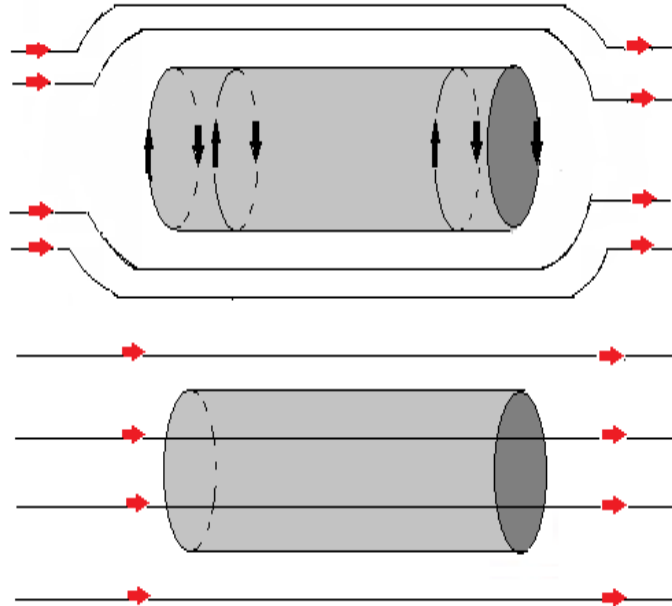
Numunenin geçiş sıcaklığında içteki bütün akıyı yok edip, magnetik alan içinde soğutmalarına rağmen Şekil 1.2c’ de olduğu gibi, kendiliğinden mükemmel diyamagnetik olduğunu buldular. Bu deney; süperiletkenlerin, mükemmel iletken bir metalden daha fazla bir şey olduğunu ilk gösteren deneydir. Sadece dirençsiz bir metalin sahip olacağından fazla olarak bir özelliğe sahiptirler yani: “süperiletken halde bir metal kendi içerisinde hiçbir magnetik akının varlığına müsaade edemez”. Bu süperiletken bir metal içerisinde her zaman magnetik alan sıfırdır.

$$\vec{B} = 0 \quad (1.2)$$

Halbuki sadece dirençsiz bir metal içerisinde duruma göre akı yoğunluğu hem mevcut olabilir, hem de olmayabilir. Zayıf bir magnetik alan içinde bir süperiletken soğutulunca, geçiş sıcaklığında yüzeyde kalıcı akımlar artar ve içeride akı yoğunluğunu yok edecek şekilde dolanır, soğutulduktan sonra magnetik alan tatbik edildiğinde de durum aynıdır. Bu olay, yani uygulanan bir magnetik alan içinde bile, bir süperiletkenin içinde bir akı yoğunluğunun bulunmaması “*Meissner olayı*” olarak adlandırılır.

1.3 Mükemmel Diamanyetizma

Diamanyetizma, uygulanan magnetik alana ters yönde mıknatıslanma gösteren zayıf bir manyetizmadır. Bu mıknatıslanmanın temeli, dış bir magnetik alan uygulandığında magnetik olarak indüklenen elektronların çekirdek etrafındaki yörüngesel hareketidir. Lenz kanunundan da bilindiği üzere indüklenen akım dış magnetik alandaki değişmelere zıt bir magnetik akı üretir. Sonuçta, uygulanan alana zıt ve eşit yönde bir magnetik alan oluşturulmuş olur. Süperiletken maddelerde bu şekilde bir olay söz konusudur.



Şekil 1.3 Süperiletken özellik gösteren maddenin magnetik alanı dışarlamaı

Şekil 1.3’ den de görüldüğü gibi süperiletken maddeye dışarıdan bir magnetik alan uygulandığında, dışarıdan gelen alanın kendi içine girmesine izin vermez. Bir magnetik alan uygulandığında, içinde net akı yoğunluğu bulunmayan bu maddenin “*mükemmel diamanyetizma*” özelliği gösterdiği söylenebilir.

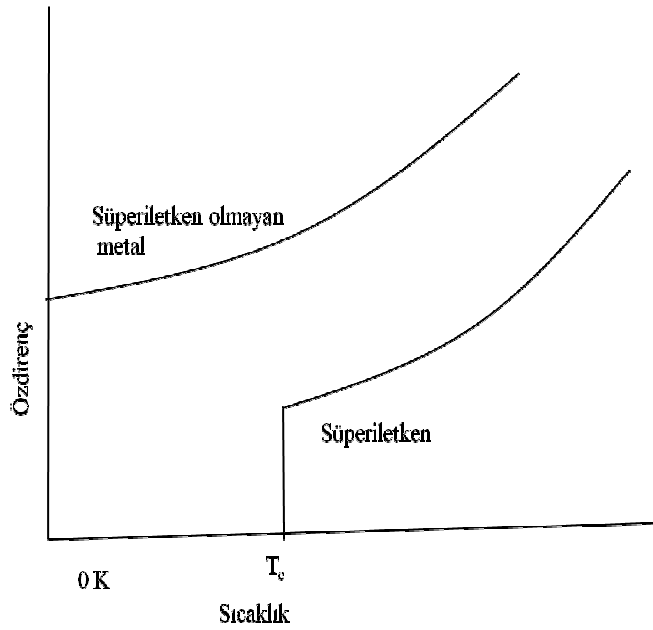
1.4 Süperiletkenlerin Özellikleri

Süperiletkenlik periyodik cetveldeki birçok metalde, alaşımlarda, ara metal bileşiklerde ve katkılı yarıiletkenlerde oluşmaktadır. Malzemelerin süperiletken olabilmesi için gerekli iki temel özellik vardır (Aşıkuzun 2010).

- ❖ Madde içerisindeki elektrik akımı, madde yapısını oluşturan iyon örgüleriyle çarpışması sonucu engellenir. İşte bu olay, maddenin elektrik akımına karşı gösterdiği direnci oluşturur. Aynı madde bir süperiletken durumuna getirildiğinde, maddeyi oluşturan bu iyon örgüsü, elektrik akımını engellemek yerine, ona destek olur. Bu nedenle direnç sıfıra iner.
- ❖ Süperiletkenler, yakınlarında bulunan bir magnetik alanı dışarılar. Yani mıknatıs, kritik sıcaklığın altındaki bir süperiletkeni, sanki karşısında ters kutuplu bir mıknatıs varmışçasına iter.

1.4.1 Kritik sıcaklık

Bir kısım element, alaşım ve bileşiklerin direnç ve magnetik ölçümlerindeki ani değişimlere karşılık gelen sıcaklık, kritik sıcaklık olup süperiletkenlikle ilgili temel özelliklerden biridir. Süperiletken malzeme, bu sıcaklık değerinin altına kadar soğutulduğunda malzemede direncin birdenbire sıfıra gittiği görülür (Şekil 1.4).



Şekil 1.4 Süperiletken ve Süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla değişimi

1.4.2 Sıfır direnç özelliği

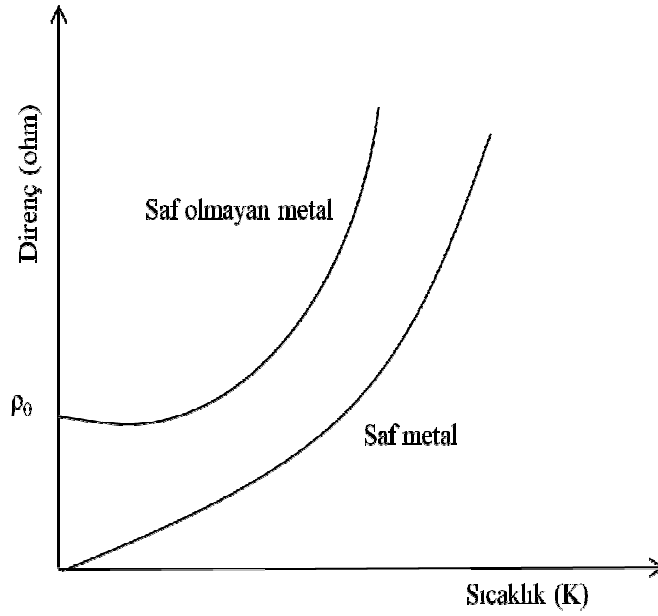
Bir süperiletken malzeme, geçiş sıcaklığının hemen altında sıfır direnç ve mükemmel diyamagnetik özellik gösterir. Bazı maddeler sıfır direnç göstererek kritik akımını kayıpsız iletilebilir fakat mükemmel diyamagnetik davranış gösteremedikleri için bunlar süperiletken olarak adlandırılmazlar. Bu tür malzemelere “*mükemmel iletken*” denir.

Normal metallere akım geçirildiğinde saçılma etkisi ile kayıplar olacaktır. Eğer süperiletken olmayan bir metalin kristal yapısında yapı bozuklukları, safsızlık ve ısısal olarak elektronların doğal hareketliliği yoksa üzerinden akım geçirildiğinde sıfır direnç gösterebilir.

Süperiletkenlerin üzerinden akım geçirildiğinde sıfır direnç gösterme özelliği sadece doğru akım uygulandığında geçerlidir. Alternatif akım uygulandığında kayıplar meydana gelmektedir. Bir iletkenin özdirenci;

$$\rho_0 = \rho_f + \rho_i \quad (1.3)$$

ile verilir. Burada ρ_f , iletim elektronlarının ısısal uyarılmalar (fonon) ile oluşan özdirenci, ρ_i ise safsızlıklardan kaynaklanan özdirençtir. ρ_f , sıcaklığın bir fonksiyonudur, ρ_i ise safsızlıklardan kaynaklandığı için sıcaklıkla değişmez. İletkenlerdeki direncin sıcaklığa bağlı olarak azalması eşitlik (1.3) ile açıklanabilir. Bu durum Şekil 1.5’ de gösterilmiştir. Burada ρ_0 yüksek sıcaklıklarda, T ile lineer olarak azalır. Düşük sıcaklıklarda ise, sabit değere ulaşır ve $T=0$ ’ da ρ_i sabit değerini alır. Bu sabit değere “*kalıcı direnç*” denir ve ρ_j değeri saf olmayan iletkenlerde çok büyük, saf iletkenlerde ise çok küçüktür.



Şekil 1.5 Bir iletkenin öz direnci ile süperiletkenin öz direncinin sıcaklığa bağlı değişimi

Alternatif akım (ac) uygulandığında meydana gelen kayıplar, “*iki akışkan modeli*” ile açıklanmaktadır. Öncelikle, süperiletken malzeme geçiş sıcaklığına ulaşırken bütün elektronlar normal elektronlardır ve saçılma etkisi ile kayıplar olur. Malzeme soğutulup geçiş sıcaklığının altına ulaştığında yani süperiletken olduğunda, elektronlar iki farklı tipe dönüşür. Bunlar normal elektronlar ve süper elektronlar olarak adlandırılırlar.

Süper elektronlar hiçbir dirence maruz kalmaksızın malzeme içerisinden geçebilir. 0 K sıcaklığına doğru inildikçe normal elektronlar süper elektronlara dönüşmeye devam eder ve 0 K ’de bütün elektronlar artık süper elektronlara dönüşmüş olur. Eğer sıcaklık arttırılırsa süper elektronlar normal elektronlara dönüşmeye başlar ve kritik sıcaklığın üzerinde süper elektronların hepsi normale döner.

1.5 Süperiletkenlerde Akımın Taşınması

Metallerde akım iletim elektronları tarafında taşınırken süperiletkenlerde Cooper çiftleri tarafından taşınmaktadır. Metallerde akım taşınırken iletim elektronları dirençle karşılaşır. Direnç, iletim elektronlarının saçılması sonucu momentumlarının değişim ile oluşur. Süperiletkenlerde ise direnç sıfırdır. Cooper çiftindeki iki elektron birbirlerini saçılmaya uğratırlar ancak bu saçılma tek tek elektronların momentumları

değişse de çiftin toplam momentumu sabit kalır. Süperiletkenlerdeki çiftleri oluşturan elektronlar birbirlerini sürekli olarak saçılmaya uğratmalarına rağmen çiftin toplam momentumu değişmediği için bir direnç oluşmaz ve böylece akımda kayıp olmayacağı için akım değişmez. Akımın değişmesi için çiftin toplam momentumunun değişmesi gerekir. Çiftin toplam momentumunu değiştirmek için çifte dışarıdan enerji verilmelidir. Bu enerji Cooper çiftindeki elektronların ayrışması için gerekli olan enerjidir. Bu enerjiyi elektron çiftine veren bir akım yoğunluğu vardır, bu akım yoğunluğuna kritik akım yoğunluğu denir. Kritik akım yoğunluğunun değeri üzerindeki akım yoğunluklarında Cooper çiftleri parçacıklara ayrılır ve bu parçacıklar normal elektron gibi davranırlar; uyarılabilirler, saçılabilirler ve akım taşıyabilirlerse direnç oluşturulabilir. Süperiletkenlikten sorumlu olan Cooper çiftleri kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda oluşur üstündeki sıcaklıklarda ise ayrılarak dirence neden olur (Kılıç 2008).

1.5.1 Yüzey akımları

Bir süperiletkenin kendi içerisinde hiçbir akı yoğunluğunun bulunmasına müsaade etmemesinin, onun boyunca akan elektrik akımları üzerinde önemli bir etkisi vardır. Akımlar süperiletken metal bir cisim içinden geçemezler ancak yüzeyinden akarlar. Niçin böyle olduğunu anlamak için, bir metalin herhangi bir noktasında magnetik akı ile akım yoğunluğu arasındaki ilişki Maxwell denklemi yardımıyla şöyle verilir (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

$$(\vec{\nabla} \times \vec{B}) = \text{rot} \vec{B} = \mu_0 J \quad (1.4)$$

Eğer materyal süperiletken ise, içinde B sıfırdır ve böylece içeride $\text{rot} B$ 'de sıfır olur. Maxwell denkleminde görüldüğü üzere, B 'nin sıfır olmasının sonucu olarak süperiletkenin içinde J akım yoğunluğu da sıfır olmalıdır. Tabi ki B 'nin süperiletkenin dışında sıfır olması için hiçbir sebep yoktur. Şayet süperiletkende bir akım varsa, bu metalin içinden değil yüzeyinden akar.

1.6 Kritik Magnetik Alan

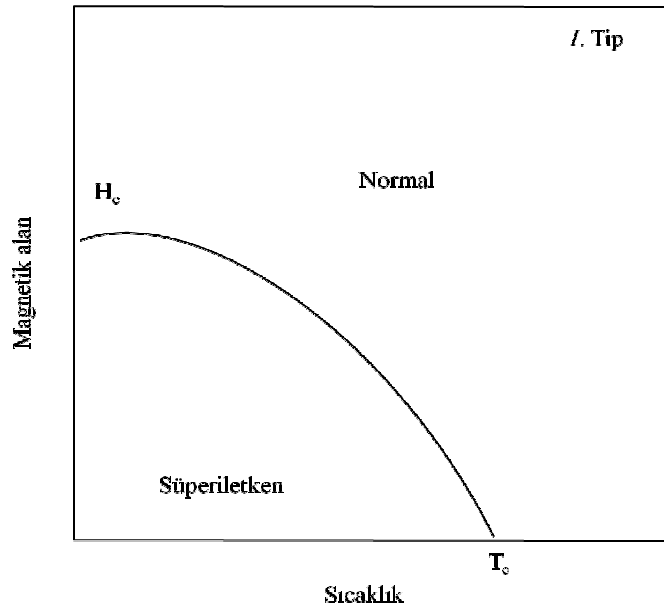
Bir metal süperiletken durumda kalacaksa, süper elektronların momentumu belli bir değerin altında kalmak zorundadır. Bu sebepten, bir metalin herhangi bir bölgesinde

taşıyabilecek dirençsiz akım yoğunluğunda bir sınır vardır. Buna metalin “*kritik akım yoğunluğu*” dersek, bu kritik akım yoğunluğu hem bir dış kaynaktan numune boyunca geçilirken taşıma akımlarına, hem de numuneyi dış magnetik alanlardan perdeleyen perdeleme akımlarına uygulanır (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

Bir süperiletkenin mükemmel diyamagnetikliği uygulanan bir magnetik alan içinde içerideki akıyı yok edecek şekilde, dirençsiz yüzey akımlarının meydana gelecek dolanması ile artar. Eğer uygulanan magnetik alanın şiddeti arttırılırsa, mükemmel diyamagnetikliği sürdürebilmek için perdeleme akımları da artmak zorundadır. Uygulanan magnetik alanın şiddeti yeterince arttırılırsa, perdeleme akımlarının yoğunluğu kritik akım yoğunluğuna ulaşır ve metal süperiletkenliğini kaybeder. Perdeleme akımları durur ve uygulanan alandan ileri gelen akı artık içeride yok edilemez. Bu yüzden eğer metal süperiletken halde kalacaksa uygulanabilecek magnetik alan şiddetinde bir sınırlama vardır. Süperiletkenliğin, yeterince kuvvetli bir magnetik alanla bu yok oluşu bir süperiletkenin en önemli özelliklerinden biridir (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

1.7 I. Tip Süperiletkenler

Saf metaller, I. tip süperiletken özellik ve Meissner etkisi gösterir.



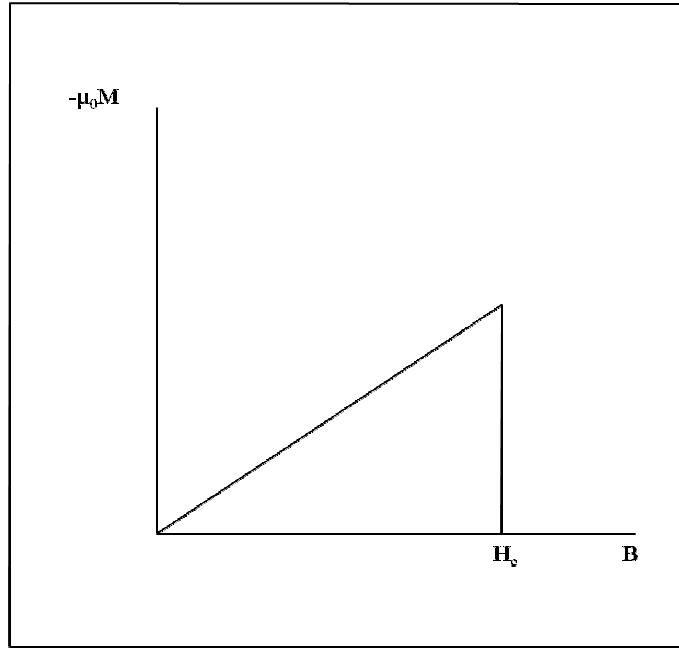
Şekil 1.6 I. tip süperiletkenlerde magnetik alanın sıcaklıkla değişimi

Dış magnetik alan (H) altındaki bir süperiletkenin kritik sıcaklığı, T_c , magnetik alan artıkça azalmaktadır. Magnetik alan, H_c kritik alan değerini aştığında, süperiletkenlik ortadan kalkar ve söz konusu madde sanki direnci olan normal bir iletken gibi davranır. Kritik magnetik alanın sıcaklıkla değişimi,

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1.5)$$

şeklinde ifade edilir. Eşitlik (1.5)' de ve şekil (1.6)' da görüldüğü gibi, kritik alanın değeri $T=0\text{ K}$ ' de maksimumdur. Herhangi bir T sıcaklığında, uygulanan alan, $H_c(T)$ değerinden büyük olduğunda malzeme süperiletkenlikten normal hale geçiş yapmaktadır.

I. tip süperiletkenler üzerinden geçebilecek süper akım, kritik alanın değeri ile sınırlandırılmaktadır.



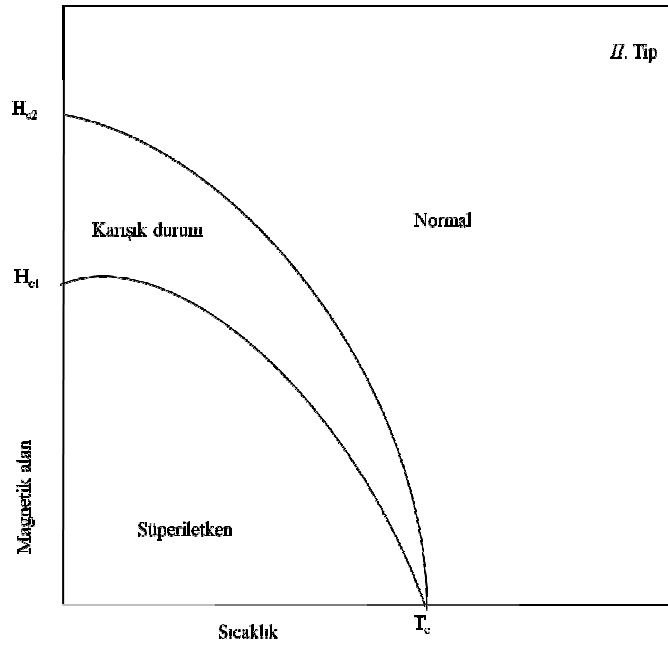
Şekil 1.7 *I.* tip süperiletkende mıknatıslanmanın uygulanan magnetik alanla değişimi

Şekil 1.7, *I.* tip süperiletken örneğin magnetik alandaki davranışı verilmiştir. Uygulanan magnetik alan, kritik magnetik alan değerinin altında ise Meissner etkisi

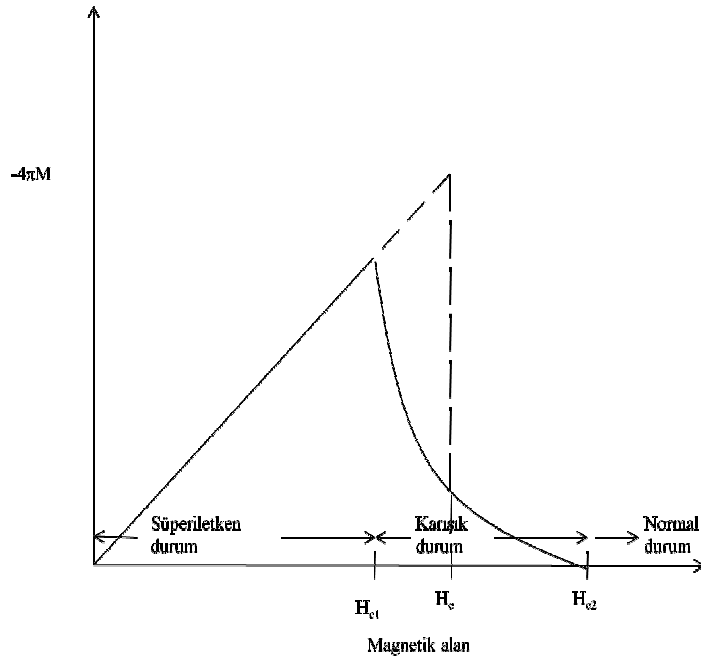
ile uygulanan dış alanı dışarılar. Eğer uygulanan dış alan, kritik magnetik alan (H_c) değerinden fazla ise süperiletkenlik bozulur ve yapı normal duruma geçer (Çavdar 2004).

1.8 II. Tip Süperiletkenler

1950' li yıllarda II. tip süperiletkenler keşfedilmiştir. Bu süperiletken maddelerin iki kritik magnetik alan altındaki davranışları Şekil 1.8' de gösterildiği gibidir.



Şekil 1.8 II. Tip süperiletkenlerde magnetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 1.9 II. Tip süperiletkenlerde mıknatıslanmanın magnetik alanla değişimi

Uygulanan alan, alt kritik alan (H_{c1}) alan değerinden küçük ise Meissner etkisi gözlemlenir, alan değeri üst kritik alan (H_{c2}) değerinden daha büyük ise numunenin süperiletkenlik özelliği kaybolur.

Dış magnetik alan H , $H_{c1} \leq H \leq H_{c2}$, değerinde uygulanırsa süperiletken “karışık hal” veya “vorteks hal” diye adlandırılan durumda bulunur. Bu karışık durumda, süperiletken, mükemmel diamagnet özelliğini ve malzemenin hacmi içerisine girmiş sınırlı akı dinamiklerini sergileyemez. Karışık bölge, Şekil 1.8’ de görüldüğü gibi en büyük değerine 0 K sıcaklığında ulaşır. Karışık halde madde sıfır dirence sahip olabilir ve akı kısmen nüfuz edebilir. Uygulanan alan kritik alanı geçtiğinde, girdaplı bölgeler normal kısımlardan oluşan fitiller şeklinde olur. Uygulanan alanın şiddeti arttırıldığında fitil sayısı artar ve üst kritik alan değerine ulaşıldığında, süperiletken numune normal hale geçer. Şekil 1.9’ da II. Tip süperiletkenlerde mıknatıslanmanın magnetik alanla değişimi verilmektedir (Çavdar 2004). Sızma derinliği daha büyük olan II. tip süperiletkenlerde bu durum girdaplara ve süperiletken normal geçişinde negatif ara yüzey enerjisine neden olmaktadır (Zan 2006).

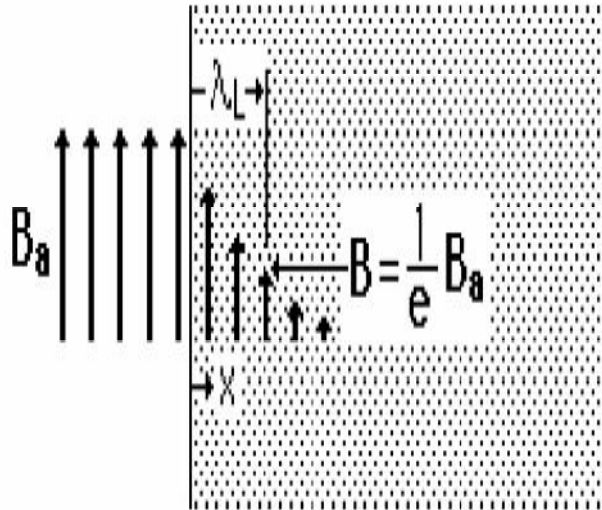
1.9 Nüfuz Etme Derinliği

Süperiletken bir numuneye magnetik alan uygulandığı zaman, içindeki akıyı yok etmek için dolanan perdeleme akımları bu yüzey tabakaları içinde akmak zorundadır. Bu yüzden, akı yoğunluğu metalin sınırlarında birden bire sıfıra düşmez fakat perdeleme akımlarının aktığı kalınlık içinde azalarak yok olur. Bu sebepten, içinde akımların aktığı derinliğe “*nüfuz etme derinliği*” denir. Çünkü bu derinlikte tatbik edilen magnetik alanın akısının nüfuz ettiği görülür. Böylece süperiletkenlerin mükemmel diyamagnetikliğinden söz etmememize rağmen, aslında magnetik akının çok küçük bir nüfuz etmesi vardır. Akı yoğunluğu Şekil 1.10’ da görüldüğü gibi yüzeyden uzaklarda hızla yok olur.

Nüfuz etme derinliği, λ ile gösterilir ve uygulanan magnetik alanla ilişkisi

$$B_x = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (1.6)$$

eşitliği ile ifade edilir. Verilen eşitliğe göre, uygulanan magnetik akının yoğunluğunun madde içinde λ mesafesine kadar değişmeden sabit kalıp sonra birden sıfıra düştüğü görülür.



Şekil 1.10 Uygulanan magnetik alanın bir süperiletken içine girişi (Zan 2006)

λ' nin tipik değeri 10-100 nm' dir. Aşağıda farklı elementlere ait nüfuz etme derinlikleri gösterilmiştir.

Çizelge 1.1 Bazı elementlere ait nüfuz etme derinlikleri

<i>Element</i>	<i>$\lambda(0)$ Å</i>
Al	500
Cd	1300
Hg	380-450
In	640
Nb	470
Pb	390
Sn	510

Nüfuz etme derinliğinin sabit bir değeri yoktur. Sıcaklıkla farklı değerler alır. Metalden metale değişen λ_0 karakteristik değere sahiptir. Sıcaklık ile nüfuz etme derinliğinin değişimi,

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (1.7)$$

şeklinde ifade edilir.

Nüfuz etme derinliği, düşük sıcaklıklarda hemen hemen sıcaklıktan bağımsız olup, sıcaklık T_c 'ye doğru yaklaştıkça sonsuza doğru ulaşacağı görülebilmektedir ve $T=T_c$ durumunda uygulanan magnetik alanın malzemeye kayıpsız olarak girebileceği anlamına gelir (Zan 2006).

1.10 Eş Uyum Uzunluğu

London nüfuz derinliği λ_L , süperiletkenin karakteristik bir uzunluğudur. Bundan bağımsız diğer bir büyüklük ise eş uyum uzunluğudur. Eş uyum uzunluğu süperiletken içinde konuma bağlı bir magnetik alan olduğunda elektron yoğunluğunun yaklaşık sabit kaldığı uzunluktur (Kittel 1986). Eş uyum uzunluğu ile ilgili çeşitli tanımlar vardır.

- ❖ Eş uyum uzunluğu, Cooper çiftindeki elektronların bir arada bulunabileceği uzunluk olarak düşünülebilir.
- ❖ Eş uyum uzunluğu, üzerinde süperiletkenliğin yaratılabildiği veya yok edilebildiği en küçük boyut olarak düşünülebilir.
- ❖ Eş uyum uzunluğu, normal ve süperiletken fazlar arasındaki bir ara seviyenin minimum genişliğinin bir ölçüsüdür.
- ❖ Eş uyum uzunluğu bir metalin normal durumda elektronlarının ortalama serbest yolunun uzunluğunun bir ölçüsüdür. Ortalama serbest yolu büyük olan bir metalin süperiletken durumda eş uyum uzunluğu da büyük olabilmektedir. Öyleyse eş uyum uzunluğu metalin saf olup olmamasına bağlıdır. Metaldeki safsızlıklar ve kusurlar, normal durumda elektronların ortalama serbest yolunu azaltarak nüfuz derinliğini arttırırken eş uyum uzunluğunu azaltmaktadırlar (λ ve ξ ters orantılıdır). Süperiletken malzemenin eş uyum uzunluğu ne kadar büyükse malzeme o kadar iyi bir süperiletken olarak tanımlanır (Zan 2006).

1.11 BCS Teorisi

Süperiletkenliğin keşfinden beri yapılmış hemen hemen bütün başlıca gözlemleri açıklayan ve süperiletkenliğin özünü veren *BCS* teorisi 1957 yılında John Bardeen, Leon N. Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından yayınlanmıştır (Rose-Innes, Rhoderick 1980).

BCS teorisinin temel düşüncesi, elektron çiftlerinin örgü ile etkileşerek Cooper çiftlerini oluşturması ve oluşan çiftlerin momentum uzayında birbirlerine göre ters yönde ve aynı büyüklükte momentuma sahip olmasıdır. Düşük sıcaklıklarda bütün Cooper çiftleri aynı kuantum durumunda hareket ettikleri için süper akımı oluştururlar. Teorinin önemli noktalarından biri de, fermi yüzeyinin sonsuz küçük çekici bir kuvvet için kararsız olması ve bu çekici kuvvetin kaynağında fonon etkileşmesinin olmasıdır. Bu durumda sistemin kinetik enerjisi artar fakat potansiyel enerji daha fazla azalacağı için sistemin toplam enerjisi azalır. Çiftlenen elektronlar aynı büyüklükte fakat zıt yönde momentuma sahip olurlar ve sistemdeki toplam

momentum da korunur. Bu sonuç süperiletkenler için beklenen bir sonuçtur (Zan 2006).

BCS teorisinin ana hatları şunlardır.

❖ Elektronlar arasındaki çekici bir etkileşme, uyarılmış durumlardan bir aralık enerjisi ile ayrılmış bir taban durumuna yol açar. Kritik alan, ısısal özellikler ve elektromagnetik özelliklerin büyük bir bölümü bu enerji aralığının birer sonucudurlar (Özel bazı durumlarda enerji aralığı olmadan da süperiletkenlik oluşabilir.

❖ Elektron-örgü-elektron etkileşmesi gözlenen büyüklükte bir enerji aralığına yol açar. Bu dolaylı etkileşme bir elektronun örgüyle etkileşip onu deforme etkisi ve ikinci bir elektronun bu örgü deformasyonunu görüp enerjisini azaltacak şekilde durumunu yeniden düzenlemesiyle olur. Buna göre, iki elektron örgü deformasyonu aracılığı ile etkileşirler.

❖ Nüfuz etme derinliği ve eş uyum uzunluğu BCS teorisinin doğal sonuçları olarak ortaya çıkarlar. London denklemi uzayda yavaş değişen magnetik alanlar için elde edilir. Buna bağlı olarak, süperiletkenliğin en temel olayı olan Meissner etkisi doğal bir şekilde elde edilir.

❖ Bir element veya alaşım için geçiş sıcaklığı temelde şu iki büyüklüğe bağlıdır:
1) Bir spin durumu için Fermi yüzeyindeki $D(\epsilon F)$ elektron yörüngeleri yoğunluğu;
2) Elektron-örgü etkileşmesi U ki bu, elektrik özdirencinden hesaplanabilir, çünkü oda sıcaklığında özdirenç elektron-fonon etkileşmesinin bir ölçüsüdür. $U D(\epsilon F) \ll 1$ için BCS teorisinin öngördüğü kritik sıcaklık

$$T_c = 1.14\theta \exp[-1/UD(\epsilon F)] \quad (1.8)$$

olup, θ Debye sıcaklığı ve U çekici bir etkileşmedir. Bu bağıntı merteye olarak deneysel verilere uyar. Burada görünürde bir çelişki vardır. Oda sıcaklığında özdirenç ne kadar büyükse U da o kadar büyük olur ve bu metal soğutulduğunda metalin süperiletken olma olasılığı daha büyük olur.

❖ Süperiletken bir halka içindeki magnetik akı kuantumlanmış olur ve buna neden olan etkin yük değeri e değil $2e$ ’ dir. BCS taban durumu elektron çiftleri tarafından oluşturduğu için $2e$ çift yükü teoremin bir sonucudur (Kittel 1986).

1.12 Bi-Sr-Ca-Cu-O bileşiklerinin kristal yapısı

Bizmut içeren ilk süperiletken 1987 yılında Mitchell ve arkadaşları tarafından $BiSrCuO$ sisteminin keşfi ile başlamıştır ($T_c=20\text{ K}$). Bu keşiften sonra Maeda ve arkadaşları bu sisteme Ca ilave ederek geçiş sıcaklığını yaklaşık olarak 20 K ’ den 110 K ’ne yükseltmişlerdir. Nadir toprak elementi içermeyen bu sistemin genel formülü $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ olup $n=1, 2$ ve 3 olmak üzere üç ayrı kimyasal bileşiğe sahiptirler.

$n=1$	$Bi_2Sr_2CuO_6$	(2201) bileşiği
$n=2$	$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$	(2212) bileşiği
$n=3$	$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	(2223) bileşiği

Bileşiklerdeki $Cu-O$ düzlemlerinin sayısını n belirler. Bu sistemlerde süperiletkenlik geçiş sıcaklığının $Cu-O$ tabakalarının artması ile yükseldiği bilinmektedir. Bu bileşiklerin süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları, T_c , iki boyutlu CuO_2 düzlemlerinin sayısına bağlıdır. CuO_2 ve Ca düzlemlerinin sayısı hariç olmak üzere tüm bu süperiletken bileşikler yapısal olarak aynıdır (Özkurt 2007).

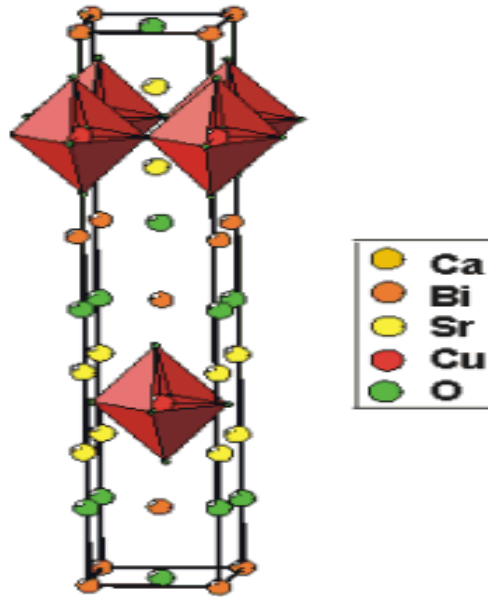
$BSCCO$ sistemlerinin genel yapısal karakteristiklerinden biri de, tek faz olarak elde edilmelerinin zor olmasıdır. Ayrıca, süperiletkenlerin sonuç stokiometrelerinin başlangıç stokiometrelerinden oldukça farklı olabilmeleridir. Görülen bu karışık faz özelliği, $BSCCO$ sistemlerini bozuk ve karmaşık yapıları bir hale getirmektedir. Mikroyapıda bile görülen bu bozukluk ve karışık faz özelliği bu sistemlerin bütün özelliklerini (kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu v.b) etkilemektedir (Özkurt 2007).

1.12.1 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ bileşiğinin kristal yapısı

Ca içermeyen $\text{Bi}:\text{Sr}:\text{Cu}:\text{O}$ sisteminde süperiletkenlik ilk defa geçiş sıcaklığı 20 K olan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ bileşiğinde bulundu (Mitchell, 1981). $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ bileşiği, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ genel serisinde $n=1$ değerine göre oluşmuş yarıiletken faz veya (2201) fazı olarak da adlandırılan bir bileşiktir.

(2201) bileşiğini oluşturan kristalin birim hücresinde bir CuO_2 , iki SrO ve iki Bi_2O_2 düzlemi vardır. CuO_2 düzlemi, iki SrO düzlemi ile iki Bi_2O_2 tabakası arasında yer almaktadır. Bu katmanların istif sırası, $[(\text{BiO})_2\text{-SrO-CuO}_2\text{-SrO-(BiO)}_2]$ şeklindedir (Şekil 1.11). Bu bileşiklerde bir Cu atomu, altı komşu oksijen atomu ile kare tabanlı oktahedral yapı oluşturur.

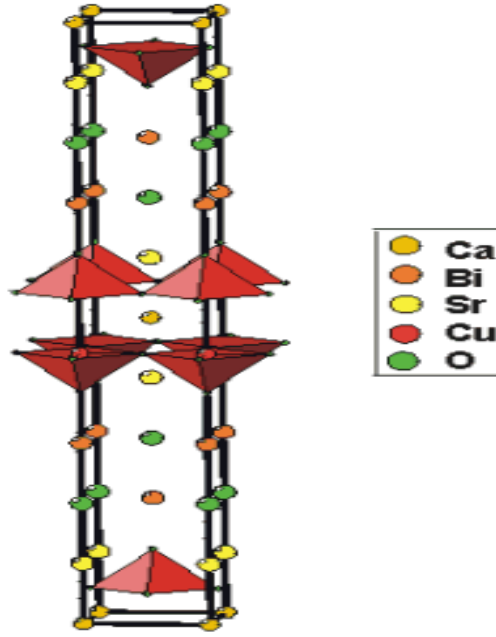
Yapılan x-ışınları kırınımı desenleri sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta=7.1^\circ$ (002) ve $2\theta=21.6^\circ$ (006) açılarından görülen piklerdir. (2201) fazının $a=b=5.37\text{ Å}$ ve $c=24.5\text{ Å}$ birim hücre boyutlarına sahip hacim merkezli tetragonal olduğu ileri sürülmektedir (Micheal vd. 1987).



Şekil 1.11 Bi-2201 bileşiğinin kristal yapısı (Kılıç 2008)

1.12.2 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ bileşiğinin kristal yapısı

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ bileşiği, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ genel serisinde $n=2$ değerine göre oluşmuş yarıiletken faz veya (2212) fazı olarak da adlandırılan bir bileşiktir. Maeda ve arkadaşları (Maeda, 1988), (2201) fazına (Ca) ilave ederek (2212) fazını oluşturdular. Bu fazın kritik sıcaklığını 85 K olarak buldular.



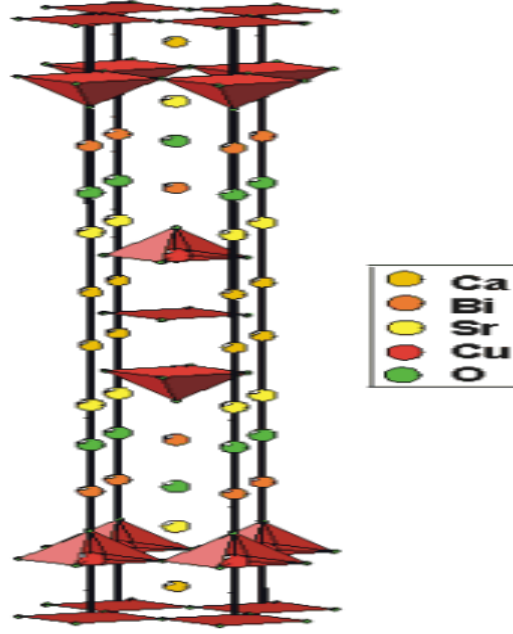
Şekil 1.12 Bi-2212 bileşiğinin kristal yapısı (Kılıç 2008)

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ bileşiğini oluşturan kristalin birim hücresinde, 2201 bileşiğini oluşturan düzlemlere ek olarak, SrO düzlemlerinin arasına yerleşmiş bir CaCuO_2 tabakası yer almaktadır. Yapısal olarak iki CuO_2 düzlemi, oksijen atomu içermeyen bir Ca tarafından ikiye ayrılmaktadır. Bu katmanların istif sırası $[(\text{BiO})_2\text{-SrO-CuO}_2\text{-Ca-CuO}_2\text{-SrO-(BiO)}_2]$ şeklindedir (Şekil 1.12). Bu bileşikteki Cu atomlarının her biri, beş komşu oksijen atomu ile kare piramit şeklinde bir bağ yapmaktadır.

Yapılan x-ışınları kırınım desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta=5.7^\circ$ (002), $2\theta=23.1^\circ$ (008) ve $2\theta=27.4^\circ$ (115) açılarında görülen piklerdir. Bu bileşiğin örgü parametreleri $a=b=5.40 \text{ \AA}$ ve $c=30.7 \text{ \AA}$ olarak verilmektedir. Kristal simetrisinin, ortorombik ya da sözde tetragonal olduğu ileri sürülmektedir (Hervieu vd. 1988).

1.12.3 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ bileşiğinin kristal yapısı

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ bileşiği, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ genel serisinde $n=3$ değerine göre oluşmuş yarıiletken faz veya (2223) fazı olarak da adlandırılan bir bileşiktir. Bu bileşiğin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı 110 K olarak gözlenmiştir.



Şekil 1.13 *Bi*-2223 bileşiğinin kristal yapısı (Kılıç 2008)

En yüksek kritik değerine sahip bu bileşikte, (2212) fazının kristal yapısındaki düzlemlere ilave bir CaCuO_2 katmanı vardır. Böylece, SrO katmanları arasında sandviçleşen üç tane CuO_2 düzlemleri vardır. Bu CuO_2 düzlemlerinin her biri, diğerinden oksijen içermeyen bir Ca düzlemi ile ayrılmıştır. Bu katmaların istif sırası $[(\text{BiO})_2\text{-SrO-CuO}_2\text{-Ca-CuO}_2\text{-Ca-CuO}_2\text{-SrO-(BiO)}_2]$ şeklindedir (Şekil 1.13). (2223) bileşiği iki farklı Cu atomu içeren düzlemlere sahiptir. Merkezde bulunan Cu atomları dört komşu oksijen atomu ile birleşerek iki boyutlu kare örgü şeklinde koordine olurken, aşağı ve yukarıdaki Cu atomları beş komşu oksijen atomlarıyla kare tabanlı piramitsel yapıda koordine olmuşlardır.

Yapılan x-ışınları kırınımı desenleri çalışmaları sonucunda, bu fazın karakterize pikleri $2\theta=4.7^\circ$ (002), $2\theta=23.9^\circ$ (0010), $2\theta=28.8^\circ$ (0012) ve $2\theta=33.8^\circ$ (0016) açılarında görülen pikleridir. (2223) fazının örgü parametreleri $a=b=5.396\text{ Å}$ ve

Nadir toprak elementlerinin bazıları değişik sıcaklıklarda ferromagnetik, antiferromagnetik ve paramagnetik özellikler gösterebilirler. Örneğin; holmiyum 20 K nin altında ferromagnetik, 20 K ile 133 K arasında antiferromagnetik ve 133 K nin üzerinde de paramagnetik özellik gösterir. Bu ve buna benzer özelliklerinden dolayı nadir toprak elementleri elektronik sanayinde de kullanılır.

Çizelge 1.2 Lantanitlere ait bazı özellikler

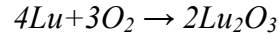
<i>Elementin adı</i>	<i>Sembolü</i>	<i>Atom Numarası</i>	<i>Erime noktası</i>	<i>Kristal yapısı</i>	<i>Atom Yarıçapı</i>
<i>Seryum</i>	Ce	58	795°C	Küp	185 pm
<i>Praseodim</i>	Pr	59	935°C	Hekzagonal	185 pm
<i>Neodimyum</i>	Nd	60	1024°C	Hekzagonal	185 pm
<i>Prometyum</i>	Pm	61	1042°C	Hekzagonal	185 pm
<i>Samaryum</i>	Sm	62	1072°C	Rombohedral	185 pm
<i>Evropiyum</i>	Eu	63	826°C	Hacim merkezli	185 pm
<i>Gadolinyum</i>	Gd	64	1313°C	Hekzagonal	180 pm
<i>Terbiyum</i>	Tb	65	1356°C	Hekzagonal	175 pm
<i>Disprozyum</i>	Dy	66	1407°C	Hekzagonal	175 pm
<i>Holmiyum</i>	Ho	67	1461°C	Hekzagonal	175 pm
<i>Erbium</i>	Er	68	1529°C	Hekzagonal	175 pm
<i>Talyum</i>	Tm	69	1545°C	Hekzagonal	175 pm
<i>İterbiyum</i>	Yb	70	824°C	Yüzey merkezli	175 pm
<i>Lutesyum</i>	Lu	71	1672°C	Hekzagonal	175 pm

Nadir toprak elementlerinin en önemli ortak özellikleri, elektron değişiminin yalnızca $4f$ orbitaline elektron katılımıyla gerçekleşmesidir. Özellikle $+3$ değerlikli hallerinde, birbirlerine çok benzeyen özellikler gösterirler. Kuvvetli elektropozitiflerdir. Çoğunun iyon hallerinin karakteristik renkleri vardır.

1.13.1 Lutesyum

Lutesyum metali ilk kez 1907 yılında Georges Urbain ve Baron Carol Auer von Welsbach tarafından keşfedilmiştir. Lutesyum; atom numarası 71, atom ağırlığı 174.967 olan, iterbiyumun çözülmesi ile oluşan, renksiz tuzlar veren, henüz uygulama alanı olmayan çok ender bir elementtir.

Lutesyum +3 değerlikli korozyona dayanıklı, gümüşümsü beyaz renktedir. Lantanitler içinde en küçük atomik yarıçapına ve en yüksek erime sıcaklığına sahiptir (1652 °C). Saf halde bulmak oldukça zordur. Bundan dolayı Lu_2O_3 ;



şekilde bulunur.

Son 15 yıl içinde Lutesyum oksit birçok araştırmacının ilgisini çekmiştir. Bundan dolayı bu basit oksit monokristal toz, ince film, sinterlenmiş seramikler ve tek kristal gibi çeşitli şekillerde incelenmiştir (Sezer 2010).

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Bu çalışmada Lu katkılı *Bi* – 2212 süperiletkeninin elektriksel ve mekaniksel özellikleri detaylı olarak incelenmiş ve elde edilen sonuçlar tez kapsamında sunulmuştur. Bu kısımda, çalışmamızın literatürle uyum içerisinde olduğunu göstermek için benzer çalışmalar yapan bazı grupların bu çalışmalarına yer verilmiştir.

Sarun ve arkadaşları (Structural and transport properties of the $(\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5})(\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x)\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor):

Bi-2212 süperiletkenine *Lu* katkılایarak ($x=0.0, 0.025, 0.05, 0.075, 0.1, 0.125, 0.150, 0.175, 0.200$ ve 0.225) faz oluşumu, mikroyapı, elektriksel ve mekaniksel özelliklerini analiz etmişlerdir. Sr^{+2} iyonlarının yerine Lu^{+3} iyonlarının geçmesiyle yapının hole konsantrasyonunda bir azalma gözlemlemişlerdir. *Lu* katkısıyla *c*-eksenin uzunluğunda bir azalma, kritik sıcaklık (T_c) ve kritik akım yoğunluğunda (J_c) ise önemli ölçüde artma görmüşlerdir. Düşük *Lu* katkısında *Cu-O₂* tabakaları arasındaki Josephson bağlantısında artış görmüşlerdir. Elektriksel ve süperiletkenlik özelliklerindeki değişimin yapının homojen olmaması ile ilişkilendirmişlerdir. *Bi*-2212 süperiletkenine *Lu* katkısından dolayı taşıyıcı yük konsantrasyonu değiştiğini gözlemlemişlerdir (Sarun vd. 2010).

Vinu ve arkadaşları (Microstructure and transport properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor):

Lu katkılı *Bi*-2212 süperiletkeninin elektriksel ve mekaniksel özelliklerini araştırmak için $x=0.0-0.15$ arasında katkılama yapmışlardır. Mikroyapı, hole konsantrasyonu, kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluğunda önemli değişimler gözlemişlerdir. *SEM* analizinde *Lu* katkısı ile gözenekliliğin arttığını gözlemlemişlerdir. *XRD* analizinde herhangi bir ikincil faza rastlanmadığını bildirmişlerdir. Saf numune için $T_c=80.7\text{ K}$, *Lu* katkılı numune için $T_c^{\text{onset}}=95.8\text{ K}$ olduğunu belirtmişlerdir (Vinu vd. 2010).

Vinu ve arkadaşları (Analysis of thermo-magnetic fluctuations in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ ($0.000 \leq x \leq 0.125$) superconductor):

$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ süperiletkeninin akı çivileme (flux-pinning) özellikleri, magnetik alan ve sıcaklığa bağlı aktivasyon enerjisi ve camın geçiş sıcaklığı üzerine *Lu* katkısının etkisini araştırmışlardır. Kritik sıcaklık değerinin en yüksek değerinin $x=0.125$ numunesine ait olduğunu ve katkı arttıkça T_c ' nin de arttığını bildirmişlerdir. Flux-pinning analizi ile bu numunelerin aktivasyon enerjisi [$U_0(B)$ ve $U_0(B,T)$] değerinde de önemli ölçüde bir artış gözlemlemişlerdir (Vinu vd. 2009c).

Liu ve arkadaşları (Effect of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of Lu-doped α -SiAlONs):

$\text{Lu-}\alpha\text{-SiAlON}$ ' nın mekanik özellikleri ve $\alpha\text{-SiAlON}$ taneciklerinin morfolojisi, aşırı Lu_2O_3 katkısının ve sıcaklık davranışının faz yapısına etkisini araştırmışlardır. $\alpha\text{-SiAlON}$ taneciklerinin ince uzun formülasyonunun Lu_2O_3 bileşimini kolaylaştırdığını gözlemlemişlerdir. Lu_2O_3 katkısının artmasıyla, dayanıklılık ve kuvvet daha da geliştirilebileceğini bildirmişlerdir (Liu vd. 2009).

Berastegui ve arkadaşları (Structure and superconductivity in $\text{Y}_{1-x}\text{Ln}_x\text{Ba}_{2-y}\text{Sr}_y\text{Cu}_4\text{O}_8$ (Ln=Lu, Tb, Gd, Pr and Ce) the influence of ionic size and valency):

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri içinde $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ süperiletkenine çeşitli lantanitler katkılanarak valans ve iyonik boyutlarının etkisini araştırmışlardır. İyonik çapın artmasıyla kritik sıcaklık değeri T_c ' nin azaldığını gözlemlemişlerdir. *Y-124* serisi içinde *Lu* ve *Gd* katkılı numunelerin birim hücre hacmi ve iyonik yarıçaplarının artmasıyla süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c ' nin azaldığını bildirmişlerdir (Berastegui vd. 1997).

Sun ve arkadaşları (Effect of A-site doping on microstructure and phase separation of $\text{La}_{0.5}\text{RE}_{0.2}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ (RE=Eu, Ho, Lu, Yb):

Nadir toprak elementleriyle katkılanmış (*Eu*, *Ho*, *Lu*, *Yb*) $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ 'nin mikroyapı ve faz ayrışması X-ray kırınımı (XRD) ve TEM kullanılarak

incelemişlerdir. Bileşim ve kırınım analizleri, ikincil yapının örgü sabitleri ve kristal yapısı için katkılanan elementin iyonik yarıçapının yapı için önemli bir rol oynadığı gözlemlenmiştir. X-ray analizinde nadir toprak elementleri katkılanmasıyla her numunede ikincil faz gözlemlenmiştir. *Lu* ve *Yb* katkılanmasıyla *LuMnO₃* ve *YbMnO₃* hekzagonal fazı tespit edip, *LuMnO₃* için *a* ve *c* örgü sabitlerini belirlemişlerdir. $a_h=0.6063$ ve $c_h= 1.1323$ (Sun vd. 2005).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Giriş

Y-Ba-Cu-O, *Bi-Sr-Ca-Cu-O*, *Tl-Ba-Cu-O* ve *HgBaCaCuO* seramik süperiletkenlerdir. Bu çalışmada, seramik süperiletkenlerinden *Bi-Sr-Ca-Cu-O* bileşiğinin $n=2$ olan *Bi-2212* süperiletkeni kullanıldı. Lutesyum katkılı *Bi-2212* bileşiğini elde etmek için en çok tercih edilen yöntemlerden biri olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı.

Katıhal tepkime yönteminin kolaylığı ve ucuzluğu bakımından en çok tercih edilmesinin dışında bir diğer tercih edilme sebebi de oksitleri karıştırma ve karışımları yüksek sıcaklıkta uzun süre tutmasıdır (Yılmazlar 2002). Böylece, bileşiği oluşturan atomlar arasındaki bağlar güçlenir ve örgü kusurları ortadan kalkar.

Bu bölümde malzemeyi hazırlamada kullandığımız yöntem, nasıl hazırlandığımız ve deneysel ölçümler için kullandığımız cihazların işlevleri hakkında bilgi verildi.

3.2 Süperiletken Hazırlama Yöntemleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini hazırlamak için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Bunlar, katıhal tepkime yöntemi, eritme-döküm yöntemi, sol-gel yöntemi, iki-toz yöntemi, sıvı amonyum nitrat yöntemi, püskürtmeli kurutma yöntemi, birlikte çökeltme yöntemi, hızlı erime yöntemi ve 3 adım yöntemidir. Bu yöntemlerin birbirine göre üstün tarafları bulunmaktadır. Bu yöntemlerin ortaya çıkmasındaki ortak hedef ise süperiletken malzemenin kalitesini arttırabilmektedir. Burada bu yöntemler arasında en çok kullanılan 3 tanesinden kısaca bahsedilecektir.

3.2.1 Katıhal tepkime yöntemi

Katıhal tepkime yöntemi kolaylığı ve ucuzluğu bakımından en çok tercih edilen yöntemlerden biridir. Bu yöntemde bileşikler, oksit, karbonat, nitrat gibi başlangıç maddeleri ile hazırlanır. Başlangıç maddeleri uygun oranda karıştırılır ve homojen bir karışım elde etmek için havanda karıştırılır. Daha sonra sırasıyla kalsinasyon, presleme ve sinterleme işlemleri gelir.

Numunelerin kalsine edilmesi: Öğütme işleminden sonra malzeme üzerindeki ilk ısıtıl işlem olan kalsinasyon aşamasına geçilir. Bu işlemin amacı öğütme sırasında toz karışım içerisine giren yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır. Bu da katıhal tepkime yönteminin temelini teşkil eder. Kalsinasyon için tozlar bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir fırın içerisinde belirli sıcaklıklarda belirli sürelerde tutulur. Daha sonra fırından çıkarılan tozlar tekrar havan yardımıyla öğütülür. Bu işlem birkaç kez tekrarlanabilir.

Numunelerin Preslenmesi: Kalsinasyon işleminden sonra şekil vermek ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için presleme işlemine geçilir. Presleme işleminde tozlar tablet haline getirilir.

Numunelerin Sinterlenmesi: Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası bağlantıları oluşturmak, polikristalleri meydana getirmek, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek ve bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak için oksijen ortamında faz oluşum sıcaklığında belirli sürelerde tabletleri sinterlemektir. Bu sinterleme işlemi, numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve belirli süre bekletildikten sonra oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir.

Katıhal tepkime yönteminde ara öğütme, optimum tavlama süresi ve optimum sıcaklık çok önemlidir. Tabletlerin ısıtılmasından sonra numune içinde meydana gelebilecek iç zorlanma ve gerilmelerden kaçınmak için fırın yavaş soğutulmalıdır. Dikkat edilmesi gereken başka bir hususta kalsinasyon yapılacak kabın doğru seçilmesidir. Çünkü yüksek sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlemleri süresince kabın yapıldığı materyalden süperiletken malzeme içerisine sızmalar olabilir. Bu yöntemde numunenin öğütülme, kalsinasyon ve sinterleme süresi ve sıcaklığı, süperiletken malzemenin cinsine göre değişmektedir.

3.2.2 Eritme-Döküm yöntemi

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri hazırlamak için kullanılan tekniklerden en kullanışlı olanıdır. Çünkü pota içerisinde yüksek sıcaklıkta eriyik haline gelen başlangıç

numune tozları eridikten sonra, atomik ve moleküler düzeyde birbiriyle karışırlar ve karışım maksimum düzeyde homojen olur.

Diğer yöntemlerde olduğu gibi stokiyometrik oranlarda tartılan başlangıç tozları karıştırılıp öğütülür. Öğütülen tozlar kalsinasyon işlemine tabi tutulur. Kalsinasyon işlemi sonunda, ayarlanabilir bir fırın içerisinde alamüna pota içerisine konulan başlangıç tozları, oda sıcaklığından itibaren belirli bir artış oranında malzemenin eriyebileceği yüksek bir sıcaklığa ($1100-1200^{\circ}C$) çıkartılır ve belirli bir süre bekletilir. Bu sıcaklıkta eriyik haline gelen toz karışımları, daha önceden başka bir fırında ısıtılmış olan bakır kalıplara dökülür. Bu aşamada dikkat edilmesi gereken en önemli şeylerden biri, döküm yapılan bakır kalıbın sıcaklığının eriyik halde bulunan numunenin sıcaklığına yakın değerde olmasıdır. Çünkü aşırı sıcaklık farkı olursa, bakır kalıp bu farktan dolayı çatlayıp parçalanabilir (Aşıkuzun 2010). Döküm işleminde hazırlanan bakır kalıbın şekline göre numuneler elde edilir. En genel elde edilen çubuk numunelerdir. Döküm işleminden sonra tavlama işlemi için malzeme hazır hale gelmiş olur. Tavlama işleminde, fırın içerisine potayla konulan çubuk numuneler, oda sıcaklığından başlayarak malzemenin erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılır (Aşıkuzun 2010).

3.2.3 Çökeltme yöntemi

Bu yöntemde, hazırlanmak istenilen malzeme miktarı kadar, amonyum nitrat malzemeye karıştırılır. Bu karışım bir beher içerisine konularak yaklaşık $180-200^{\circ}C$ arasındaki bir sıcaklıkta karıştırılarak ısıtılıp, sıvı hale gelmesi sağlanır. Renginin kontrolü sağlanarak mürekkep mavisi rengini alana kadar karıştırılır. Kısa bir süre sonra zehirli gaz çıkışları (CO_2 , NO_2 , N_2O v.b) gözlenir. Karıştırma sırasında tozların eriyip sıvı hale geldiği gözlenir. Isıtma işlemi sıvı halden katı hale (çökelti) gelene kadar devam eder. İşlem sonucunda beher tabanında siyah renkli bir çökelti oluşur. Bu çökelti alınır ve öğütülür. Toz haline getirildikten sonra 24-48 saat arasında kalsine edilir. Kalsine edildikten sonra istenilen ağırlıkta tablet olarak preslenir. Daha sonra süperiletken yapıyı elde etmek için tavllanır (Kılıç 2008).

3.3 Numunelerin Üretilmesi

3.3.1 Lu katkılanmış Bi-2212 numunelerin hazırlanması

Lutesyum katkılı *Bi-2212* süperiletkeni hazırlamak için en bilinen yöntemlerden biri olan katıhal tepkime yöntemi kullanıldı. Bunun için %99.9 saflıkta hazır *Bi-2212* ve Lu_2O_3 kimyasal tozları kullanıldı. Mekanik ve elektriksel ölçümleri yapmak için 3'er gramlık *Lu* katkılı *Bi-2212* toz karışımları hazırlandı. Bu karışıma Lu_2O_3 tozu %0.1, %0.3, %0.5, %0.7 ve %1.0 oranlarında katkılanarak yapıldı. Hazırlanan numunelere ölçümlerde kolaylık sağlaması amacıyla %0.1, %0.3, %0.5, %0.7 ve %1.0 oranlarında katkılama yapılan numunelere sırasıyla *Lu0.1*, *Lu0.3*, *Lu0.5*, *Lu0.7* ve *Lu1.0*, hiçbir şekilde *Lu* katkılanmayan numune ise *Lu0.0* olarak adlandırıldı. Bu şekilde oluşturulan numunelerin homojen bir hale getirmek için havanda 5 saat süreyle karıştırıldı. Karıştırdıktan sonra Specac marka pres aleti ile her biri 10 ton basınç altında 13 mm çapında ve 1-1.5 mm kalınlığında tabletler haline getirildi (Şekil 3.1).

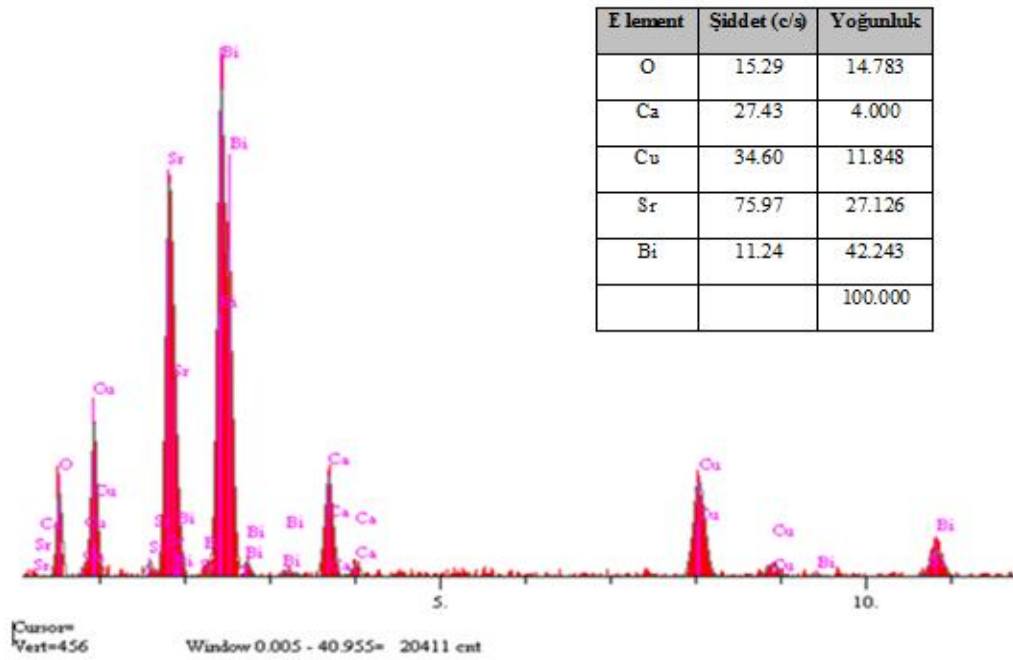


Şekil 3.1 Pres aleti

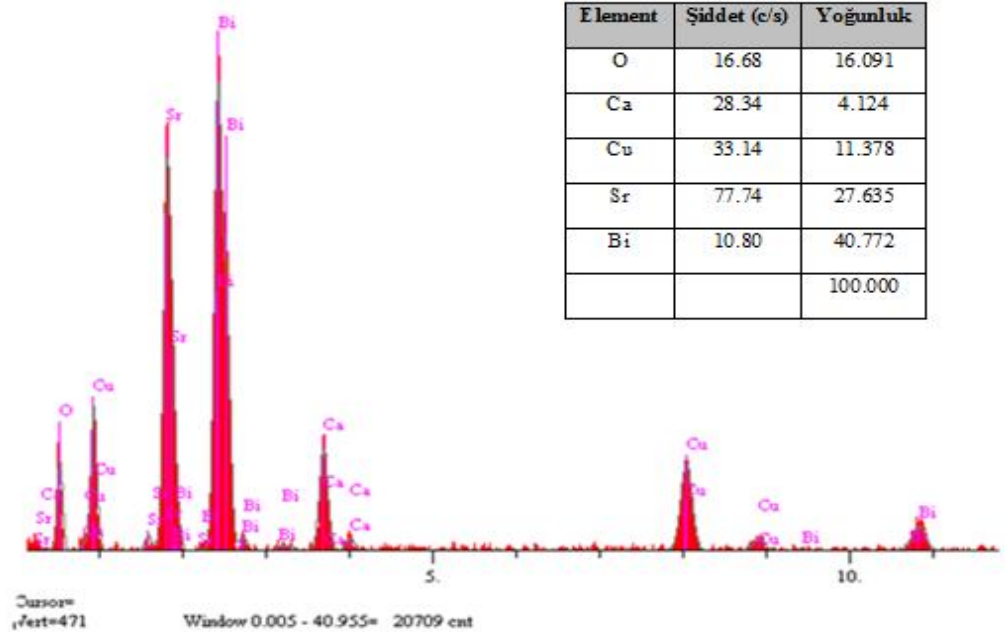
3.3.2 Tabletlerin sinterlenmesi

Sinterleme işlemi, süperiletken fazı oluşturmak, atomlar arasındaki bağları güçlendirmek, polikristalleri meydana getirmek ve kristal kusurları en aza indirmek açısından önemli bir aşamadır.

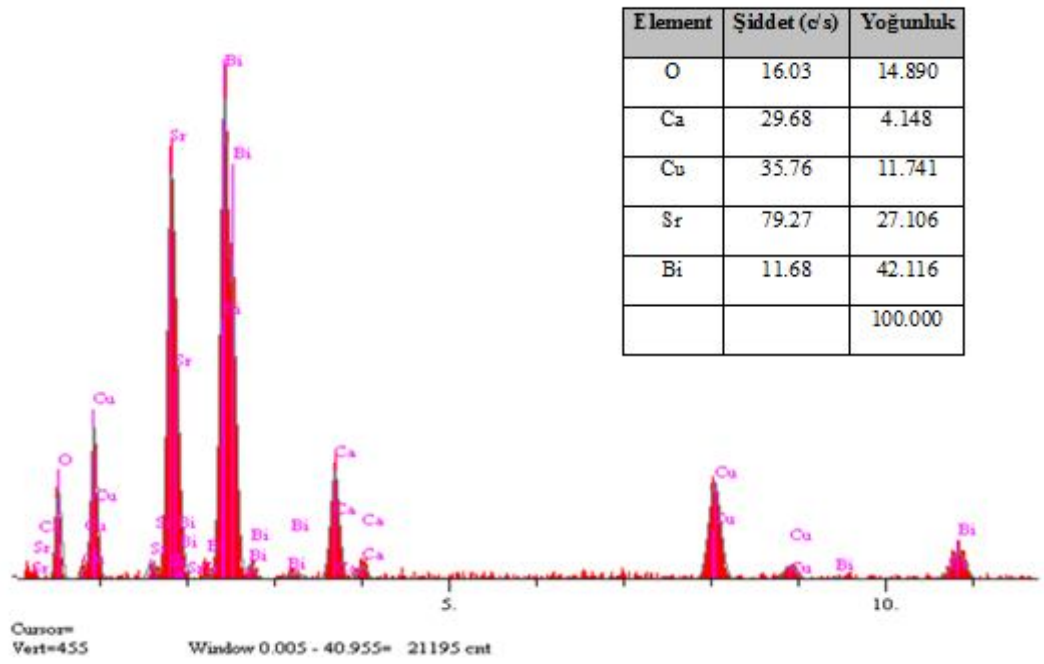
Yapılan *XRD* ve *EDS* ölçümleri sonucunda 820°C , 830°C , 840°C ve 850°C de tavlanan katkısız *Bi-2212* süperiletken numuneleri için optimum sıcaklığın 840°C olduğu bulundu (Şekil 3.2 ve Şekil 3.3). Bu sonuca göre, tablet haline getirilen numuneler ince çubuk dilimler şeklinde kesilip, 840°C de 50 saat boyunca Protherm marka programlanabilir tüp fırında bekletildi (Şekil 3.4). Oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Fırından çıkarılan numuneler deneysel ölçümlere hazır hale getirilmiş oldu.



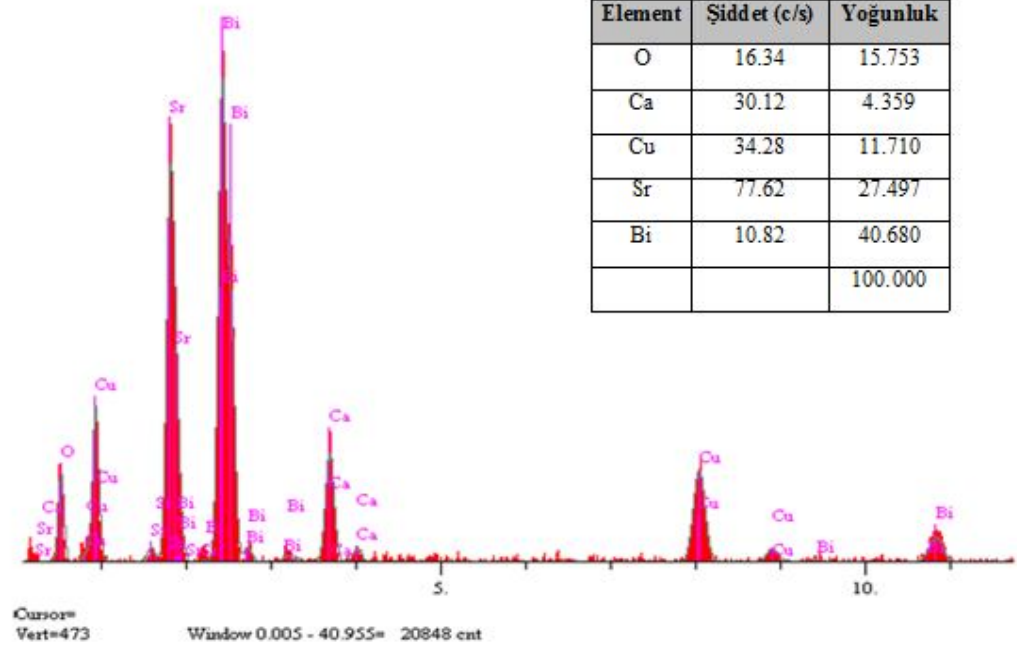
(a)



(b)



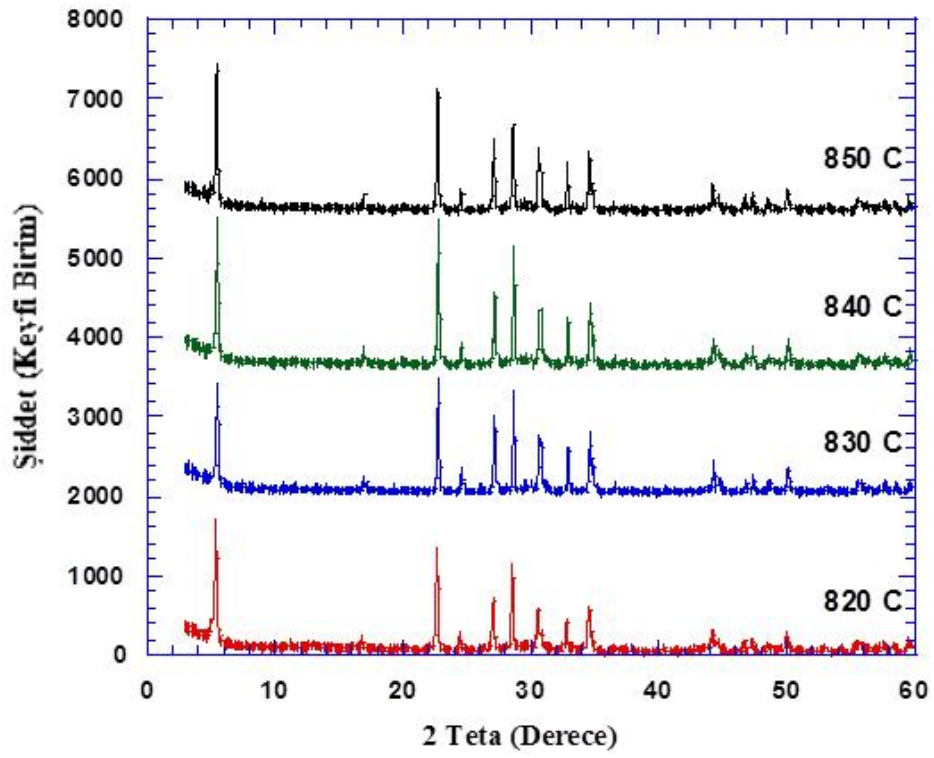
(c)



(d)

Şekil 3.2 a) 820°C, b) 830°C, c) 840°C ve d) 850°C’ de tavlanan katkısız Bi-2212 için EDS analizleri

EDS analizlerinde görüldüğü gibi 840°C’ de Sr, Cu ve Bi elementlerinin şiddetleri maksimumdur. Elementler bu sıcaklıkta daha fazla tepkimeye girerler. Ayrıca 840°C’ de XRD pik şiddetlerinin ve Bi-2212 hacim oranının da maksimum olduğu görülmüştür. Dolayısıyla 840°C’ nin malzeme hazırlamak için en uygun sıcaklık olduğu söylenebilir.



Şekil 3.3 Farklı ısıtım işlem sıcaklığında katkısız *Bi-2212* için *XRD* analizleri



Şekil 3.4 Programlanabilir tüp fırın

3.4 Deneysel Ölçümler

3.4.1 X-Işını difraksiyon analizi (XRD)

X-ışını difraksiyonu malzemelerin kristallografik özellikleri ve içerdikleri fazların belirlenmesinin sağlayan bir yöntemdir. *XRD* analizi ile süperiletken numunede bulunan mevcut değişik fazların miktarları hakkında yaklaşık bir fikir vermesinin yanında piklerin genişliğinden de kristal boyutunun ölçülmesi imkânını sağlar. Çalışma süresince $CuK\alpha$ ($\lambda=1.540 \text{ Å}$) ışımaya sahip Bruker D8 Advance cihazı kullanıldı (Şekil 3.5). Tarama hızı 0.02 derece/dk olarak alınıp ölçümler, 5° - 60° arasında yapıldı.



Şekil 3.5 X-ışını Difraksiyon Cihazı (*XRD*)

3.4.2 Taramalı elektron mikroskopi analizi (SEM)

SEM analizi, malzemelerin yüzey yapıları, tanecik sınırlarındaki olası birikimleri ve tanecik büyüklüklerini belirlemek için JEOL JSM-6390LV cihazı ile yapılmıştır (Şekil 3.6). Ayrıca x-ışını difraksiyon analizi ile elde ettiğimiz tanecik boyutundaki değişimleri SEM analiziyle karşılaştırılmıştır.



Şekil 3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Cihazı (SEM)

3.4.3 Özdirenç-sıcaklık ölçümleri ($\rho-T$)

Önceden ısıtıl işleminden geçirilen numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını belirlemek, için *dc* standart dört nokta yöntemi kullanıldı ve kontaklar iletken gümüş boya ile yapıldı. Dikdörtgenler prizması şeklinde kesilen numunelere bakır tellerle, gümüş pasta kullanılarak kontak yapıldı. Ölçüm hatalarını en aza indirmek için kontakların aynı hat üzerinde olmasına dikkat edildi. Ayrıca kontaklar arası uzaklığında eşit olması göz önünde tutuldu.

Yukarıda ifade edilen şekilde elektriksel ölçüm için hazırlanan bütün numuneler 5 mA doğru akım altında 300K-50K aralığında soğutulup, ardından da 50K-120K aralığında ısıtılarak ölçümler alındı. Numunelerin öz direnci ise denklem (3.1) kullanılarak hesaplandı.

$$\rho = \frac{A.R}{L} \quad (3.1)$$

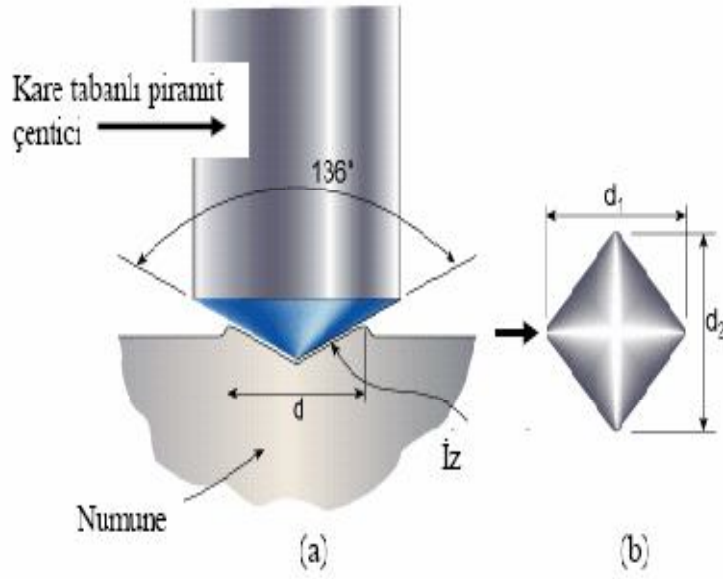
Bu ifade de; ρ numunenin öz direnci, A numunenin kesit alanı, R direnç ve L değeri iki kontak arasındaki uzaklıktır.

3.4.4 Sertlik Ölçümleri

Malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemek için kullanılan yöntemlerden biri de sertlik ölçümüdür. Sertlik deneyi yüzeyde küçük bir iz oluşturduğundan tahribatsız bir deneydir. Bununla beraber çok kolay ve çabuk uygulandığından karşılaştırma ve kalite kontrolü amacı ile çok kullanılır (Aymak 2006).

İlk çentme testini Brinell Johann August kullanmıştır. Daha sonra Brinell testi ile aynı prensipte çalışan Vickers, Knoop, Berkovich v.b gibi testler ortaya çıkmıştır. Bütün bu testlerin temel prensipleri aynıdır. Çentici uca bir yük uygulanır ve numune üzerinde bir iz oluşturduktan sonra çentici uçtaki yük kaldırılır, oluşan izin alanı kullanılarak sertlik tespiti yapılır. Biz bu çalışmamızda SHAMADZU marka mikrosertlik cihazını kullandık (Şekil 3.8).

Vickers mikrosertlik deneyinde; piramit biçiminde ve tabanı kare olan batıcı uç kullanılır. Elmaştan yapılan bu ucun tepe açısı 136° dir.



Şekil 3.7 a) Vickers çentici b) İzin diyagonal boyu

Vickers mikrosertlik ölçümü yapılırken çentici uç, malzemenin cinsine uygun seçilen bir yük altında (0.245 , 0.490 , 0.980 , 1.960 ve 2.940 N) belirli bir süre numune üzerine bastırılır (Şekil 3.7a). Uç kaldırıldıktan sonra oluşan izin köşegen uzunlukları ölçülür (Şekil 3.7b) ve Vickers mikrosertlik değeri

$$H_v = 1854.4 \frac{F}{(d_1 + d_2)^2} \quad (3.2)$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada F uygulanan yük, d ise köşegen uzunlukların aritmetik ortalamasıyla elde edilen bir değerdir ($d = (d_1 + d_2)/2$).

Vickers sertliği ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemlerinden biridir. Özellikle araştırma amacına göre mikro ve nano boyuttaki sertlikleri ölçmeye elverişlidir (Aymak 2007).

Maddelerin çoğunda elastik modülü (E) ve gerilme (Y) sertlik ile ilgilidir. Bu değerler

$$E = 81.9635 H_v \quad (3.3)$$

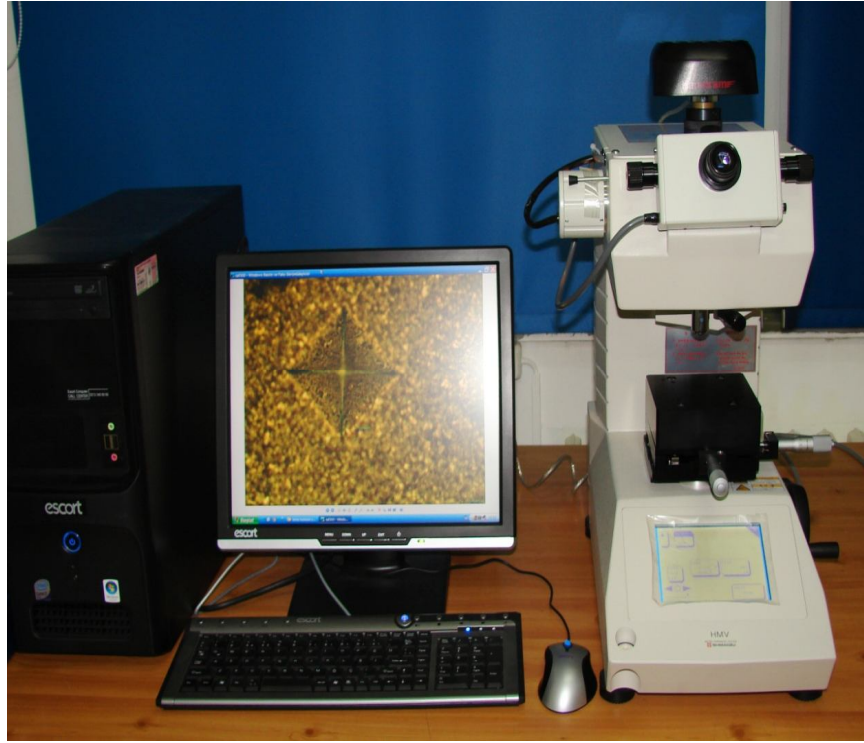
$$Y \approx H_v/3 \quad (3.4)$$

eşitlikleri ile ifade edilir.

Kırılma dayanımı (K_{IC}), süperiletken numunelerin başlıca mekaniksel özelliklerinden birisidir. Süperiletken numunelerin teknolojik uygulanabilirliği açısından önemli bir parametredir. Kırılma dayanımı,

$$K_{IC} = \sqrt{2E\alpha} \quad (3.5)$$

şeklinde ifade edilir.



Şekil 3.8 Mikrosertlik Cihazı

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Giriş

Bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerine ait $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$ genel formülünde $n=2$ için elde edilen *Bi-2212* fazına çeşitli nadir toprak elementlerinin katkılanmasıyla ya da katkılanan elementlerin yapı içerisindeki mevcut elementlerle yer değiştirmesiyle elde edilen süperiletkenlerin, yapısal, mekaniksel ve elektriksel özelliklerini belirlemek için literatürde çeşitli çalışmalar yapılmıştır (Khalil 2001, Sarun vd. 2008, Biju vd. 2006a, Amira vd. 2011, Vinu vd. 2010).

$(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ [*(Bi,Pb)-2212*] ve $(\text{Bi, Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ [*(Bi,Pb)-2223*] gibi *Bi* tabanlı süperiletkenler yüksek sıcaklık süperiletkenleri arasında teknolojik uygulamalar açısından umut vaat etmektedirler (Takimoto vd. 1999). Özellikle *Bi-2212* süperiletkenleri, katyonik katkısına göre oksijen stokiometresi nispeten değişmeyen ve *Bi-2223* ile karşılaştırıldığında zayıf bağ problemleri daha az olan bir maddedir (Biju vd. 2005, 2006a).

Bu çalışmada, *Bi-2212* süperiletkenine çeşitli oranlarda *Lu* katkılanarak oluşturulan süperiletken malzemelerin yapısal, süperiletkenlik ve mekaniksel özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak için X-ışınları kırınımı, taramalı elektron mikroskobu, enerji dağılım spektrometresi, öz direnç-sıcaklık ve Vickers mikrosertlik ölçümleri yapıldı ve bu ölçümlerin sonuçları bu bölümde değerlendirildi.

4.2 X-ışını Kırınımı ile Analiz

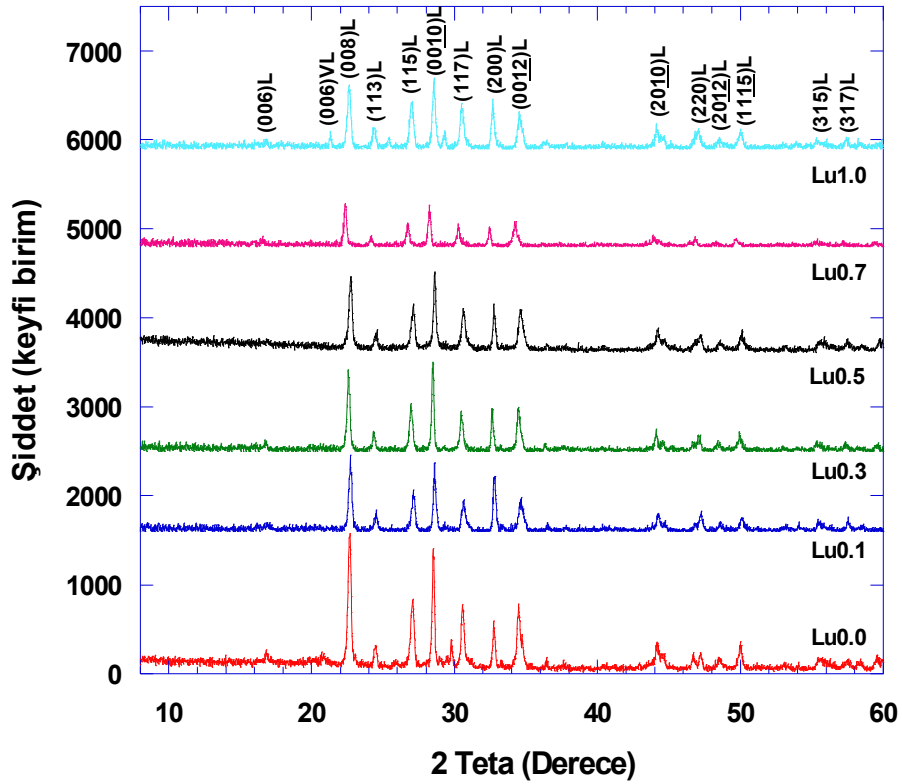
Kristal yapıların incelenmesinde oldukça önemli bir teknik olan X-ışınları difraksiyon analizi, *Lu0.0*, *Lu0.1*, *Lu0.3*, *Lu0.5*, *Lu0.7* ve *Lu1.0* numunelerinin yüzeyine X ışınının belirli açılarla düşürülmesiyle yapıldı. Şekil 4.1’ de bu katkılı ve katkısız numunelere ait *XRD* pikleri görülmektedir. Şekil 4.1’ e bakıldığında katkısız bileşiğe (*Lu0.0*) ait piklerin gözlemlendiği düzlemlerde, farklı stokiometrik oranlarda katkılanan numuneler için de pikler görülmektedir. Burada sadece çok düşük sıcaklık fazı diye adlandırılan *Bi-2201 (VL)* ve düşük sıcaklık fazı *Bi-2212’* ye ait (*L*) pik şiddetleri vardır. Bu fazlardan başka bir faza ve herhangi bir *Lu* pikine

rastalanılmamıştır. Bu da Lu elementinin *Bi-2212*'nin kristal yapısının içine başarılı bir şekilde girdiğini gösterir.

Lu0.0 ve katkılı numunelerinin *a* ve *c* örgü parametrelerindeki değişim ise denklem (4.1) ile verilen en küçük kareler yöntemi kullanılarak ortorombik yapı için hesaplanmıştır (Sarun vd. 2010).

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.1)$$

Tablo 4.1' de ise katkı ile değişen *a* ve *c* örgü parametreleri ile hacim oranları verilmektedir.



Şekil 4.1 Numunelerin XRD verileri

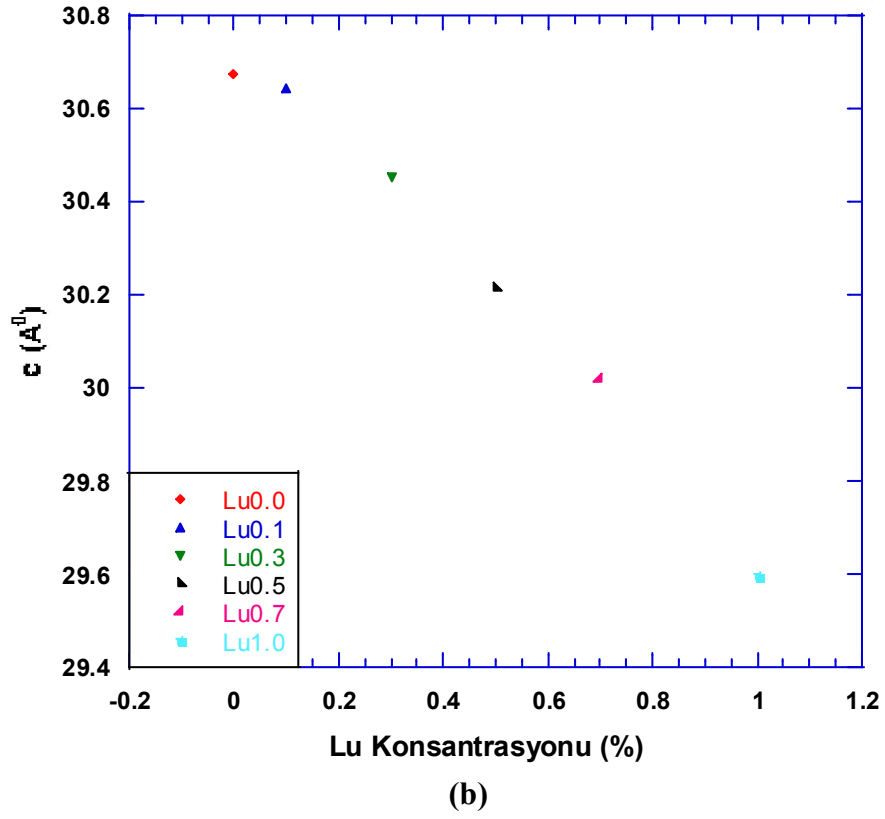
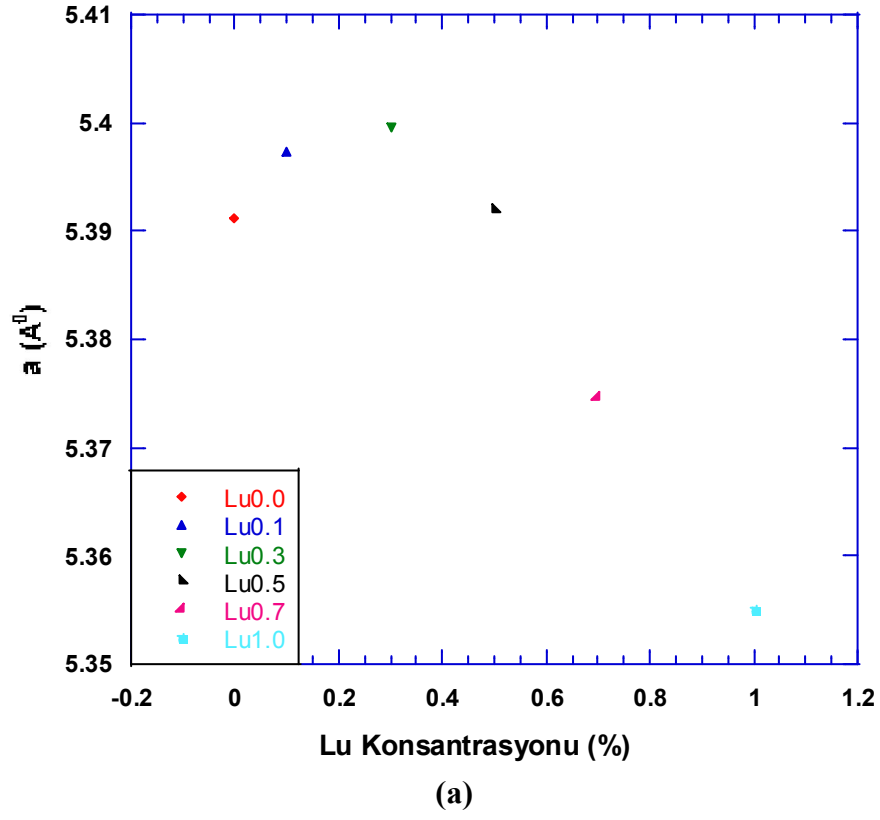
$$\text{Bi} - (2212)\% = \frac{\sum I(2212)}{\sum I(2212) + \sum I(2201)} \times 100$$

$$\text{Bi} - (2201)\% = \frac{\sum I(2201)}{\sum I(2212) + \sum I(2201)} \times 100 \quad (4.2)$$

Katkı miktarı arttıkça numune düşük sıcaklık fazından (2212) çok düşük sıcaklık fazına (2201) kaymaktadır. Fakat baskın olan yine düşük sıcaklık fazıdır (2212). Örgü parametreleri incelendiğinde katkı ile birlikte a örgü parametresinin bir miktar arttığı ardından azaldığı, bunun tersine c örgü parametresinin ise sürekli olarak azaldığı görülmüştür (Şekil 4.2). Bu sonuçlar Çizelge 4.1’ de de özetlenmiştir. Elde edilen bu sonuç, literatürde Lu katkılı *Bi-2212* süperiletkenlerle ilgili yapılan benzer çalışmalarla uyum içindedir (Sarun vd. 2010) ve düşük sıcaklık fazının (2212) daha baskın olduğu yorumunu desteklemektedir. Ayrıca c eksenindeki bu değişim, (2212) süperiletkenine katkılanan nadir toprak elementlerinin çoğunluğunun kristal yapının içine girmesinin bir sonucudur (Sarun vd. 2010, Vinu vd. 2010).

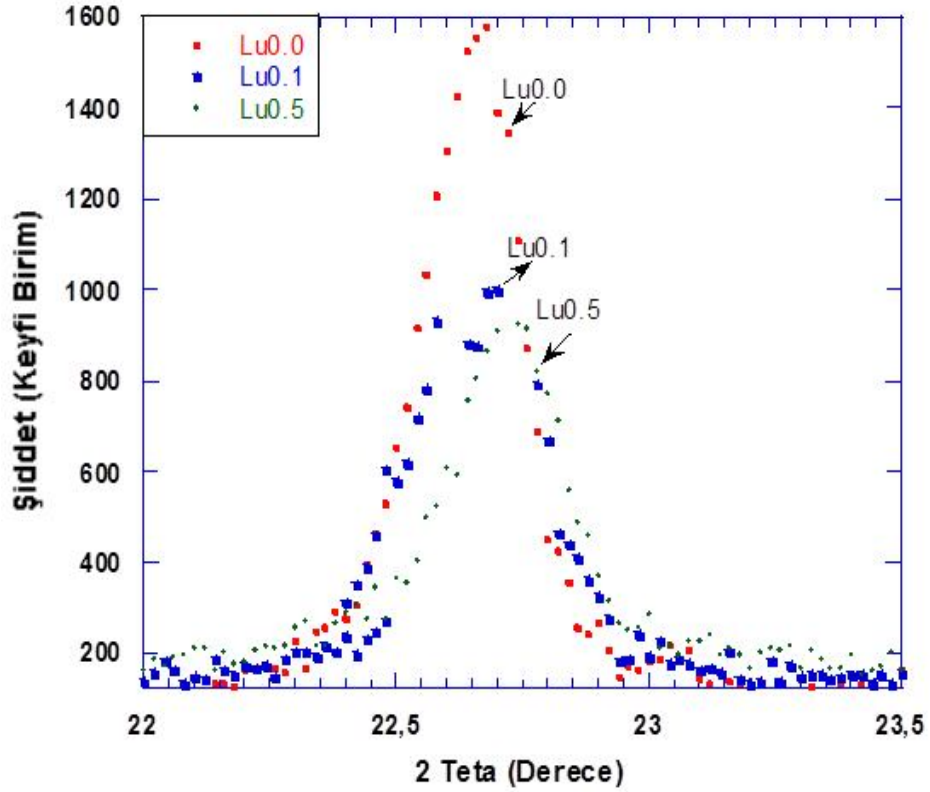
Çizelge 4.1 *XRD* verilerine göre hesaplanan a ve c örgü parametreleri ile fazların hacim oranları

<i>Numune</i>	<i>a örgü parametresi (Å)</i>	<i>c örgü parametresi (Å)</i>	<i>Hacim Oranları</i>	
			<i>Bi-2212</i>	<i>Bi-2201</i>
<i>Lu0.0</i>	5.38	30.674	85	15
<i>Lu0.1</i>	5.39	30.645	68	32
<i>Lu0.3</i>	5.40	30.452	65	35
<i>Lu0.5</i>	5.39	30.214	64	36
<i>Lu0.7</i>	5.37	30.018	62	38
<i>Lu1.0</i>	5.35	29.598	59	41



Şekil 4.2 Numunelere ait **a)** a (Å)-Lu Konsantrasyonu (%), **b)** c (Å)-Lu Konsantrasyonu (%) değişimi

(008) düzleme ait *XRD* pikini incelediğinde (Şekil 4.3), *Lu* katkısının artmasıyla yapının daha büyük açılara doğru kayma gözlenmiştir. Bu kaymanın sebebi, *Lu* katkısının artmasıyla *c* ekseninin uzunluğunun azalmasıdır. *c* ekseninin uzunluğunun azalma sebebi ise *Lu* atomlarının büyük bir oranda *Bi-2212* süperiletkeninin kristal yapısı içerisine girmesidir (Vinu vd. 2010, Vinu vd. 2009a, Vinu vd. 2009b, Biju vd. 2007a, Vinu vd. 2008b).



Şekil 4.3 (008) düzlemine ait *XRD* pikleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde +3 değerli nadir toprak elementleri +2 değerli *Sr* ya da *Ca* ile yer değiştirdiğinde ortama eklenen 1 elektron oksijen içeriğinde bir artmaya neden olur. Oksijendeki bu fazlalık, oksijen bakımından yetersiz olan *Bi-O* ikili düzlemleri tarafından alınır. Sonuçta, *Bi-O* tabakalarındaki pozitif yük azalır ve böylece pozitif yükler arasındaki itici güç azalır, bağlanmalar daha sıkı olur. Bu davranış *Bi-O* tabakalarını küçültür ve *c* ekseninin uzunluğunun azalmasına neden olur (Prabitha vd. 2005, Vinu vd. 2008a, Sarun vd. 2009c, Vinu vd. 2008c, Sarun vd. 2009a).

Ayrıca *Sr* veya *Ca* ile kıyaslandığında, katkılanan iyonun iyonik yarıçapının daha küçük ($\text{Ca}^{+2}=0.99\text{\AA}$), değerliliğinin ise daha büyük olması da sistemdeki oksijen

miktarını artırarak c parametresini azaltabilir (Shabna vd. 2010, Shabna vd. 2009, Sarun vd. 2007).

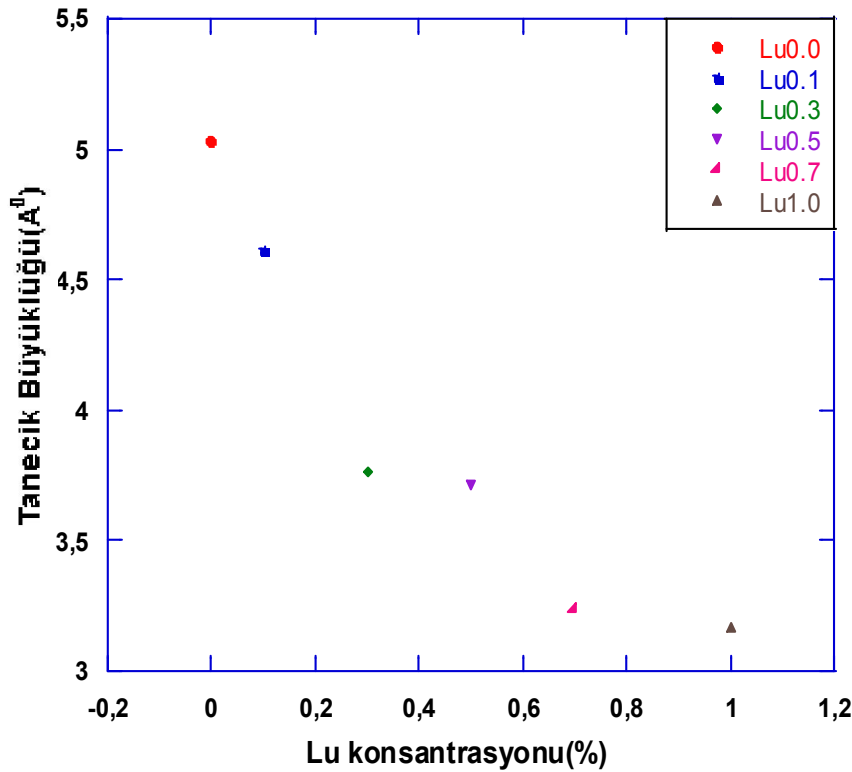
Çizelge 4.1' de de görüldüğü gibi, a ekseninin uzunluğunda bir artış gözlenmiştir. Çünkü Sr^{+2} yerine geçen Lu^{+3} atomları sisteme ekstra elektron sağlar. Bu Cu üzerindeki valans etkisinin azalmasına ve $Cu-O$ bağ uzunluğunun artmasına sebep olur. Bunun sonucunda da $Cu-O$ düzlemlerinin sorumlu olduğu a ekseninin uzunluğunda bir artış olur (Biju vd. 2006b, Shabna vd. 2009, Sarun vd. 2008).

4.3 Numunelerin Tanecik Büyüklüklerinin Hesaplanması

X- ışınları kırınım analizi kullanılarak hesaplanan önemli sonuçlardan birisi de kristal boyutunun ölçülmesidir. Bu ölçüm, piklerin genişliği kullanılarak aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır (Scherrer–Warren equation).

$$D = 0.94\lambda/\beta\cos\theta \quad (4.3)$$

Burada D ; tanecik boyutu, λ ; x ışının dalga boyu ($1.54\text{\AA}$), β ; en yüksek pik genişliğinin yarısı, θ ; en yüksek pike ait açıdır.



Şekil 4.4 Tanecik büyüklüğünün Lu konsantrasyonuna (%) karşı grafiği

Çizelge 4.2 Numunelere ait tanecik büyüklüğü değerleri

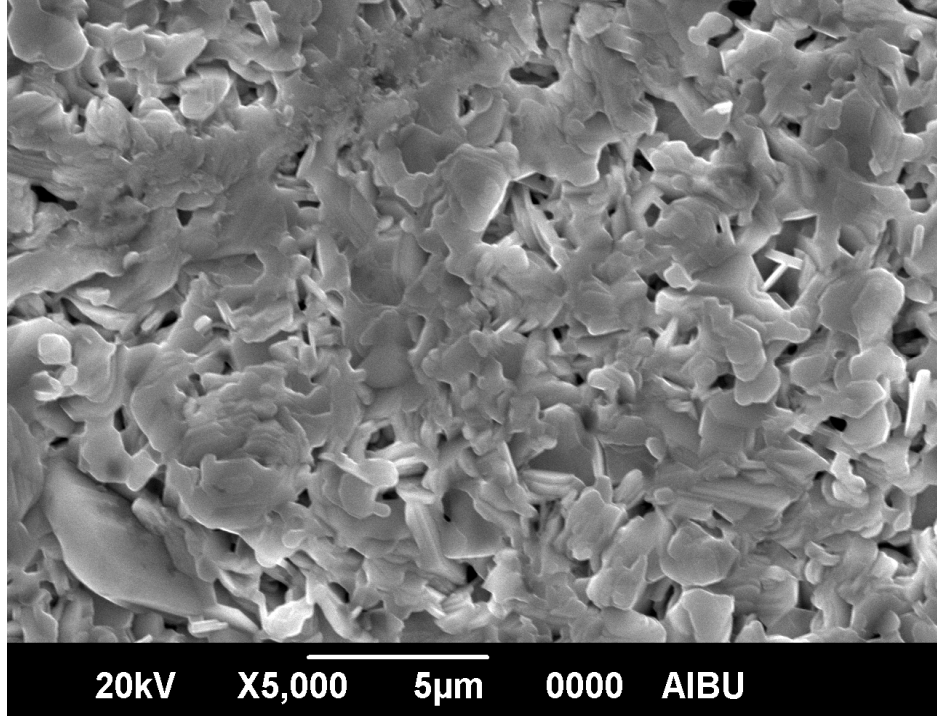
<i>Numuneler</i>	<i>Tanecik Büyüklüğü (Å)</i>
<i>Lu0.0</i>	5.032
<i>Lu0.1</i>	4.611
<i>Lu0.3</i>	3.765
<i>Lu0.5</i>	3.717
<i>Lu0.7</i>	3.236
<i>Lu1.0</i>	3.164

Hesaplanan tanecik büyüklükleri Çizelge 4.2 ve Şekil 4.4’ de verilmiştir. Tablodan da görüldüğü gibi *Lu* katkısı ile tanecikler küçülmüştür.

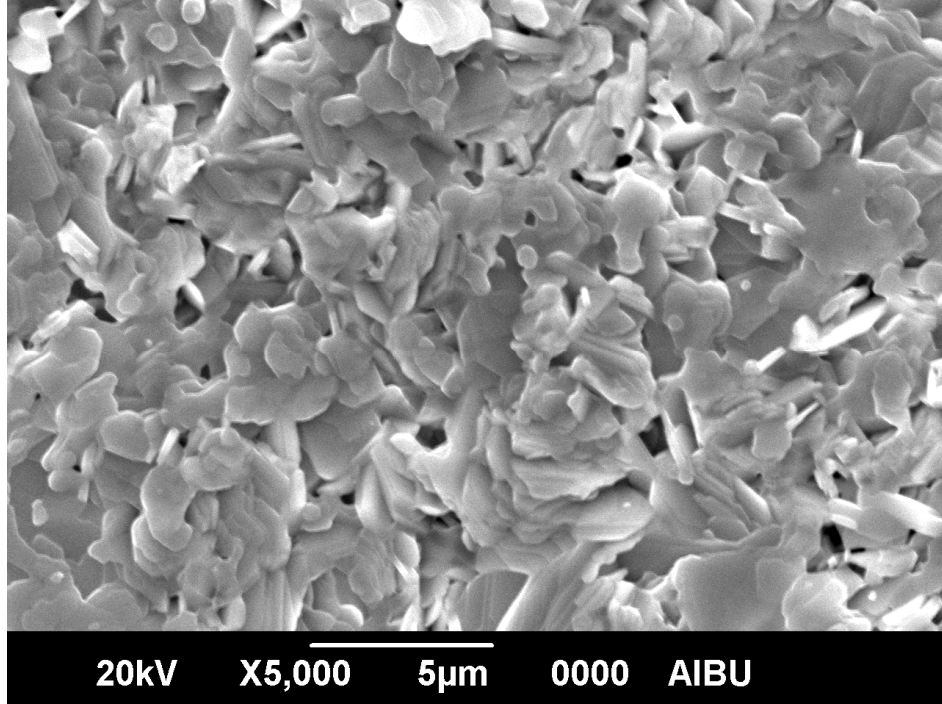
4.4 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizi (SEM)

Lutesyum katkılı *Bi-2212* sisteminin yüzey yapısını, tanecik sınırlarındaki olası birikimleri ve tanecik büyüklüklerini belirlemek amacıyla numunelerin *SEM* analizleri yapıldı. Şekil 4.5-4.10 katkılı ve katkısız numunelere ait *SEM* fotoğraflarını göstermektedir.

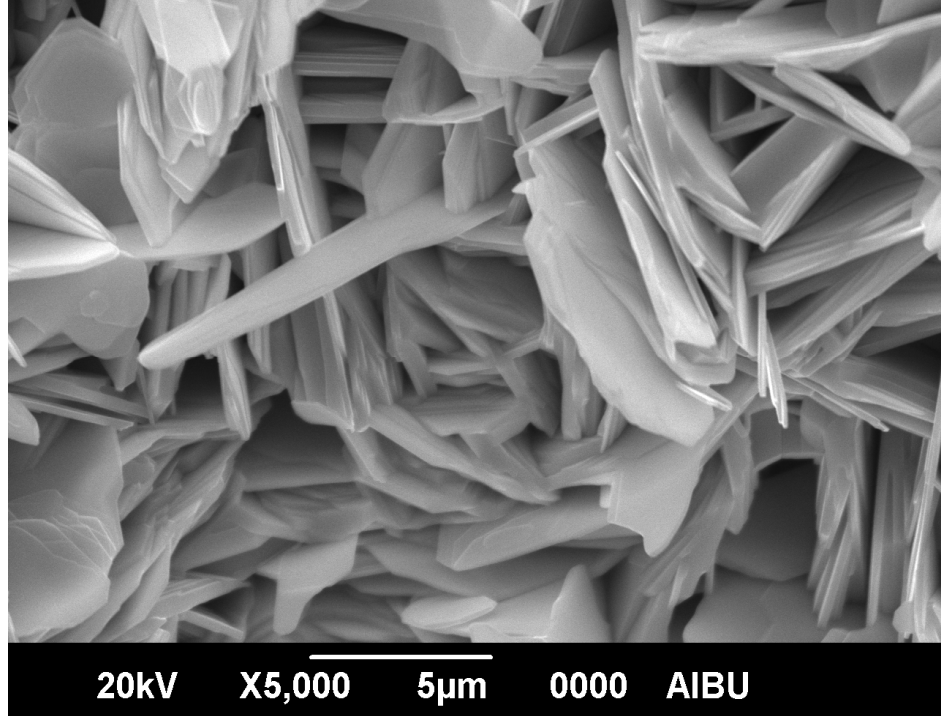
Tanecik büyüklükleri ve yönelimleri *Lu0.0*, *Lu0.1*, *Lu0.7* ve *Lu1.0* numuneleri için azalıp, gözeneklilik artarken; *Lu0.3* ve *Lu0.5* numuneleri için tanecik büyüklükleri bir miktar artmış ve gözeneklilik biraz azalmıştır. Tanecik büyüklüklerinin azalıyor olması *Lu0.0*, *Lu0.1*, *Lu0.7* ve *Lu1.0* numuneleri için *XRD* piklerinden hesaplanarak bulunan tanecik büyüklükleri sonucunu da desteklemektedir ve bu durum Çizelge 4.2’ de gösterilmiştir.



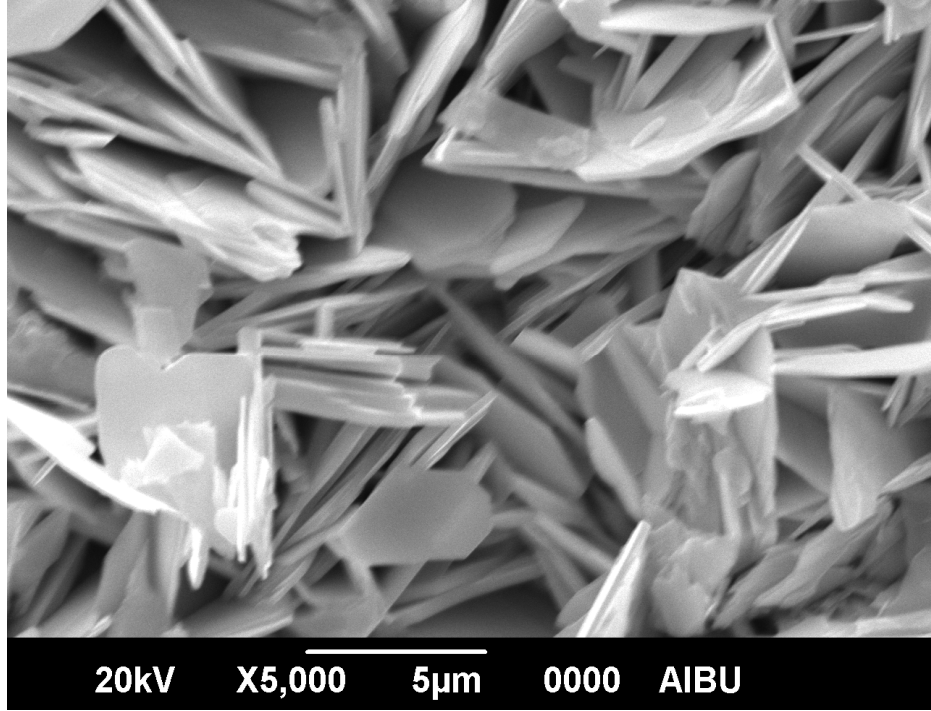
Şekil 4.5 *Lu 0.0* numunesine ait *SEM* fotoğrafı



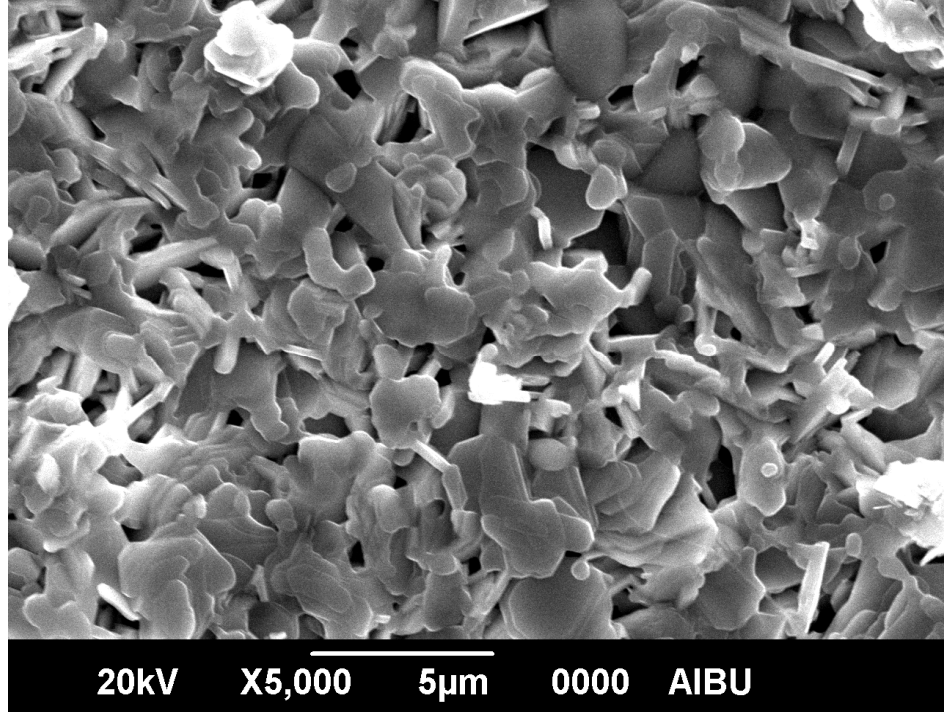
Şekil 4.6 *Lu 0.1* numunesine ait *SEM* fotoğrafı



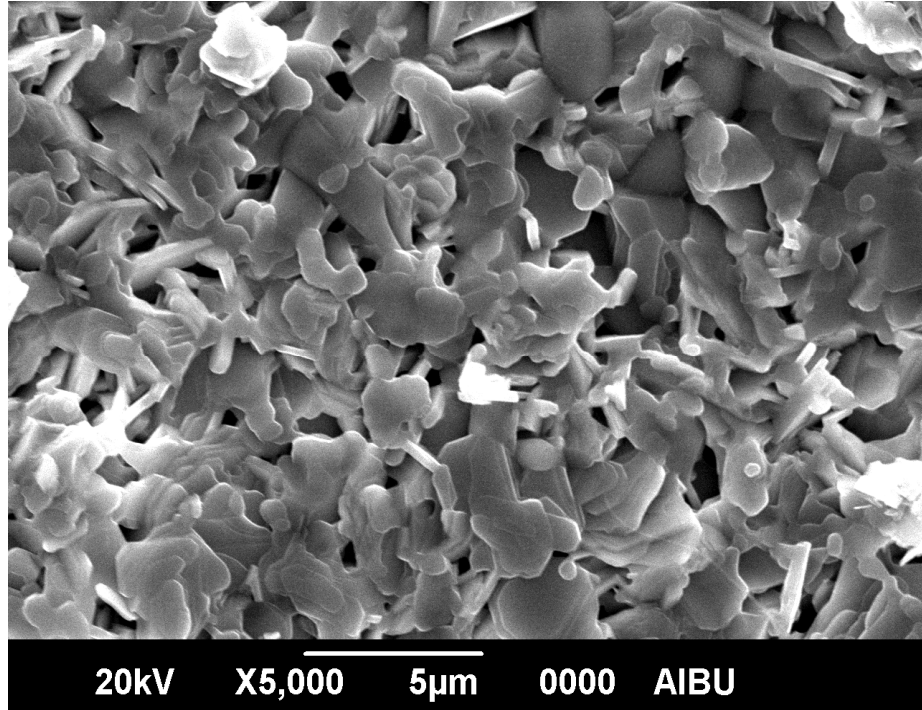
Şekil 4.7 $Lu_{0.3}$ numunesine ait *SEM* fotoğrafı



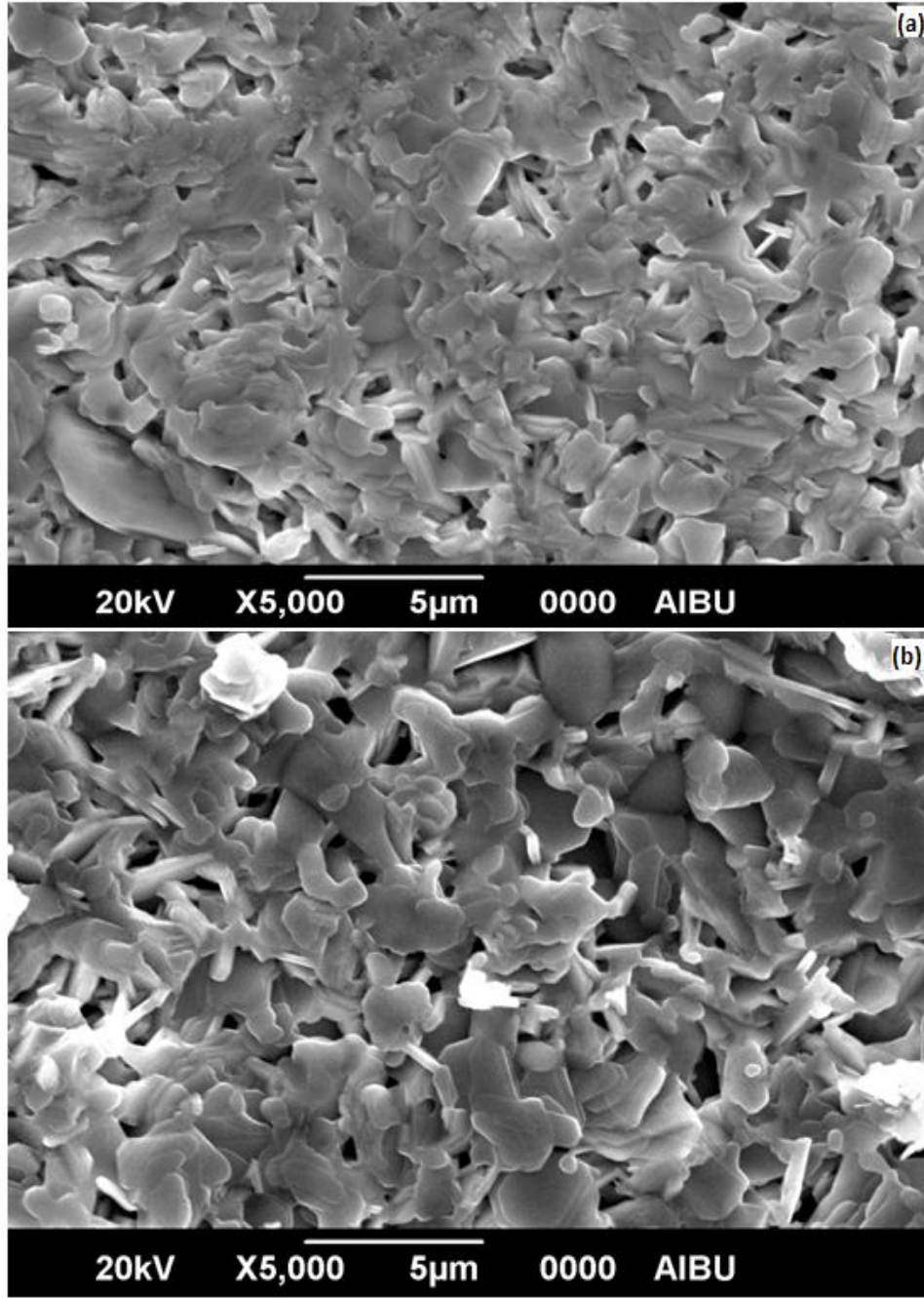
Şekil 4.8 $Lu_{0.5}$ numunesine ait *SEM* fotoğrafı



Şekil 4.9 $Lu_{0.7}$ numunesine ait *SEM* fotoğrafı



Şekil 4.10 $Lu_{1.0}$ numunesine ait *SEM* fotoğrafı



Şekil 4.11 a) $Lu_{0.0}$ ve b) $Lu_{1.0}$ numunelerine ait karşılaştırmalı SEM fotoğrafları

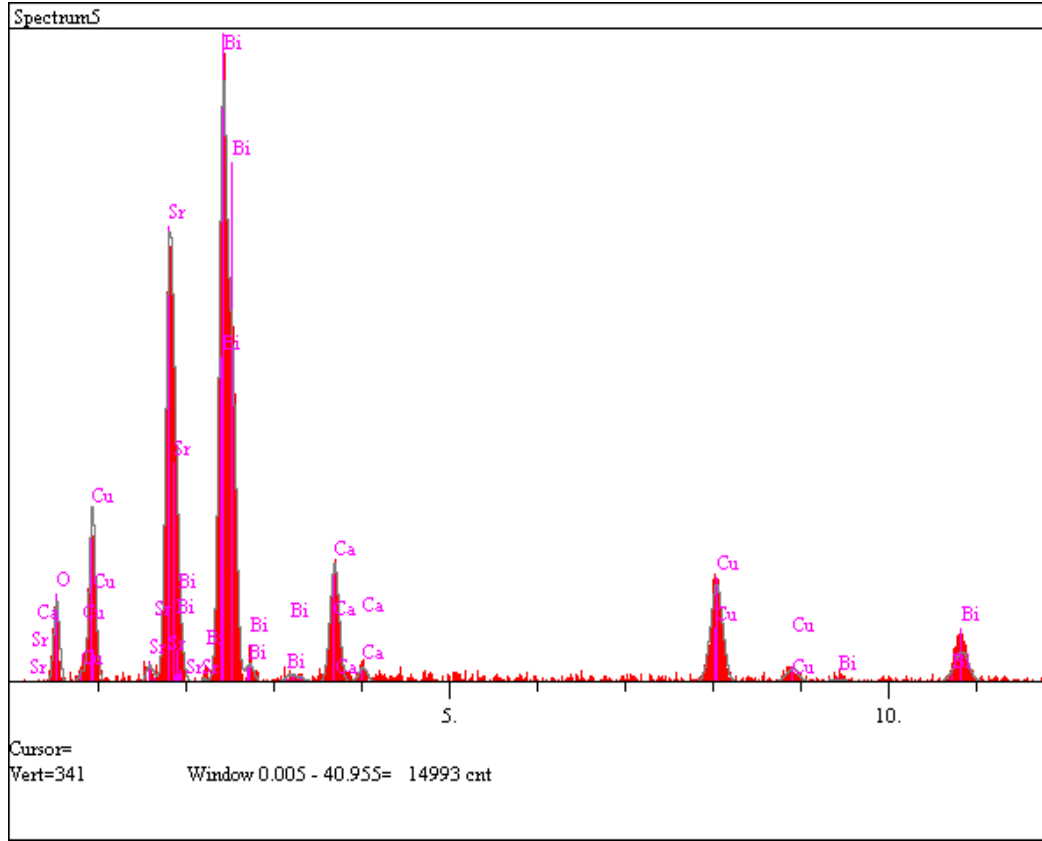
Şekil 4.11 analiz edildiğinde katkısız numunenin daha yoğun ve az poroziteye sahip olduğu görülmektedir. Katkı oranı arttıkça tanecikler küçülüp porozite artması süperiletken tanecikler arasındaki bağların zayıfladığı anlamına gelmektedir. Tanecikler arasındaki bu zayıf bağlantı *XRD* ölçümlerinden elde edilen sonuçlarla da

uyum içersindedir. Aynı zamanda bu zayıf bağlantılar nedeniyle oda sıcaklığı öz direnç değerleri de katkının artmasıyla artmıştır.

4.5 Enerji Dağılım Spektrometresi Analizi

Enerji dağılım spektrometresi analizi, katkıladığımız elementin *Bi-2212* süperiletkeninin kristal yapısı içine girip girmediğini ve yapı içinde hangi elementle yer değiştirdiğini gösteren bir analizdir. *Lu* katkılı *Bi-2212* numunelerindeki atomik bileşenlerin değerleri enerji dağılım spektroskopisi ile incelendi.

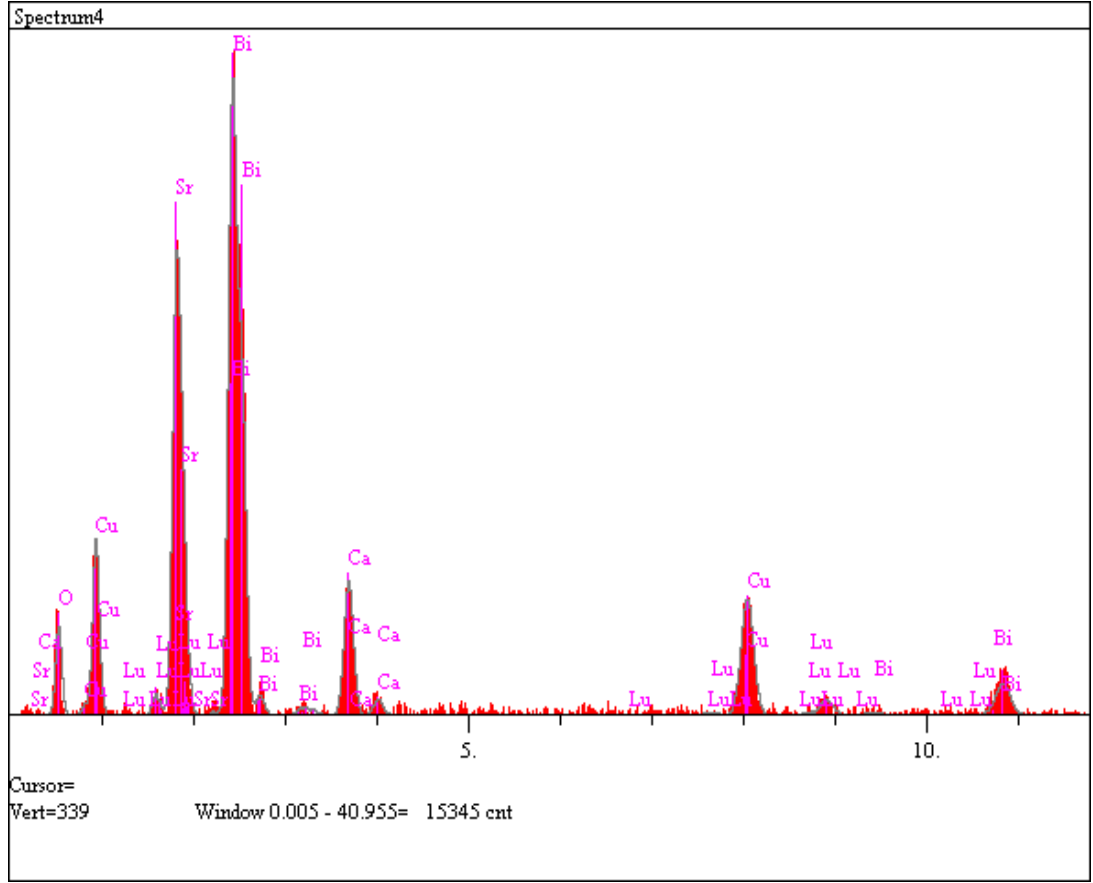
Katkılı ve katkısız bütün numunelere ait element konsantrasyonları Şekil 4.12, 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 ve 4.17’ de gösterilmiş olup şekillere ait değerler Çizelge 4.3- 4.8’ de verilmiştir. Bu analiz, numunenin tüm yüzeyi üzerinden belirli birkaç noktadan yapıldı. Bu sonuçlar analiz edildiğinde oksijen oranında önemli bir değişim gözlenmezken, *Lu* katkısı ile *Bi* ve *Cu* oranında bir artış gözlenmiştir. *Sr* ve *Ca* yüzdelerinde ise diğer elementlerle kıyaslandığında, *Lu* katkısının artmasıyla azalma gözlenmiştir. Fakat *Sr* gruplarındaki azalma daha baskındır. Sonuç olarak, Lu^{+3} iyonları sistem içersinde Sr^{+2} iyonlarıyla ağırlıklı oranda yer değiştirerek kristal yapı içersine girmiştir Bu sonuç literatürle uyum içersindedir (Biju vd. 2007b, Vinu vd. 2008a, Vinu 2009b, Prabitha vd. 2005).



Şekil 4.12 *Lu0.0* numunesine ait EDS analizi

Çizelge 4.3 *Lu0.0* numunesine ait EDS verileri

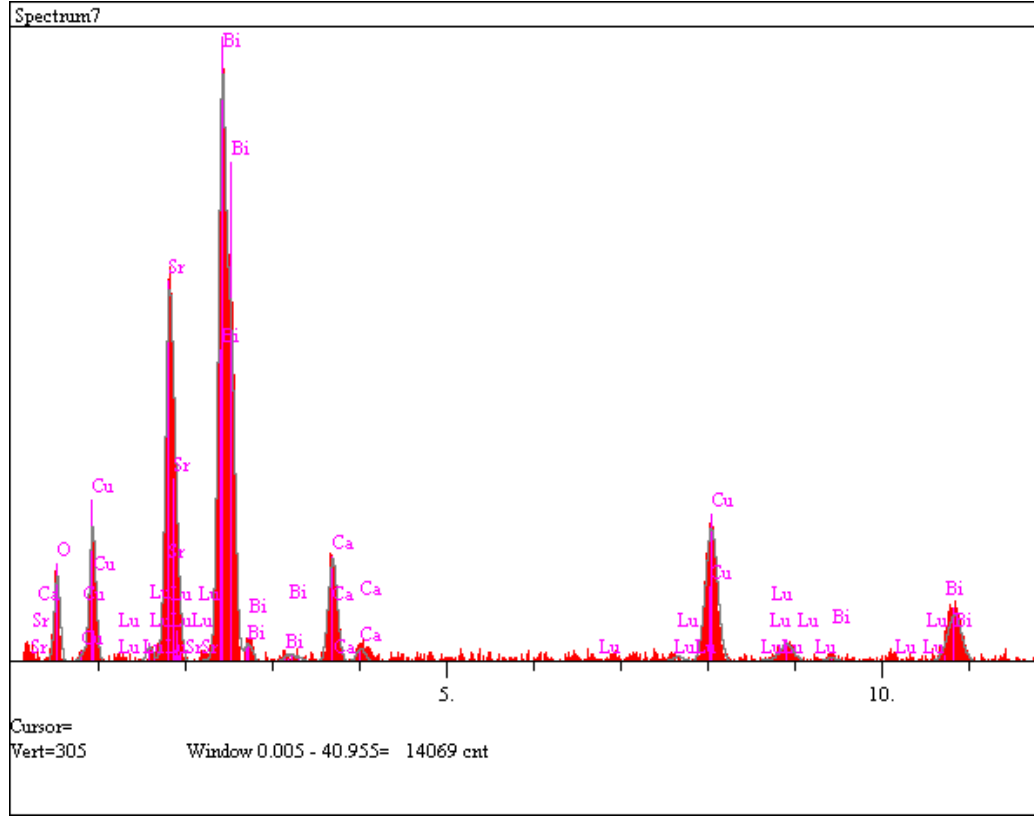
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	11.94	12.805
<i>Ca</i>	26.37	4.208
<i>Cu</i>	29.24	10.847
<i>Sr</i>	71.18	27.51
<i>Bi</i>	11.00	44.631
		100.000



Şekil 4.13 *Lu0.1* numunesine ait EDS analizi

Çizelge 4.4 *Lu0.1* numunesine ait EDS verileri

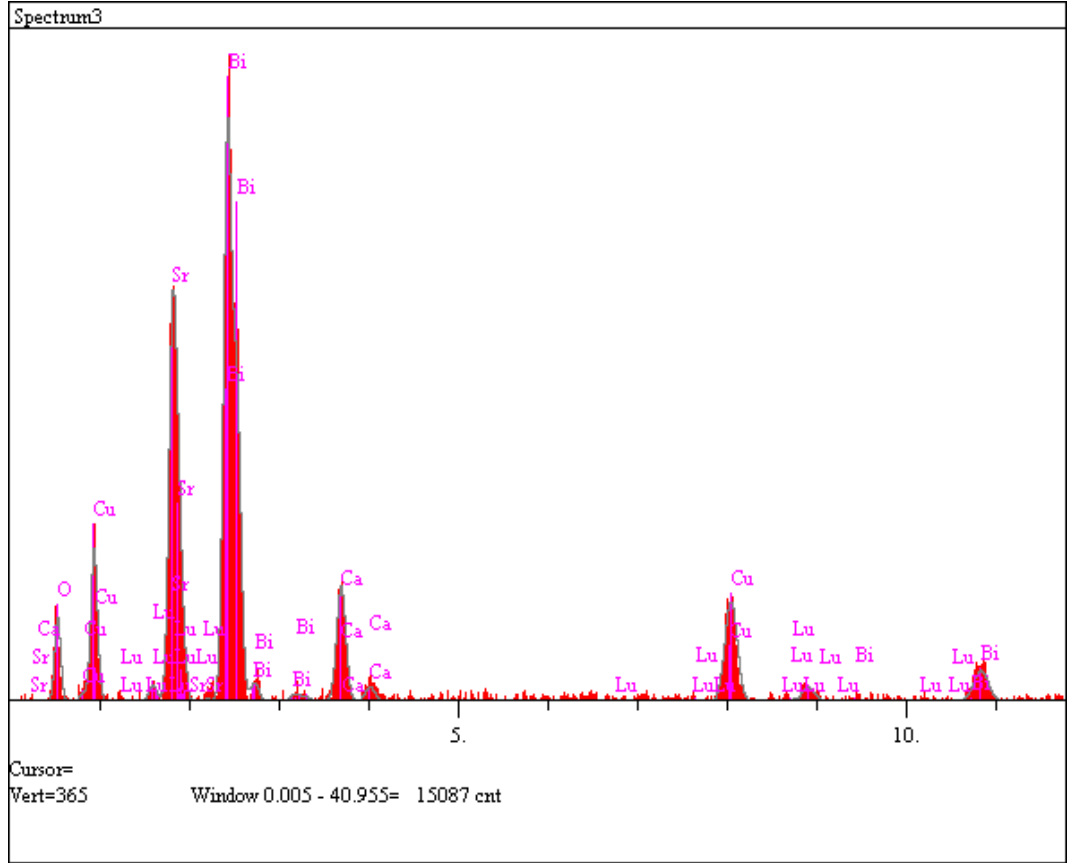
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	12.68	13.071
<i>Ca</i>	28.56	4.405
<i>Cu</i>	33.23	11.969
<i>Sr</i>	69.53	26.409
<i>Lu</i>	0.91	1.285
<i>Bi</i>	10.85	42.861
		100.000



Şekil 4.14 *Lu 0.3* numunesine ait EDS analizi

Çizelge 4.5 *Lu0.3* numunesine ait EDS verileri

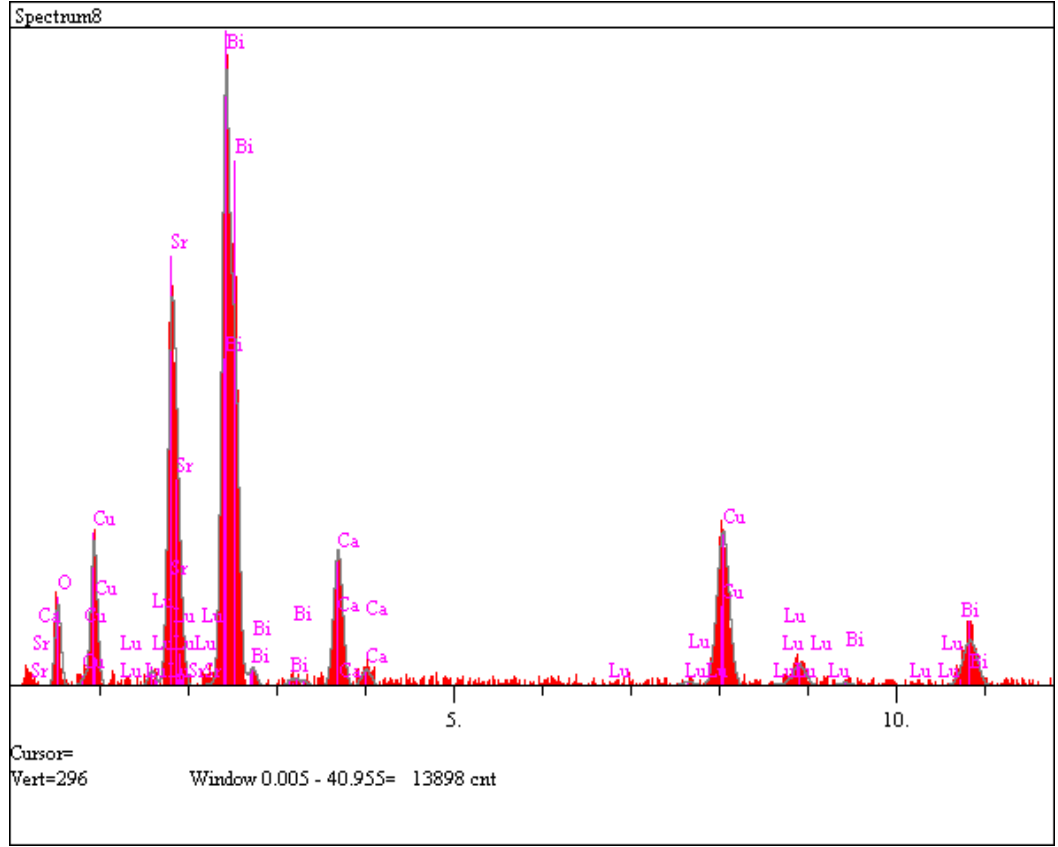
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	11.71	10.465
<i>Ca</i>	21.13	2.955
<i>Cu</i>	37.03	11.832
<i>Sr</i>	53.99	18.843
<i>Lu</i>	1.62	2.045
<i>Bi</i>	15.47	53.858
		100.000



Şekil 4.15 *Lu0.5* numunesine ait EDS analizi

Çizelge 4.6 *Lu0.5* numunesine ait EDS analizi

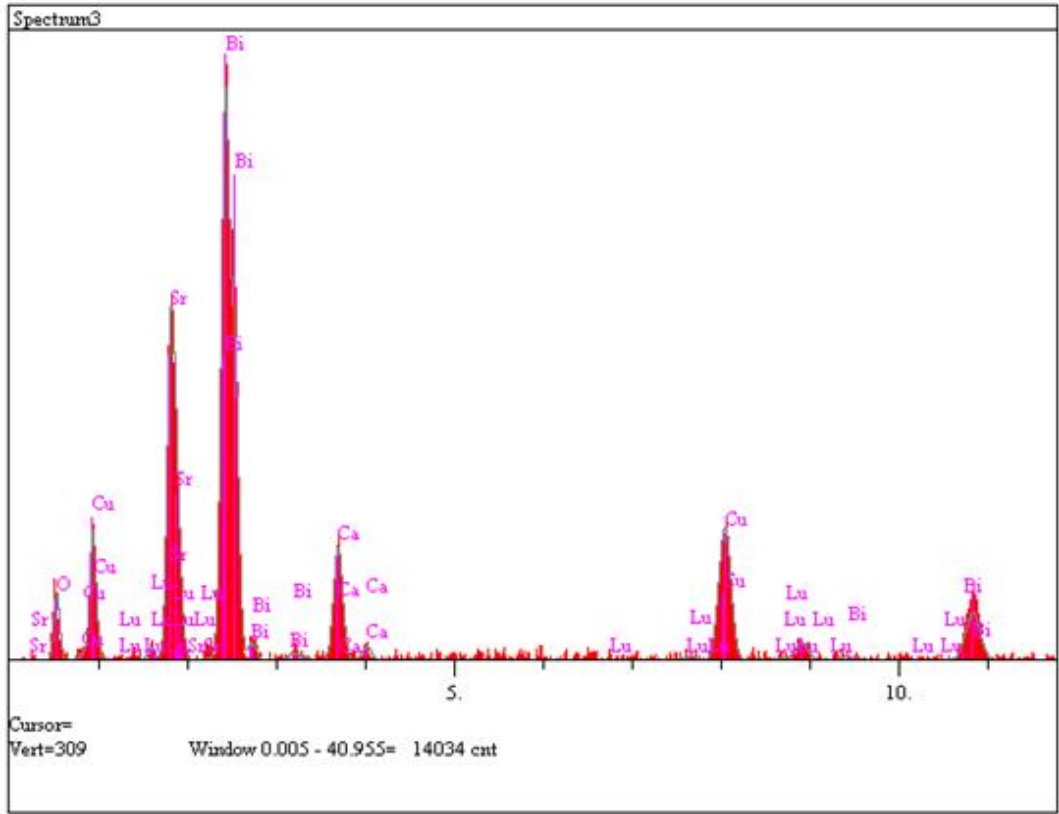
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	12.88	13.305
<i>Ca</i>	27.45	4.304
<i>Cu</i>	39.22	14.205
<i>Sr</i>	53.56	20.357
<i>Lu</i>	1.69	2.164
<i>Bi</i>	11.54	45.565
		100.000



Şekil 4.16 *Lu0.7* numunesine ait EDS analizi

Çizelge 4.7 *Lu0.7* numunesine ait EDS verileri

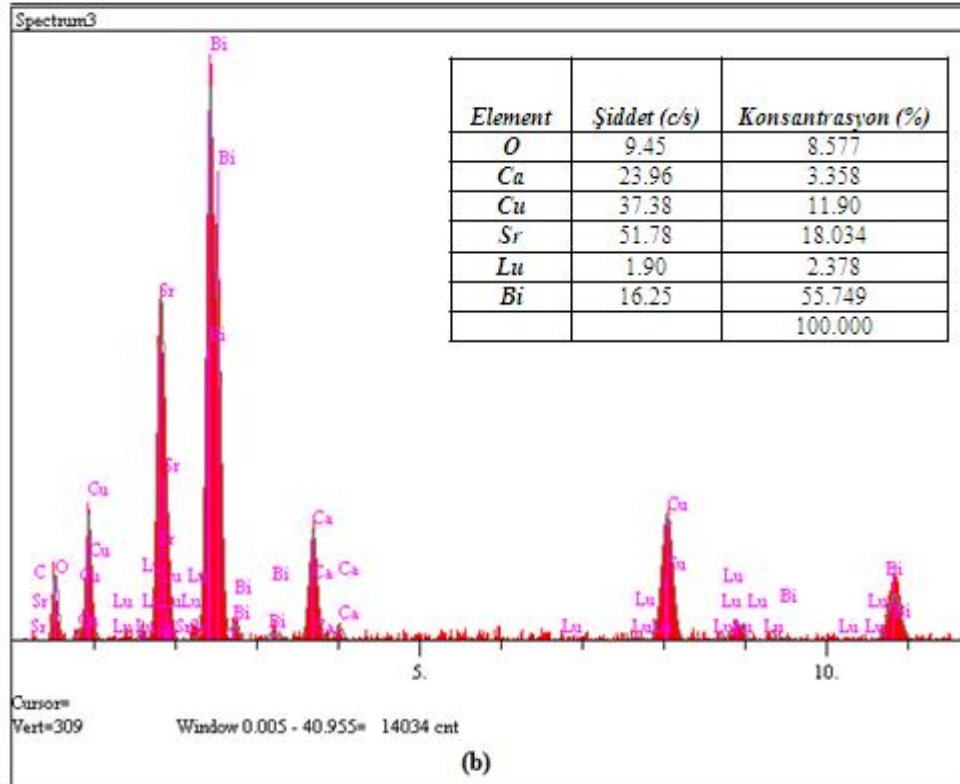
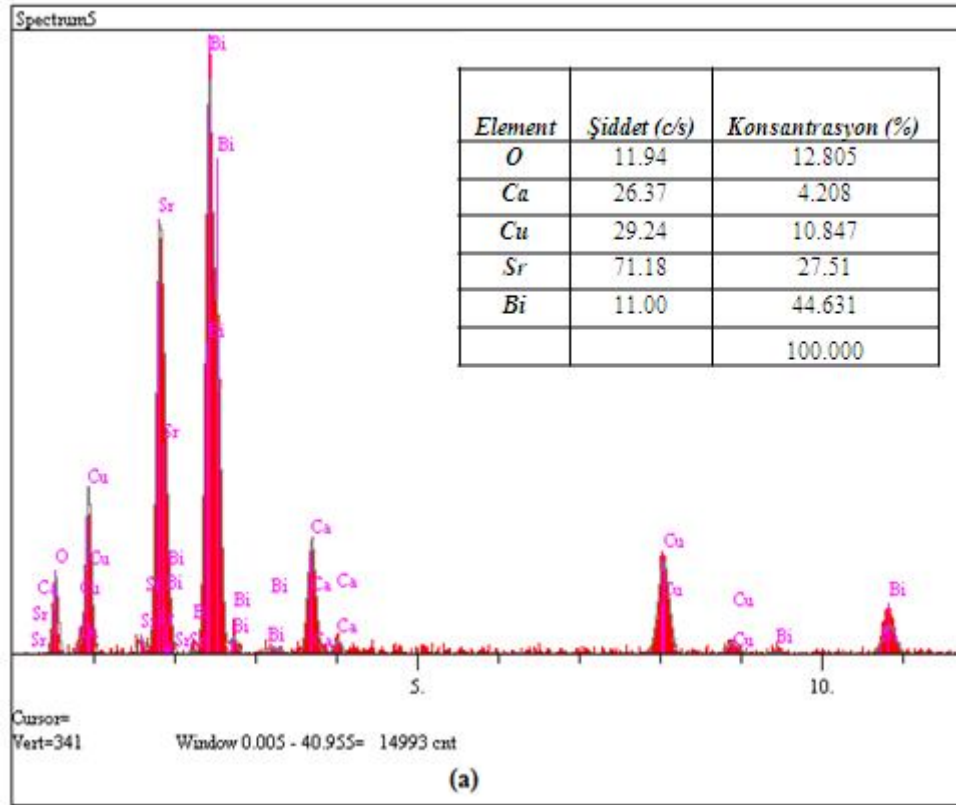
<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	10.58	9.974
<i>Ca</i>	26.12	3.793
<i>Cu</i>	40.09	13.381
<i>Sr</i>	52.78	19.252
<i>Lu</i>	1.73	2.278
<i>Bi</i>	14.19	51.322
		100.000



Şekil 4.17 *Lu1.0* numunesine ait EDS analizi

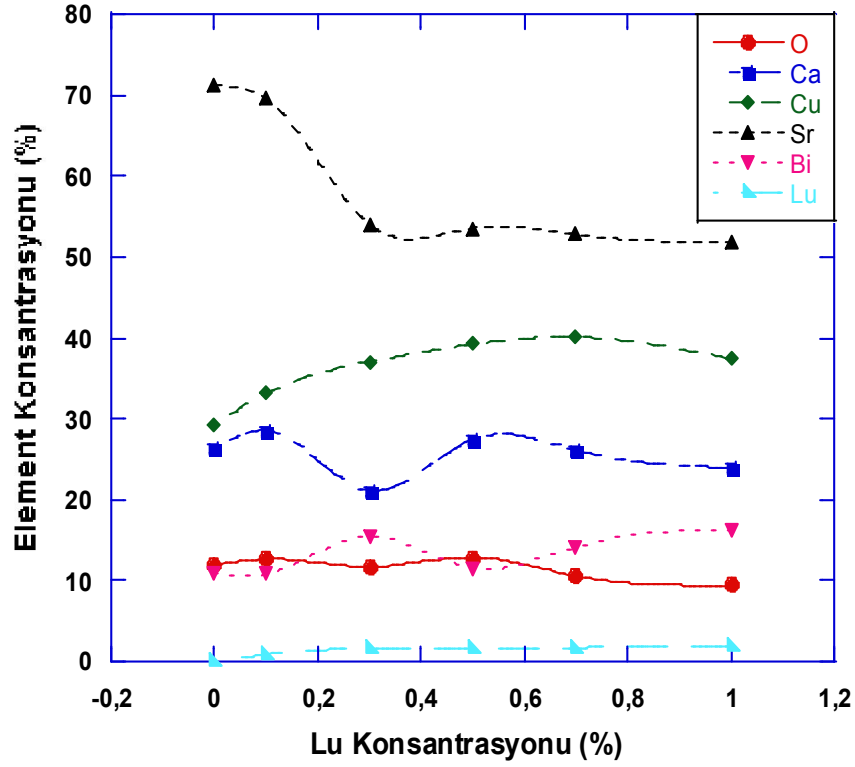
Çizelge 4.8 *Lu1.0* numunesine ait EDS verileri

<i>Element</i>	<i>Şiddet (c/s)</i>	<i>Konsantrasyon (%)</i>
<i>O</i>	9.45	8.577
<i>Ca</i>	23.96	3.358
<i>Cu</i>	37.38	11.90
<i>Sr</i>	51.78	18.034
<i>Lu</i>	1.90	2.378
<i>Bi</i>	16.25	55.749
		100.000



Şekil 4.18 a) *Lu0.0*, b) *Lu1.0* numunelerine ait karşılaştırmalı EDS analizi ve verileri

Lu0.0 numunesi ile *Lu1.0* numunesinin EDS verileri karşılaştırıldığında, Sr atomlarındaki azalmanın daha baskın olduğu gözlemlendi. Bu sonuç Şekil 4.18' de de görülmektedir.



Şekil 4.19 Lu konsantrasyonu ile element konsantrasyonu arasındaki değişim

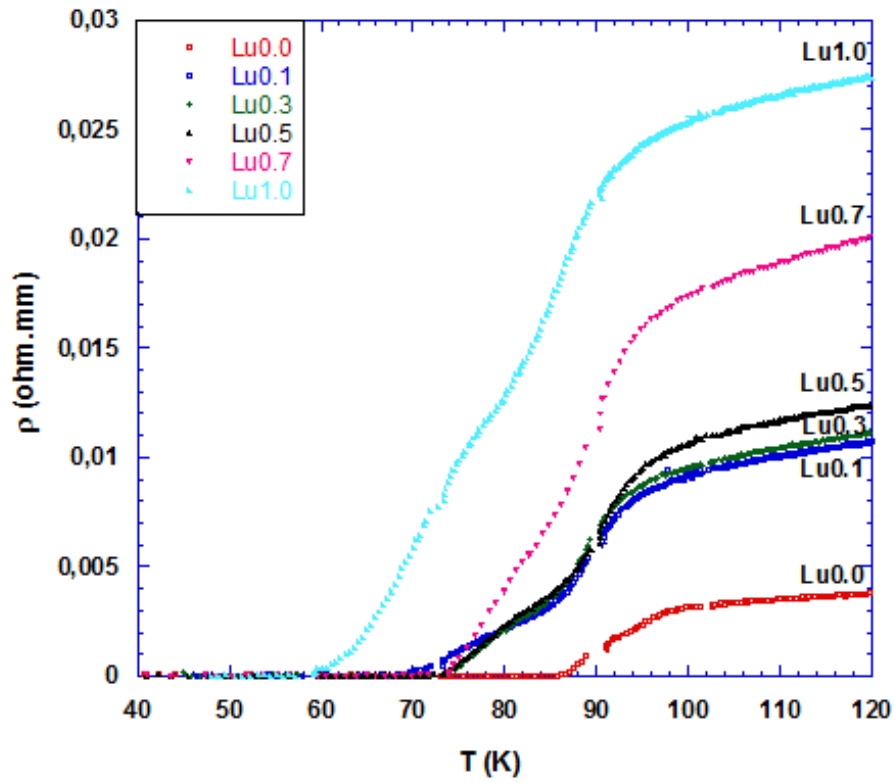
Çizelge 4.9 Numune içindeki elementlerin konsantrasyonları

Element	Şiddet (c/s)					
	<i>Lu0.0</i>	<i>Lu0.1</i>	<i>Lu0.3</i>	<i>Lu0.5</i>	<i>Lu0.7</i>	<i>Lu1.0</i>
O	11.94	12.68	11.71	12.88	10.58	9.45
Ca	26.37	28.56	21.13	27.45	26.12	23.96
Lu	-	0.910	1.62	1.69	1.73	1.90
Cu	29.24	33.23	37.03	39.22	40.09	37.38
Sr	71.18	69.53	53.99	53.56	52.78	51.78
Bi	11.00	10.85	15.47	11.54	14.19	16.25

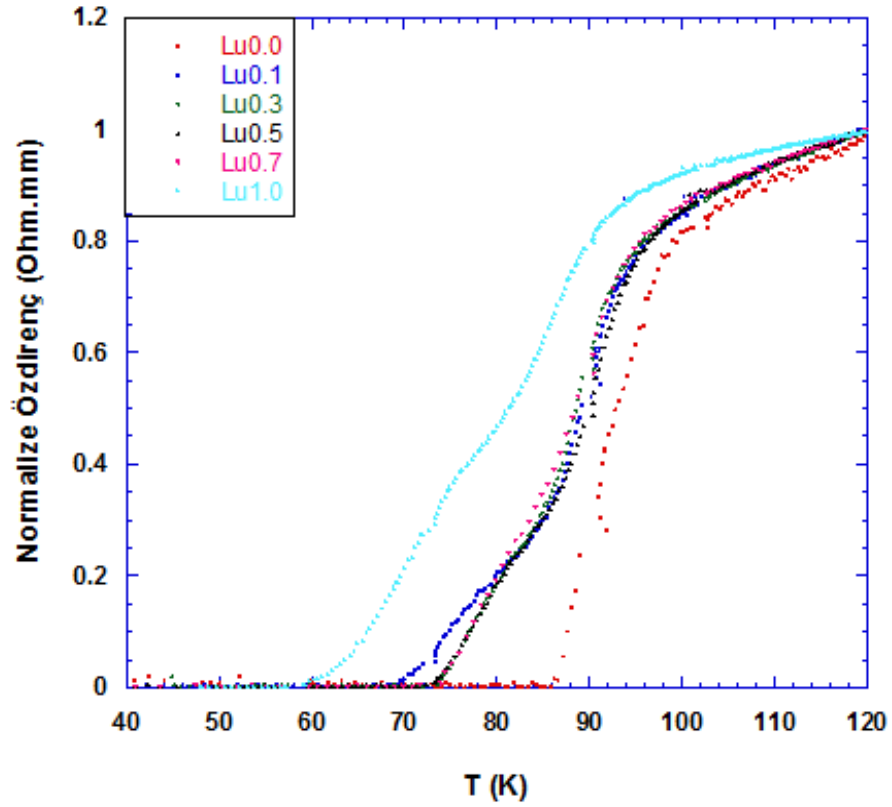
Şekil 4.19’ da *Lu* katkısıyla değişen element konsantrasyonu verilmiştir. Buradan da anlaşılacağı gibi *Lu* atomları baskın olarak *Sr* atomları ile yer değiştirmiştir (Çizelge 4.9). Bu da *Lu* atomlarının *Bi-2212* kristal yapısı içine tamamen girdiğini gösterir (Vinu vd. 2010, Sarun vd. 2010).

4.6 Özdirenç- Sıcaklık Ölçümleri

İletken gümüş boya ile standart dört nokta yöntemi kullanılarak kontak yapılan *Bi-2212* süperiletken malzemelerinin süperiletkenlik özellikleri üzerine *Lu* katkısının etkisini incelemek amacıyla, *dc* elektriksel özdirençleri sıcaklığın bir fonksiyonu olarak 50-120 K aralığında 5 mA sabit akım altında ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar Şekil 4.20’ de gösterilmiştir. Şekil 4.21’ de ise normalize özdirenç- sıcaklık grafiği verilmiştir.



Şekil 4.20 Numunelere ait özdirenç-sıcaklık grafiği



Şekil 4.21 Numunelere ait normalize özdirenç-sıcaklık grafiği

Tüm numunelerde T_c değerinin üzerinde metalik davranış gözlemlendi (Şekil 4.21). Bununla birlikte öz direncin sıfır olduğu sıcaklığın (T_c^{offset}) Lu katkısıyla değişimi de Şekil 4.22’ de gösterilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi T_c^{offset} değerleri Lu katkısının artmasıyla azalmıştır. T_c^{onset} değerleri ise $Lu0.0$, $Lu0.1$, $Lu0.3$, $Lu0.5$, $Lu0.7$ ve $Lu1.0$ numuneleri için sırasıyla 99.5 K, 97 K, 96 K, 94 K, 94 K ve 93 K olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.10). Bu sonuçlar baz alınarak, Lu katkısının artmasıyla T_c^{onset} değerinin azaldığı söylenebilir. Bu azalma ise $Bi-2201$ fazının artmasıyla ilişkilendirilebilir. Çizelge 4.10’ dan da görüldüğü gibi ΔT_c değeri ise katkı ile artmıştır (Sarun vd. 2010, Chakraborty vd. 2010, Sarun vd. 2009b). Katkısız numune için bu değer 14.5 K iken $Lu1.0$ katkılı numunede 33 K olarak bulunmuştur.

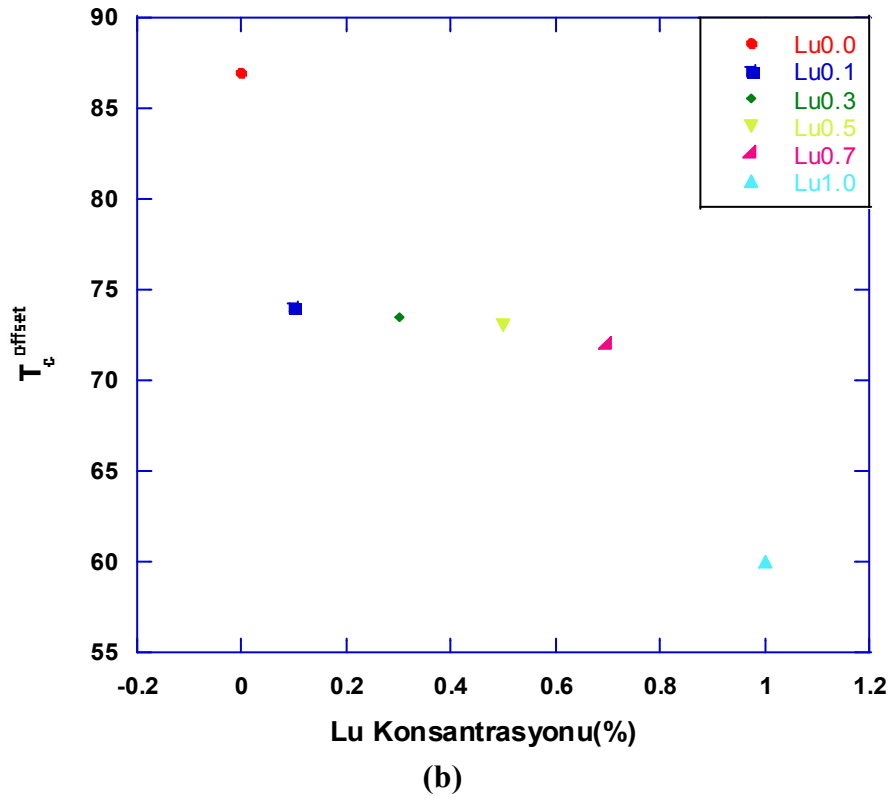
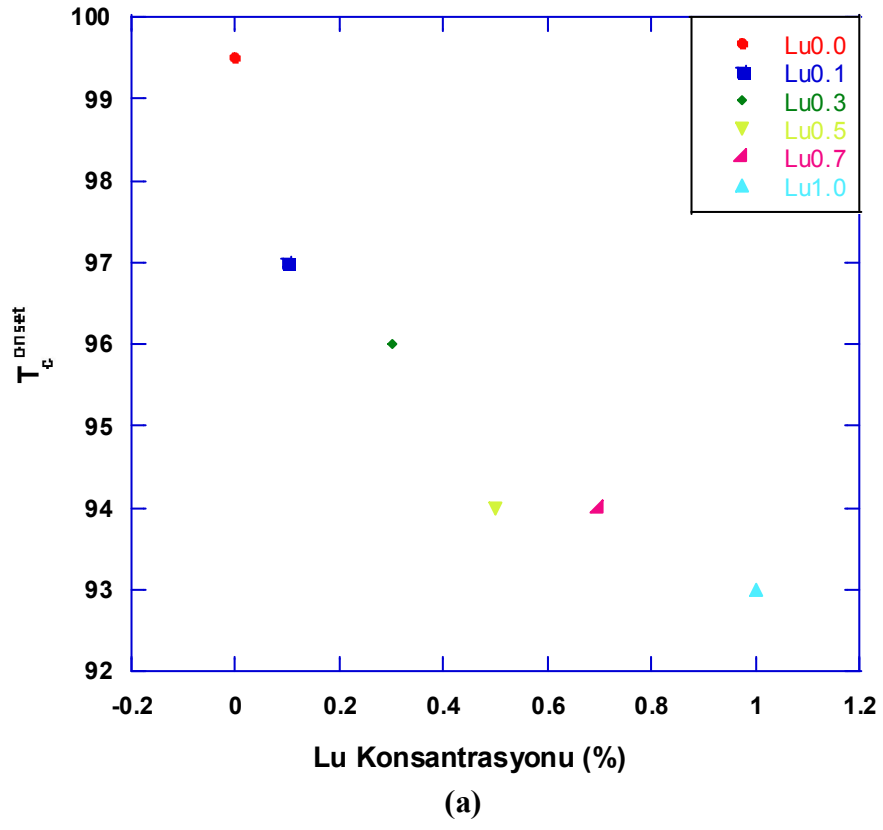
Şekil 4.20 incelendiğinde ikili geçişin (double step) olduğu görülmektedir. Ayrıca, ikili geçiş numunedeki zayıf bağların bir belirtisidir (Yılmazlar vd. 2006).

Çizelge 4.10 Numunelere ait T_c^{onset} , T_c^{offset} ve ΔT_c değerleri

<i>Numune</i>	T_c^{onset} (K)	T_c^{offset} (K)	ΔT_c (K)	<i>Oda Sıcaklığı Özdirenci ρ ($\Omega.mm$)</i>
<i>Lu0.0</i>	99.5	85	14.5	0.005
<i>Lu0.1</i>	97	74	23	0.015
<i>Lu0.3</i>	96	73.5	22.5	0.016
<i>Lu0.5</i>	94	73	21	0.018
<i>Lu0.7</i>	94	72	22	0.033
<i>Lu1.0</i>	93	60	33	0.042

Yapılan hesaplamalar sonucunda katkı ile özdirencin arttığı görüldü. *Lu* katkısının artmasıyla özdirencin artması, süperiletkenler arasındaki zayıf bağların ve safsızlık fazlarının varlığından kaynaklanabilir (Ozturk vd. 2011). Sonuç olarak, numunelerin T_c değerleri *Lu* katkısının artmasıyla önemli ölçüde azaldı. Oda sıcaklığı özdirenci ise Çizelge 4.10’ dan da görüldüğü gibi katkı ile arttı. *Lu* katkısı ile tanecikler küçüldü ve böylece temas noktaları artan tanecikler özdirenci artırdı.

Lu konsantrasyonunu T_c^{onset} ve T_c^{offset} karşı çizilen grafikleri Şekil 4.22’ de verilmiştir. Şekil 4.22 incelendiğinde *Lu* katkısı arttıkça, hem T_c^{onset} hem de T_c^{offset} değerinin azaldığı görüldü. Bu azalma *Bi-2201* fazındaki artıştan kaynaklanabilir. Ayrıca, süperiletken tanecikler arasındaki bağlantının zayıflaması ve safsızlık atomlarının artmasında bunda etkili olmuştur.



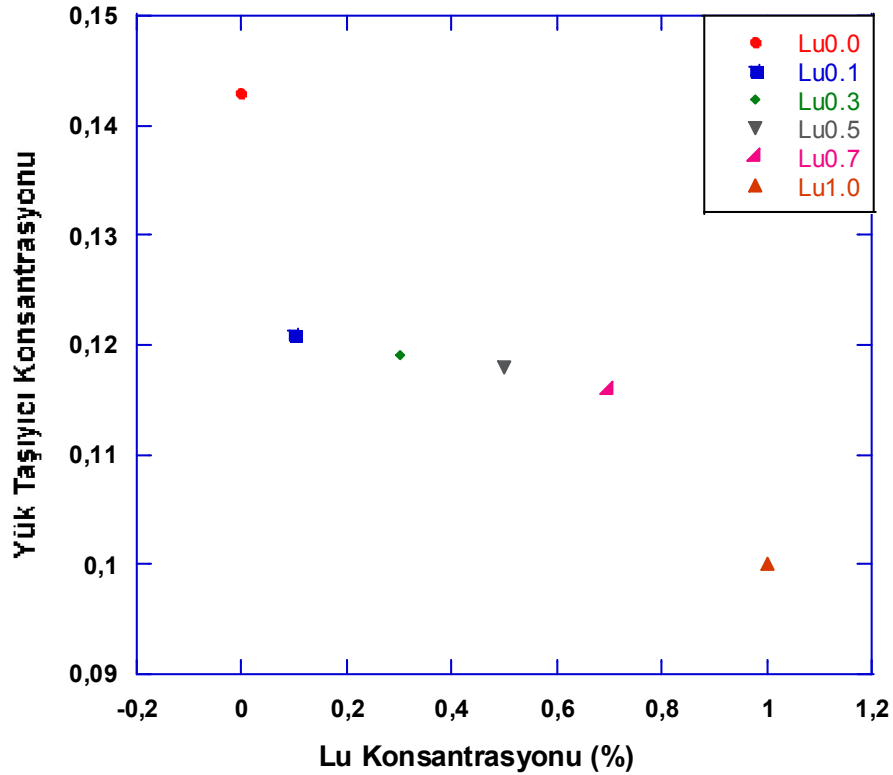
Şekil 4.22 Numunelere ait a) T_c^{onset} -Lu konsantrasyonu (%) ve b) T_c^{offset} -L konsantrasyonu (%) değişimi

4.7 Taşıyıcı Konsantrasyonun Hesaplanması

+3 değerlikli nadir toprak elementleri +2 değerlikli *Ca* veya *Sr* grupları ile yer değiştirdiğinde ortama 1 elektron sağlanır. Ortamdaki extra elektron, boşlukları doldurur. Boşlukların doldurulmasıyla da taşıyıcı konsantrasyonu azalır. Taşıyıcı konsantrasyonu ile sıcaklık arasındaki bağıntı kullanılarak her bir numune için taşıyıcı konsantrasyonu hesaplandı (Aksan vd. 2004). Yapılan hesaplamalar sonucu, *Lu* katkısının artması ile değişen taşıyıcı konsantrasyonları Çizelgede 4.11’ de verilmiştir. Şekil 4.23’den de görüldüğü gibi *Lu* katkısının artması ile yük taşıyıcı konsantrasyonu azalmıştır.

$$\frac{T_c}{T_c^{max}} = 1 - 82.6 (p - 0.16)^2 \quad (4.4)$$

Eşitlik 4.4’ de p ; yük taşıyıcı konsantrasyonu, T_c ; direncin sıfır olduğu sıcaklık, T_c^{max} *Bi-2212* için maksimum sıcaklık değeridir. *Bi-2212* için maksimum sıcaklık değeri 85 K’ dir (Uzun vd. 2005, Kocabaş vd. 2009).



Şekil 4.23 Yük taşıyıcı konsantrasyonun *Lu* konsantrasyonu (%) ile değişimi

Çizelge 4.11 Numunelere ait yük taşıyıcı konsantrasyonu değerleri

<i>Numuneler</i>	<i>Yük Taşıyıcı Konsantrasyonu (p)</i>
<i>Lu0.0</i>	0.143
<i>Lu0.1</i>	0.121
<i>Lu0.3</i>	0.119
<i>Lu0.5</i>	0.118
<i>Lu0.7</i>	0.116
<i>Lu1.0</i>	0.100

Sisteme Lu^{+3} katkılanmasıyla yük taşıyıcı konsantrasyonunda bir azalma meydana gelmiştir. Taşıyıcı konsantrasyonunun optimum değeri, katkısız örnekte görülmektedir. Bu değişim sonucunda bakırın valans değeri de ayarlanmaktadır. Lu^{+3} iyonlarının ağırlıklı olarak Sr^{+2} iyonlarının yerine geçtiği düşünülürse sisteme ekstra elektron sağlanmaktadır. Bu yüzden de $Cu-O_2$ düzlemindeki taşıyıcı konsantrasyonu azalır. Taşıyıcı yük konsantrasyonundaki bu değişim sistemi “aşırı katkılama” durumundan “uygun katkılama” durumuna dönüşür (Sarun vd. 2008, Vinu vd. 2009b, Biju vd. 2007b). Bu durum, düşük sıcaklık fazından çok düşük sıcaklık fazına doğru bir geçişe neden olmuştur. Bu faz geçişi, $\rho-T$ ölçümlerinden de görüldüğü gibi T_c^{offset} değerlerinin azalmasına da sebep olmuştur.

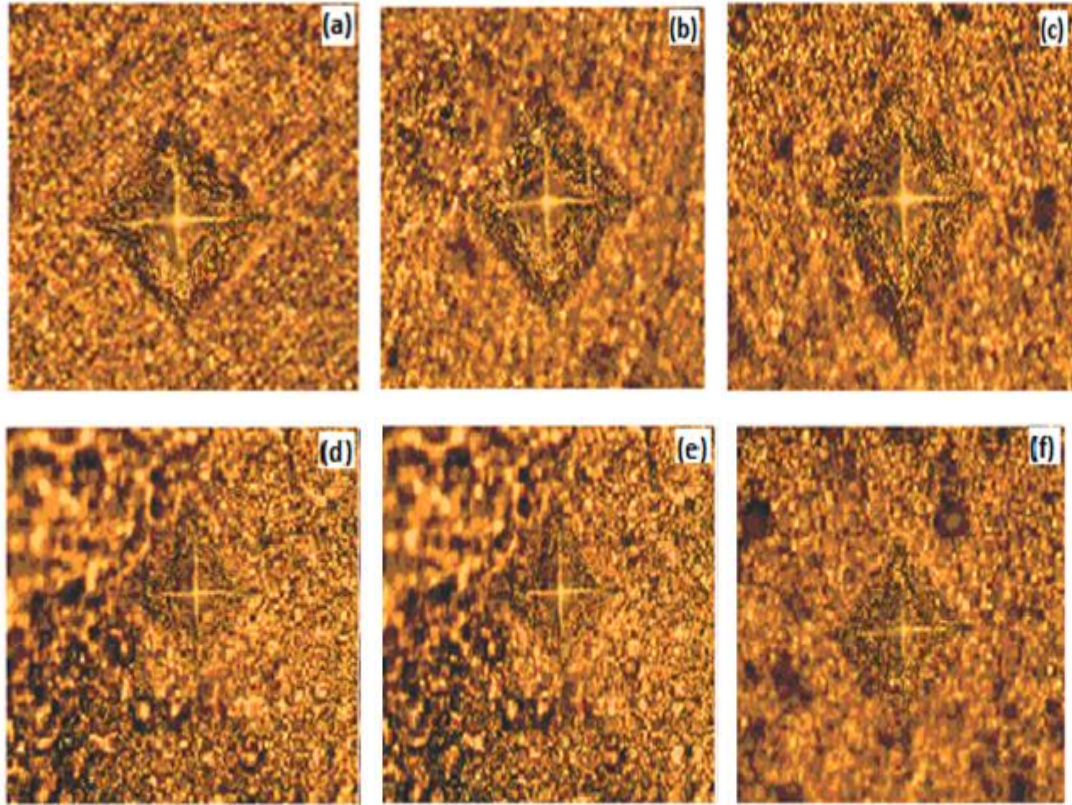
4.8 Mekanik Özellikler

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerinin teknolojiye başarılı bir şekilde kullanılabilmesi için mekanik özellikler bakımından incelenmesi önemlidir. Çünkü malzemenin teknolojinin hangi alanlarında kullanılmasının daha uygun olacağı hakkında bilgiyi bize mekanik özellikleri verir.

Sertlik mekaniksel bir parametredir ve katıların bileşimi ve yapısı ile son derece ilgilidir. Bu yüzden bir maddeyi mekanik özellikleri açısından karakterize etmede mikrosertlik deneylerinin önemi gitgide artmaktadır (Uzun vd. 2005).

$Lu0.0$, $Lu0.1$, $Lu0.3$, $Lu0.5$, $Lu0.7$ ve $Lu1.0$ şeklinde adlandırılan Lu katkılı numunelerin mikrosertliği oda sıcaklığında dijital mikrosertlik cihazı ile yapıldı.

Numunelerin sertliğinde kıyaslamalar yapabilmek için, numunelere 0.245 N , 0.490 N , 0.980 N , 1.960 N ve 2.940 N luk yükler uygulandı. Bu işlem için çentici uç numunelerin farklı yüzeyleri üzerine 10 s süre ile bastırıldı ve numunelerin optik iz fotoğrafları çekildi Her bir yük için en az 5' er kez ölçüm alınıp ardından sertlik değerlerinin ortalaması alındı. Şekil 4.24' de numunelere ait 2.940 N luk yük altındaki optik iz fotoğrafları verilmiştir.



Şekil 4.24 a) $Lu0.0$, b) $Lu0.1$, c) $Lu0.3$, d) $Lu0.5$, e) $Lu0.7$ ve f) $Lu1.0$ numunelerinin 2.940 N altındaki optik iz fotoğrafları

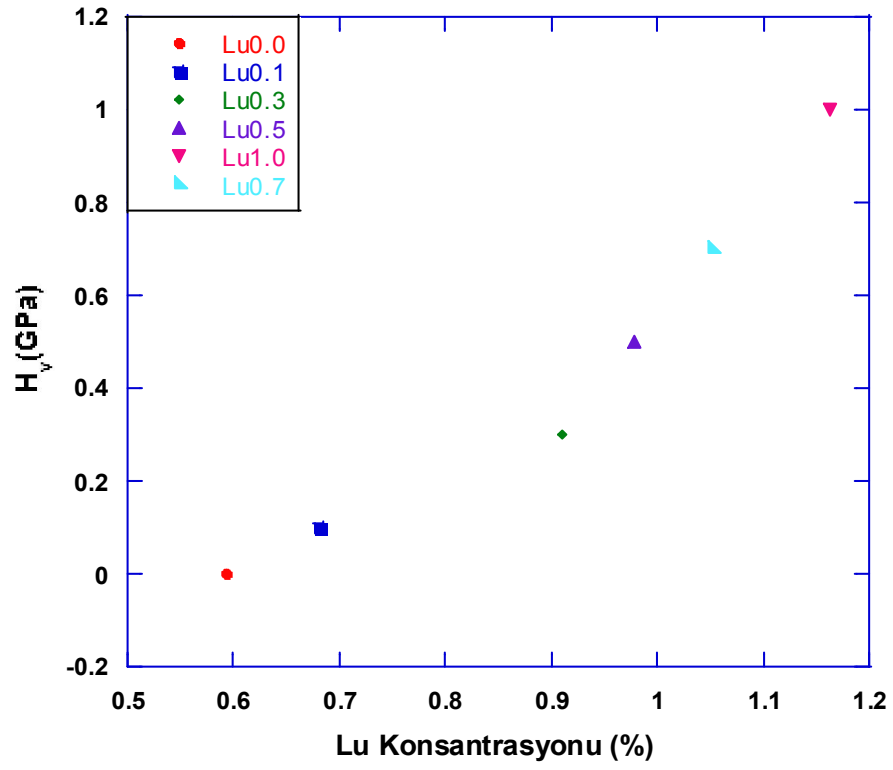
Lu katkılı numunelerin optik iz fotoğraflarından köşegen uzunlukları ölçüldü. Ardından denklem (3.2), (3.3), (3.4) ve (3.5) kullanılarak numunelerin farklı yük altındaki Vickers mikrosertlik, elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri hesaplanıp Çizelge 4.12' de verildi.

Çizelge 4.12' den de görüldüğü gibi, farklı sitokiyometrik oranlarda katkılanan Lu miktarına bakılmaksızın, bütün numunelerin mikrosertlik değerlerinin, uygulanan çentici yüke bağlı olduğu açıktır (*Çentik Büyüklüğü Etkisi, ÇBE*).

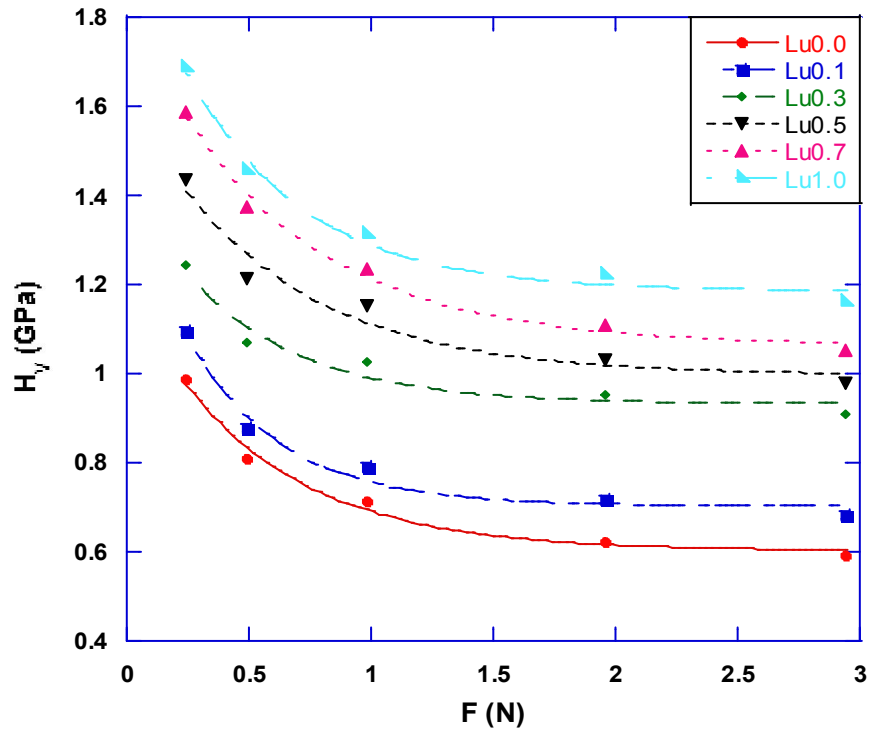
Çizelge 4.12 Numunelere uygulanan yüke bağlı olarak hesaplanan H_v , E , Y ve K_{Ic} değerleri

<i>Numune</i>	<i>F (N)</i>	<i>H_v(GPa)</i>	<i>E(GPa)</i>	<i>Y(GPa)</i>	<i>K_{Ic}(Pam^{-1/2})</i>
<i>Lu0.0</i>	0.245	0.986	80.81	0.328	955.62
	0.490	0.810	66.39	0.270	881.34
	0.980	0.715	58.60	0.238	813.76
	1.960	0.622	50.98	0.207	759.00
	2.940	0.593	48.60	0.197	741.09
<i>Lu0.1</i>	0.245	1.094	89.66	0.364	1024.26
	0.490	0.878	71.96	0.292	917.58
	0.980	0.790	64.75	0.263	870.39
	1.960	0.717	58.76	0.239	829.20
	2.940	0.681	55.81	0.227	808.12
<i>Lu0.3</i>	0.245	1.242	101.79	0.414	952.91
	0.490	1.068	87.53	0.356	883.64
	0.980	1.027	84.17	0.342	866.51
	1.960	0.951	77.94	0.317	833.83
	2.940	0.910	74.58	0.303	815.66
<i>Lu0.5</i>	0.245	1.433	117.45	0.477	1104.05
	0.490	1.213	99.42	0.404	966.72
	0.980	1.154	74.58	0.384	942.92
	1.960	1.032	84.58	0.344	891.68
	2.940	0.979	80.24	0.326	868.48
<i>Lu0.7</i>	0.245	1.587	130.07	0.529	1274.07
	0.490	1.374	112.61	0.458	1185.48
	0.980	1.235	101.22	0.411	1123.93
	1.960	1.110	90.97	0.370	1065.55
	2.940	1.052	86.22	0.350	1037.34
<i>Lu1.0</i>	0.245	1.687	138.27	0.562	1342.77
	0.490	1.455	119.25	0.485	1247.00
	0.980	1.312	107.53	0.437	1184.14
	1.960	1.220	99.99	0.406	1141.87
	2.940	1.163	95.32	0.387	1114.90

Şekil 4.25a’da Lu konsantrasyonunun sertliğe karşı, Şekil 4.25b’ de ise uygulanan yükün sertliğe karşı çizilen grafikler verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 4.25 a) H_v - Lu konsantrasyonu (%) karşı grafiği, b) Numunelerin statik mikrosertliğinin uygulanan yüke bağlı olarak değişimi

Şekil 4.25a' ya göre, Lu katkısının artmasıyla mikrosertlik değerinin arttığı görülmektedir. Bunun nedeni ise Lu atomlarının süperiletken taneler arası boşluklarını doldurup, bağ kuvvetlerini artırmasıdır.

Şekil 4.25b, numunelere uygulanan kuvvetin bir fonksiyonu olarak, Vickers mikrosertlik değerinin değişimini göstermektedir. Uygulanan yükün artmasıyla mikrosertlik değerinin kendi içinde azaldığı, fakat Lu katkısı arttıkça arttığı gözlemlendi. Her bir numunedeki mikrosertlik değerlerinin yaklaşık $2N$ civarında platoya (doyum bölgesine) ulaştığı görülmektedir. Yani, küçük çentici yüklerde sadece yüzey tabakası etkilendir ve bu yüklerde yüzeydeki etki daha belirgindir. Fakat girme derinliği artarsa, yüzeydeki izin derinliği artar ve bir süre sonra sertlik doyum bölgesine ulaşır ve böylece sertlik değerinde bir değişim olmaz (Kölemen vd. 2006a). Bu sonucun literatürde CBE davranışı gösteren BSCCO numuneleri ile uyum içinde olduğu gözlemlendi (Şahin vd. 2007, Yılmazlar vd. 2006, Ze-wen vd. 2009, Gong vd. 1999a, Gong vd. 1999b, Kölemen vd. 2006a, Şahin vd. 2008b).

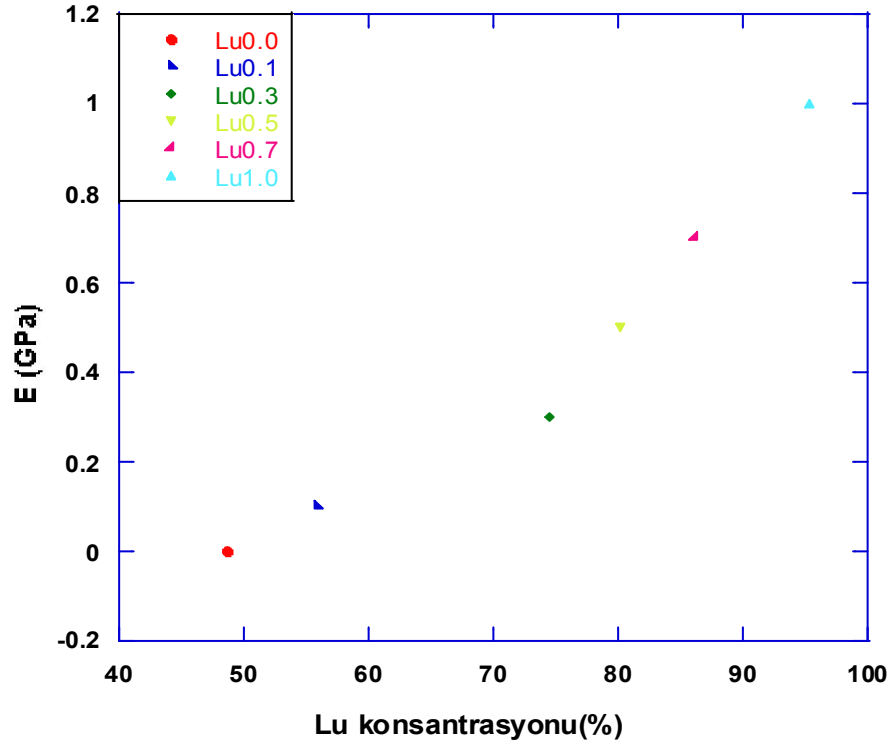
Sertlik, uygulanan yükün azalmasıyla artar. Bu davranış; daha küçük çentici yüklerde daha büyük sertlik değeri, daha büyük çentici yüklerde daha küçük sertlik değeri gösterir. Bu gözlem, seramik süperiletkenlerinin tanecik sınırlarının zayıf olmasıyla ilgilidir (Khalil 2001).

Şekil 4.26a ve 4.26b' de elastik modülünün sırasıyla, Lu konsantrasyonuna karşı ve uygulanan yüke karşı çizilen grafiği verilmiştir.

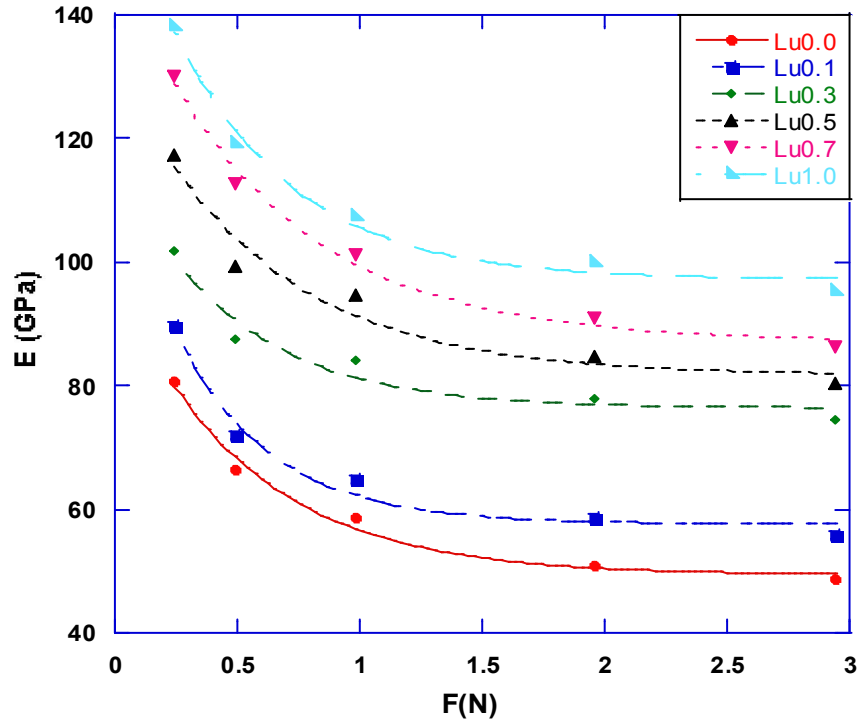
Şekil 4.26a' dan görüldüğü gibi elastik modülü Lu katkısının artmasıyla artmıştır (Çizelge 4.12). Bu konuyla ilgili literatür incelendiğinde, yapılan çalışmalarda benzer sonuçlara rastlanmıştır (Güçlü 2007, Şahin vd. 2008a).

Şekil 4.26b incelendiğinde, aynı mikrosertlik değeri gibi elastik modülü değerinin de lineer bir davranış sergilemediği, aksine yüke bağlı olduğu gözlemlenmiştir. Elastik modülü uygulanan yükün artmasıyla azalmıştır. Bu davranış, mikrosertliğin artması ve çatlakların oluşumundan dolayıdır (Öztürk 2007). Literatürde, çeşitli malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda elastik modülü ve sertlik değerinin benzer davranış

sergilediği görülmüştür (Öztürk 2007, Uzun vd. 2005, Kölemen vd. 2006b, Güçlü vd. 2007).



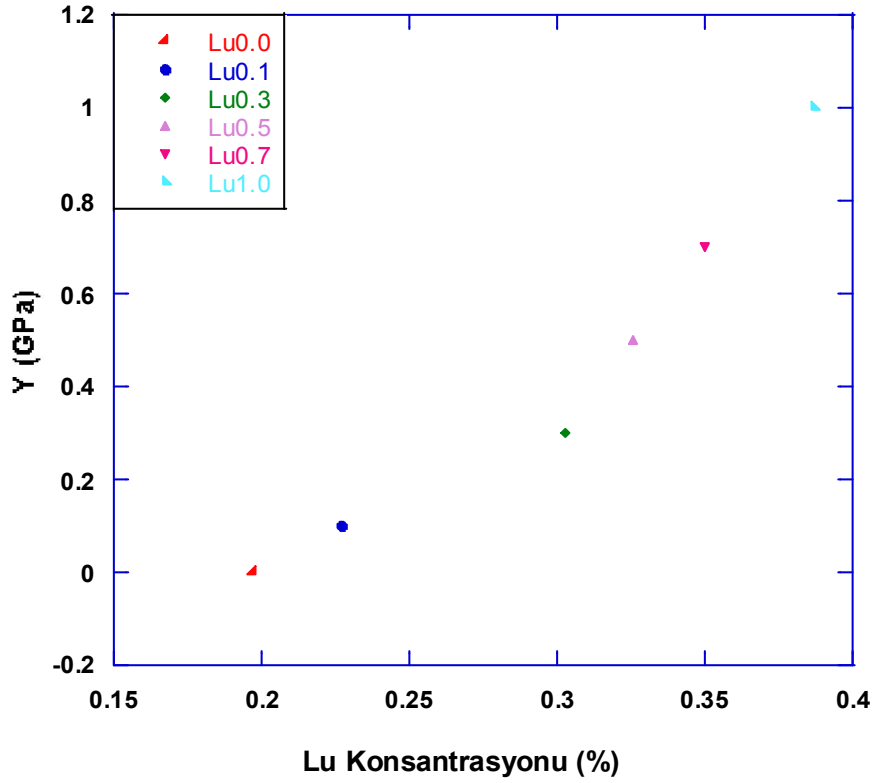
(a)



(b)

Şekil 4.26 Numunelere ait **a)** E -Lu konsantrasyonu (%), **b)** E - F (N) değişimi

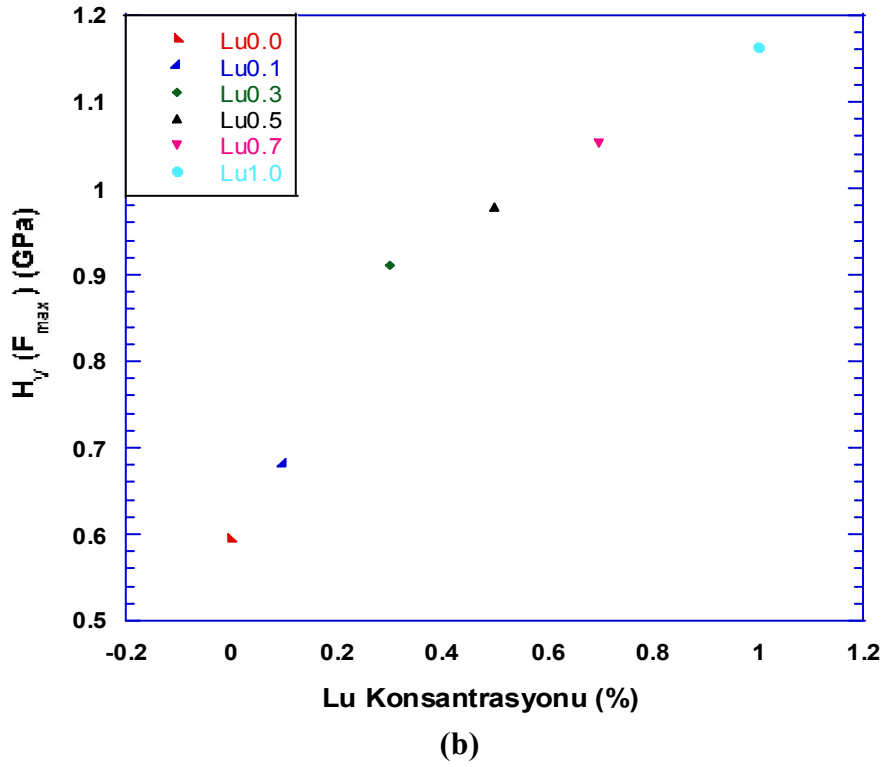
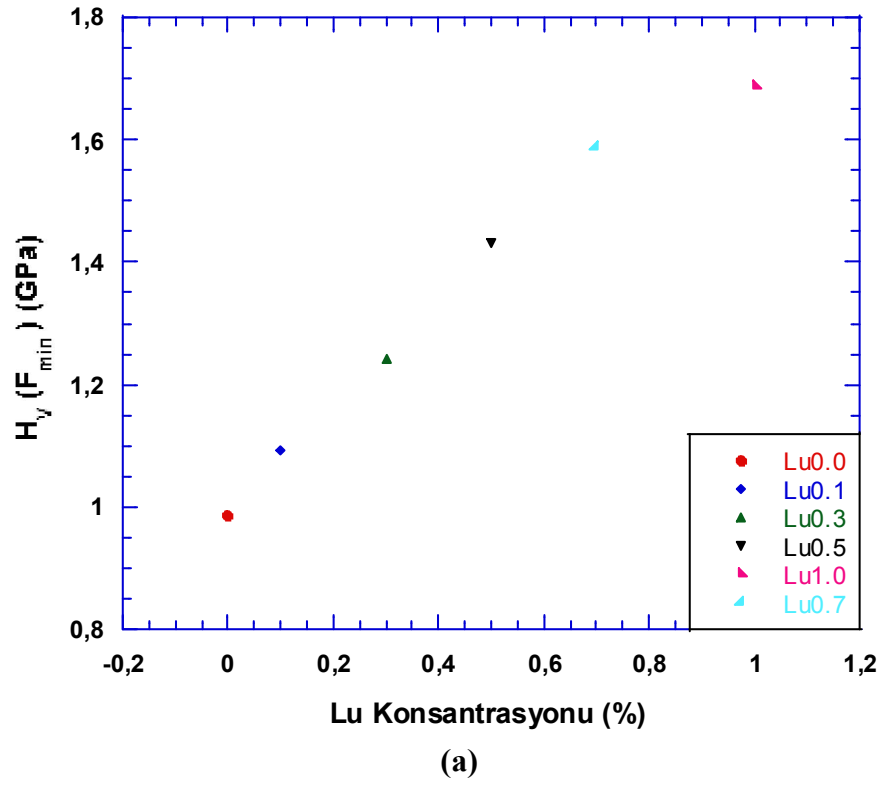
Kırılma dayanımı değerleri de elastik modülü ve gerilme (Şekil 4.27) değerleri gibi katkı artıkcı artmıştır. Ayrıca, K_{ic} değerinin ortalama yüzey enerjisindeki artışa da bağlı olduğu gözlenmiştir (Yılmazlar vd. 2006, Öztürk vd. 2007).



Şekil 4.27 Y-Lu konsantrasyonu (%) grafiği

Gerilme değerinde de Şekil 4.27' de görüldüğü gibi katkı ile bir artış gözlenmiştir. Gerilme, H_v sertlik değerine bağlı olduğu için bu beklenen bir sonuçtur. Çünkü malzemenin sertliğindeki artış tanecikler arası bağları daha da kuvvetlendirir ve malzeme daha gergin olur.

Şekil 4.28 (a) ve (b)' de Lu konsantrasyonuna karşı F_{max} (2.940 N) ve F_{min} yük (0.245 N) değerlerini göstermektedir. Hem maksimum hem de minumum yük altında Lu konsantrasyonunun artmasıyla mikrosertlik değerinin arttığı gözlenmiştir. Bu sonuca göre, bundan önceki bölümlerde de söylediğimiz gibi, Lu katkısının malzemenin sertliğini artırdığını söyleyebiliriz.



Şekil 4.28 Numunelere ait a) F_{min} yüke karşı sertlik değerinin Lu konsantrasyonuna (%) karşı, b) F_{max} yüke karşı sertlik değerinin Lu konsantrasyonuna (%) karşı değişimi

Mikrosertliğin yüke bağlı olarak değişiyor olması, plato bölgesine geldikten sonraki (1.960 N-2.940 N) gerçek mikrosertliğinin ne olması gerektiği sorusunu ortaya çıkarmaktadır. Literatürde ÇBE davranışlarının açıklanmasına ilişkin farklı modeller sunulmuştur. Bu bölümde, Meyer Kanunu, Hays-Kendall Yaklaşımı, Orantılı Numune Direnci (*PSR*) Modeli, Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci (*MPSR*) Modeli ve Elastik/Plastik Deformasyon (*EPD*) Modeli kullanılarak sertliğe ilişkin karşılaştırmalar yapılacaktır. Aşağıda bu modellerle ilgili incelemeler verilmiştir.

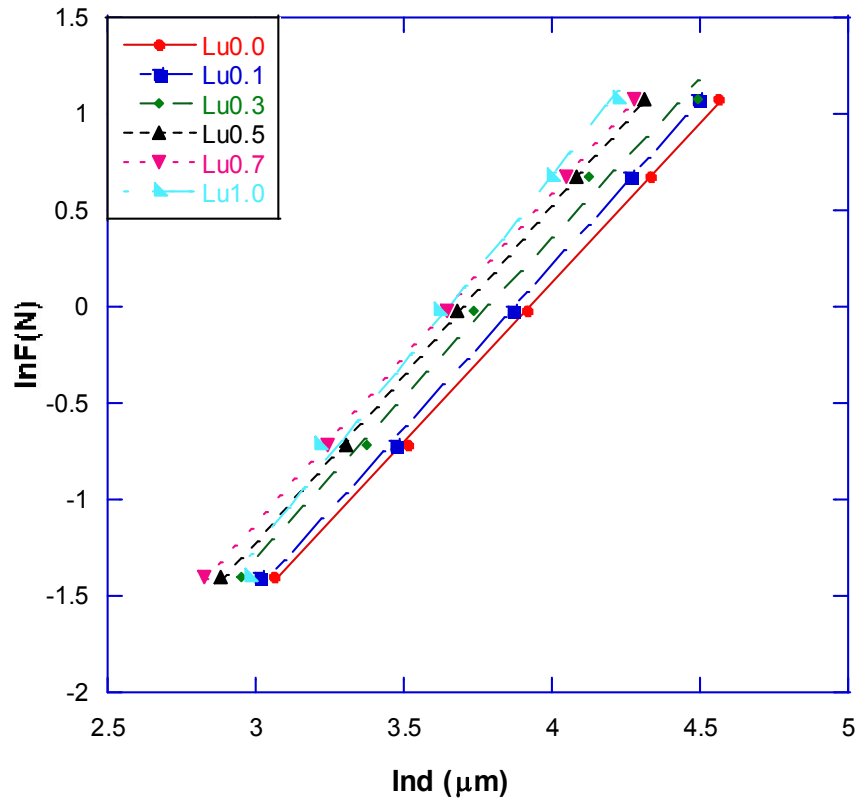
4.8.1 Meyer Kanununa Göre Analiz

ÇBE davranışının açıklanmasında yaygın olarak kullanılan yöntemlerden birisi de Meyer kanunudur. Bu kanun çentme yükü F ve girme derinliği d arasındaki ilişkiyi veren basit bir deneysel ifade olup,

$$F = Ad^n \quad (4.5)$$

bağıntısıyla verilmektedir. n , Meyer üssüdür ve deneysel verilere fit edilen eğrilerden elde edilir. Meyer üssü olarak bilinen n , ÇBE davranışının bir ölçüsü olarak değerlendirilir. n değerinin 2'den büyük olması durumunda ÇBE davranışı gözlenmez (Quinn vd. 1997, Çetinkara vd. 2009, Nursoy vd. 2008).

Şekil 4.29' daki grafiğin eğimi n_k , düşey eksen kestiği nokta ise A_{Ik} değerini verir. İncelenen numuneler için Meyer üssü değerinin 2'den küçük çıkması, yüke bağlı yer değiştirme karakterinin ÇBE davranışı şeklinde olduğunu, 2'den büyük çıkması ise sertliğin uygulanan yükle arttığını yani numunenin Ters Çentik Büyüklüğü Etkisi (*TÇBE*) davranışı gösterdiğini doğrulamaktadır. Bu veriler Çizelge 4.13'de özetlenmiştir. *InF-Ind* grafiğinin eğiminden bulunan n değeri tüm numuneler için 2' den küçük çıkmıştır. Bu sonuçlara göre katkılı ve katkısız numunelerde ÇBE davranışı gözlenmiştir.



Şekil 4.29 Numunelerin Meyer Kanununa göre $\ln F$ - $\ln d$ grafiği

Çizelge 4.13 Meyer kanununa göre elde edilen n_k , $\ln A_{1k}$ ve linerlikten sapma katsayısı (LRC) değerleri

Numune	Eğim n_k	$\ln A_{1k}$ (GPa)	LRC
<i>Lu0.0</i>	1.660	-6.520	0.9998
<i>Lu0.1</i>	1.689	-6.534	0.9994
<i>Lu0.3</i>	1.656	-6.265	0.9968
<i>Lu0.5</i>	1.743	-6.447	0.9997
<i>Lu0.7</i>	1.717	-6.276	0.9999
<i>Lu1.0</i>	1.931	-7.046	0.9963

4.8.2 PSR modeline göre analiz

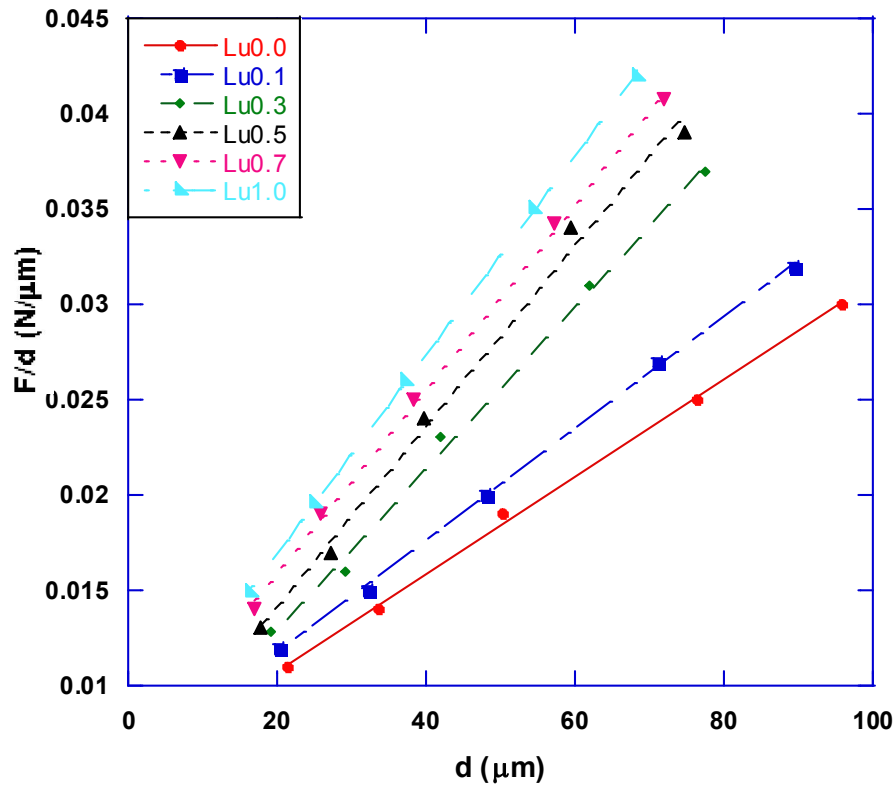
ÇBE davranışını analiz etmede kullanılan alternatif bir modelde, orantılı numune direnci (PSR) modelidir. Li ve Bradt tarafından, PSR modelinin farklı malzemeler

üzerinde gözlenen ÇBE davranışını açıklamada memnun edici sonuçlar verdiği ifade edilmiştir (Li vd. 1993). Bu modelin formülasyonu denklem (4.6)' da verilmiştir.

$$F = \alpha d + \beta d^2 \quad (4.6)$$

Burada α , yüzey enerjisini verirken β , yükten bağımsız sertlik değerini verir. α ve β değerleri Şekil 4.30' dan ($F/d-d$ grafiği) hesaplanır. α değerindeki değişim, yüzey yarıklarının enerjisinin dağılmasıyla ilgilidir (Lennders vd. 1997). PSR modelinde yükten bağımsız sertlik değeri denklem (4.7) ile hesaplandı ve Çizelge 4.14' de verildi.

$$H_{PSR} = 1854.4\beta \quad (4.7)$$



Şekil 4.30 PSR modeline göre $F/d-d$ grafiği

Çizelge 4.14' den de görüldüğü gibi, α değeri tüm numunelerde pozitiftir. Bu durum numunelerde plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonun da olduğunu doğrular. Malzemelerde ÇBE davranışının görülme sebebi de budur. β ise gerçek sertlik değerini hesaplamak için kullanılan bir parametredir.

Çizelge 4.14 Yükten bağımsız sertlik, α , β ve LRC değerleri

<i>Numune</i>	$\alpha \times 10^{-3}$ (N)	$\beta \times 10^{-5}$ (N/ μ m)	<i>LRC</i>	<i>Yükten bağımsız sertlik</i> H_{PSR} (GPa)	<i>Yüke bağlı sertlik</i> H_V (GPa)
<i>Lu0.0</i>	5.65	25.46	0.9993	0.472	0.593-0.622
<i>Lu0.1</i>	5.85	29.37	0.9996	0.544	0.681-0.717
<i>Lu0.3</i>	4.46	42.45	0.9982	0.787	0.910-0.951
<i>Lu0.5</i>	4.7	47.29	0.9966	0.877	0.979-1.032
<i>Lu0.7</i>	6.24	48.43	0.9995	0.898	1.052-1.110
<i>Lu1.0</i>	6.52	52.00	0.9999	0.964	1.163-1.220

Ek olarak, yükten bağımsız H_{PSR} değerini kullanarak, yükten bağımsız elastik modülü (E_0), gerilme (Y_0) ve kırılma dayanımı K_{IC} değerleri de (4.8, 4.9 ve 4.10) denklemleri ile hesaplanıp Çizelge 4.15’ te verilmiştir.

$$E_0 = 81.9635H_0 \quad (4.8)$$

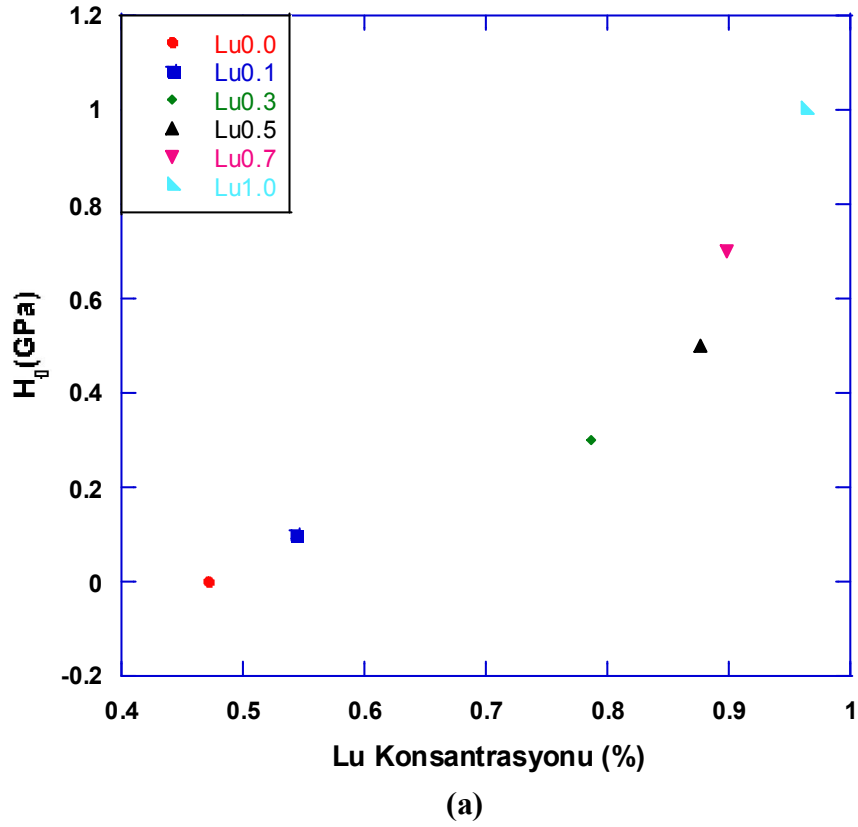
$$Y_0 \approx H_0/3 \quad (4.9)$$

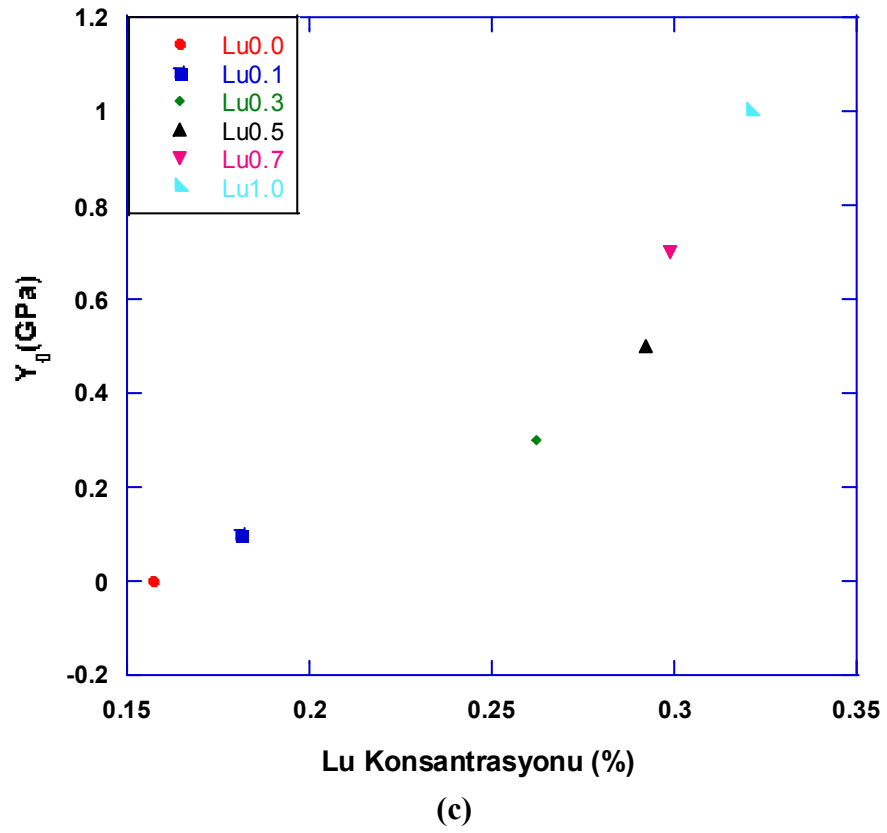
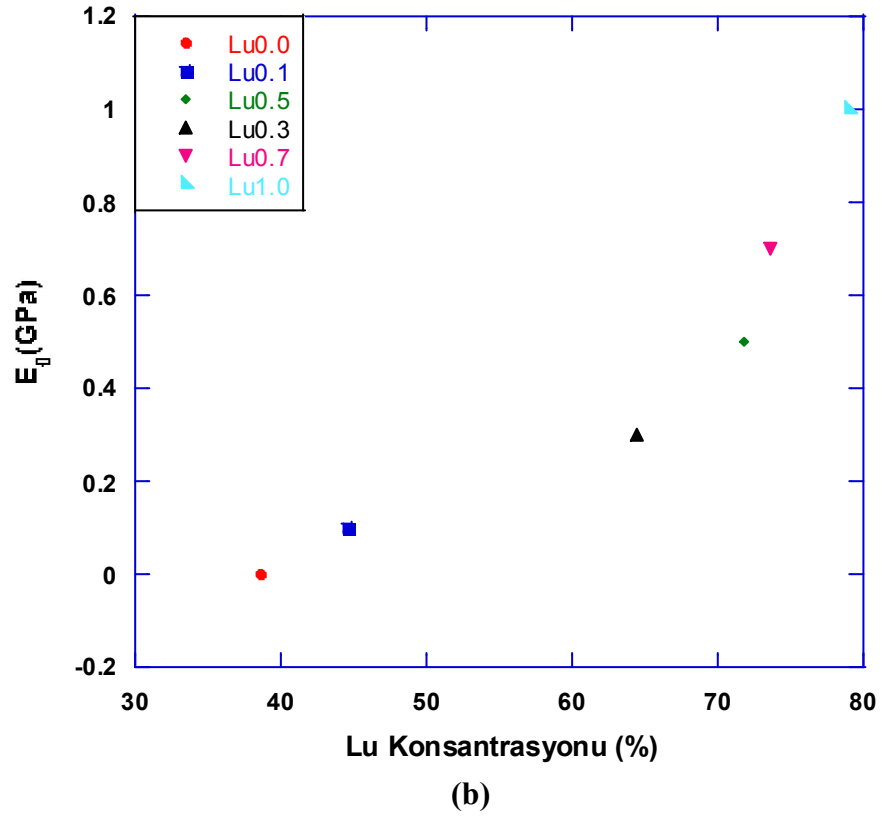
$$K_{IC} = \sqrt{2E_0\alpha} \quad (4.10)$$

Çizelge 4.15 Numunelere uygulanan yükten bağımsız hesaplanan H_0 , E_0 , Y_0 ve K_{IC} değerleri

<i>Numune</i>	H_0 (GPa)	E_0 (GPa)	Y_0 (GPa)	K_{IC} (Pa/m ^{1/2})	H_V (GPa)
<i>Lu0.0</i>	0.472	38.686	0.157	661.17	0.593-0.622
<i>Lu0.1</i>	0.544	44.588	0.181	213.68	0.681-0.717
<i>Lu0.3</i>	0.787	64.505	0.262	758.54	0.910-0.951
<i>Lu0.5</i>	0.877	71.881	0.292	675.68	0.979-1.032
<i>Lu0.7</i>	0.898	73.603	0.299	958.41	1.052-1.110
<i>Lu1.0</i>	0.964	79.012	0.321	1015.04	1.163-1.220

Şekil 4.31 (a), (b) ve (c) grafikleri incelendiğinde, Lu konsantrasyonunun artmasıyla H_0 , E_0 ve Y_0 değerlerinin arttığı görülmüştür (Çizelge 4.15). Elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı da sertliğe bağlı olduğu için bu değerlerinde artması beklenen bir sonuçtur. K_{ic} değerindeki artma, α yüzey enerjisinin artmasıyla ilgilidir. Kırılma dayanımı ise, seramik numunelerin mekanik özelliklerinin temellerinden biridir. Teknolojik uygulamalar için kullanılacak malzemelerin seçiminde önemli bir parametredir.





Şekil 4.31 Numunelere ait yükten bağımsız a) H_0 -Lu konsantrasyonu (%), b) E_0 -Lu konsantrasyonu (%) ve c) Y_0 -Lu konsantrasyonu (%) değişimi

4.8.3 Geliştirilmiş *PSR* (*MPSR*) modeline göre analiz

PSR modeline göre, $d=0$ olduğu zaman test numunesinin direnci ($W=A_1d$) sıfır olmaktadır (Şahin vd. 2008b, Kölemen vd. 2006c, Gong vd. 1999a). Bu demek oluyor ki verilen bir malzeme için kalıcı deformasyon üretmek için gerekli minimum uygulama yükü sıfırdır (Şahin vd. 2007). Fakat Gong ve arkadaşları (1999) tarafından bu tanımlamanın mantıklı olmadığı ifade edilmiştir. Yüzey parlatılması ile mekaniksel işlemlere maruz kalan test numunesi, serbest bir yaydan daha ziyade sıkıştırılmış bir yay olarak düşünülebilir (Gong vd. 1999a, Kölemen vd. 2006b, Kölemen vd. 2006a). *MPSR* modeli,

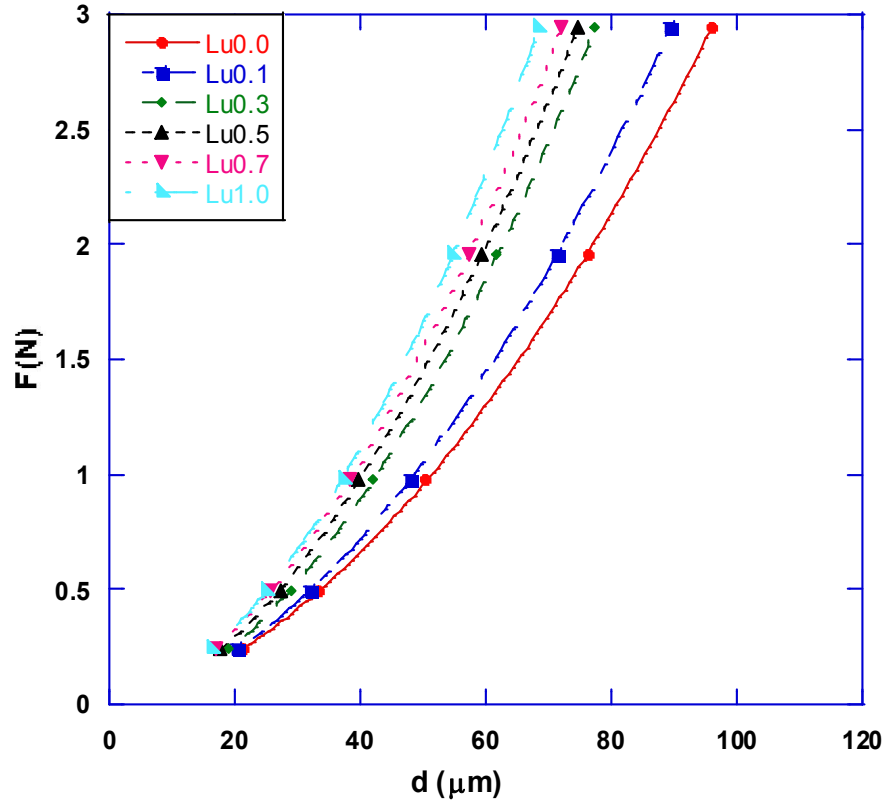
$$F = W_{MPSR} + A_{0MPSR}d + A_{1MPSR}d^2 \quad (4.11)$$

ile ifade edilir. *MPSR* modelinin yükten bağımsız sertlik değeri ise

$$H_{MPSR} = 1854.4 (A_{1MPSR}) \quad (4.12)$$

denklemleri ile hesaplanır.

W_{MPSR} ve A_{1MPSR} değerleri (Şekil 4.32) ile denklem (4.12) ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değeri Çizelge 4.16' da verilmiştir. W_{MPSR} değerlerinin negatif olması, sadece plastik deformasyon olduğunu gösterir. Çizelge 4.16' da verilen A_{1MPSR} değerleri kullanarak her bir numune için H_{MPSR} sertlik değeri hesaplandı. *MPSR* modeline göre hesaplanan bu, yükten bağımsız sertlik değerlerinin plato bölgesindeki sonuçlardan oldukça uzak olduğu görülür.



Şekil 4.32 MPSR modeli için $F-d$ grafiği

Çizelge 4.16 Yükten bağımsız sertlik, W_{MPSR} , A_{0MPSR} , A_{1MPSR} ve LRC değerlerine ait hesaplamalar

<i>Numune</i>	W_{MPSR} (N)	A_{0MPSR} $\times 10^{-5}$ (N/ μm)	A_{1MPSR} $\times 10^{-5}$ (N/ μm^2)	<i>LRC</i>	<i>Yükten bağımsız H_{MPSR} (GPa)</i>	H_V (GPa)
<i>Lu0.0</i>	-0.025	734.6	24.555	0.9999	0.455	0.593-0.622
<i>Lu0.1</i>	-0.019	663.42	29.600	0.9999	0.548	0.681-0.717
<i>Lu0.3</i>	-0.058	769.39	40.185	0.9999	0.745	0.910-0.951
<i>Lu0.5</i>	-0.077	1041.8	40.259	0.9999	0.746	0.979-1.032
<i>Lu0.7</i>	-0.056	1024.8	43.617	0.9999	0.808	1.052-1.110
<i>Lu1.0</i>	-0.031	815.27	51.594	0.9999	0.956	1.163-1.220

4.8.4 Elastik/ Plastik deformasyon modeline göre analiz

Bull ve arkadaşlarına göre (Upit vd. 1966, Bull vd. 1989), çentici büyüklüğünün uygulanan yüke bağlılığı

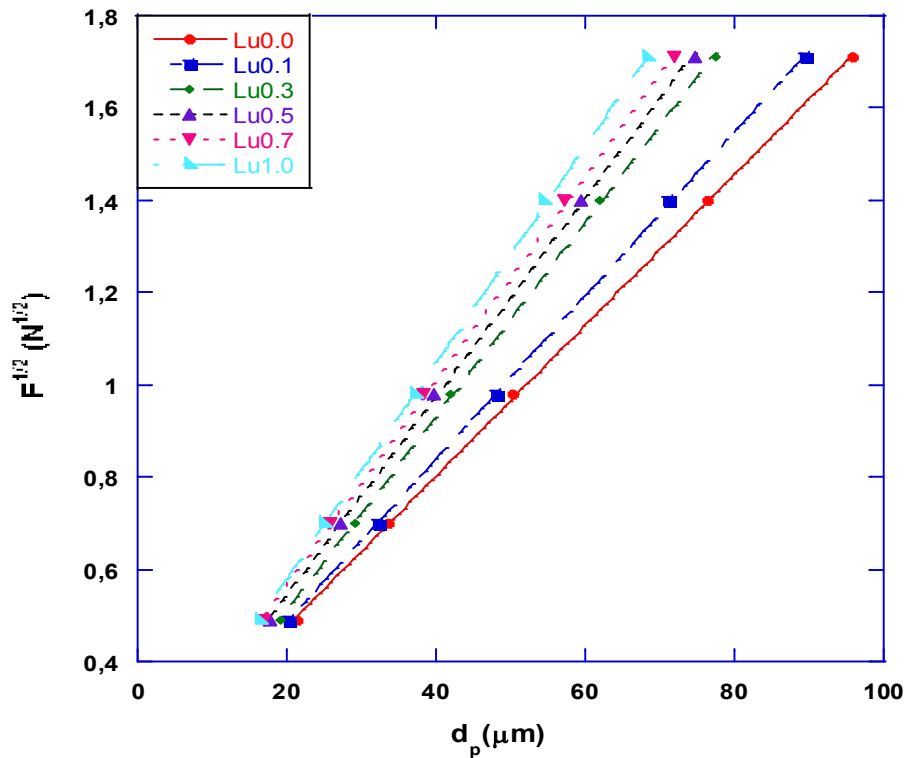
$$F = A_2 (d_p + d_e)^2 \quad (4.13)$$

bağıntısı ile verilir. Burada A_2 bir sabittir. d_e ise d_p plastik deformasyonu ile ilişkilidir ve d_e değerleri $F^{1/2}$ - d grafiğinden elde edilir (Şekil 4.33). Elde edilen değerler eşitlik 4.13' te yerine koyularak A_2 değeri bulunur.

Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri ise

$$H_{EPD} = 1854.4 A_2 \quad (4.14)$$

ile hesaplanmaktadır.



Şekil 4.33 Numuneler için plastik deformasyonun (d_p) uygulanan yükün karekökü ($F^{1/2}$) ile değişimi

Çizelge 4.17 EPD modeline göre hesaplanan A_2 , d_e ve H_{EPD} değerleri

<i>Numune</i>	A_2 (N/ μm^2)	d_e (μm)	<i>LRC</i>	H_{EPD} (GPa)	H_v (GPa)
<i>Lu0.0</i>	0.016	0.148	0.9999	0.492	0.593-0.622
<i>Lu0.1</i>	0.017	0.130	0.9999	0.580	0.681-0.717
<i>Lu0.3</i>	0.020	0.090	0.9999	0.817	0.910-0.951
<i>Lu0.5</i>	0.021	0.113	0.9998	0.857	0.979-1.032
<i>Lu0.7</i>	0.022	0.125	0.99985	0.905	1.052-1.110
<i>Lu1.0</i>	0.023	0.109	0.9999	0.980	1.163-1.220

Çizelge 4.17’ den de görüldüğü gibi katkılı ve katkısız numunelerde d_e değeri pozitif çıkmıştır. Yani uygulanan bu yüklerde plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyon da gözlenmiştir. Yani tüm numunelerde elastik geri dönüşümde gözlenmiştir. Bu numunelerde *ISE* davranışının gözlenmesindeki sebepte plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyonun da oluşmasıdır.

4.8.5 Hays-Kendall yaklaşımına göre analiz

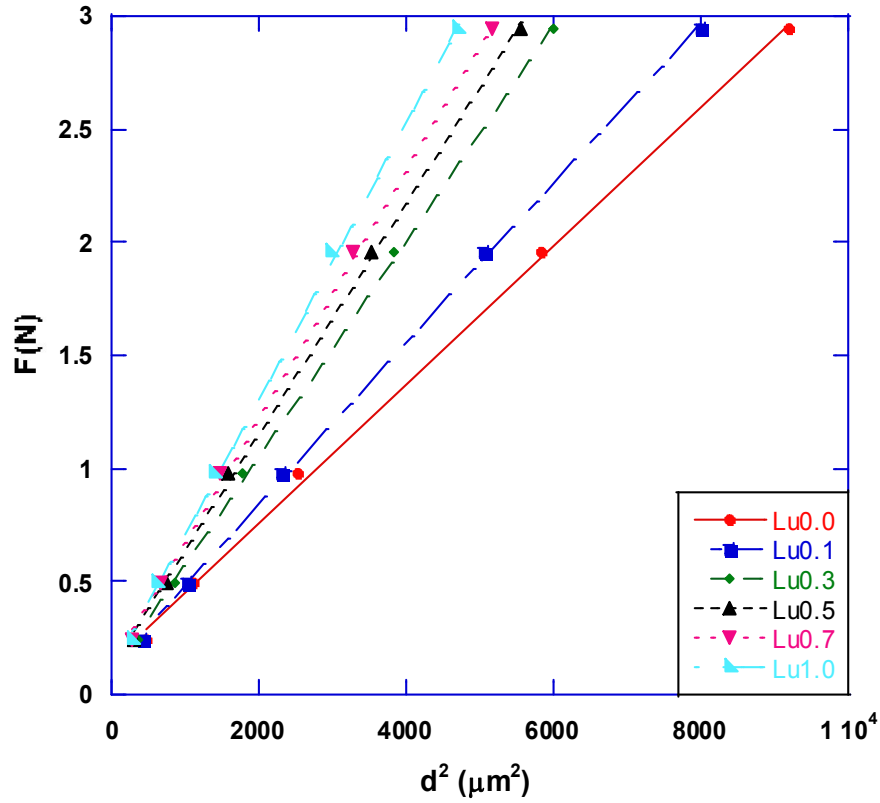
Gane ve Bowden tarafından farklı malzemelerde çentiginin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi) şeklinde gözlenmiştir (Gane vd. 1968). Hays-Kendall tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikrosertlik testlerinde gözlenen *ÇBE* davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana getirdiği ortaya konulmuştur (Hays vd. 1973). Bu durum Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü F yerine etkin yük $F_{etkin} = F - W_{HK}$ ile orantılı olduğu denklem (4.15) ile verilmiştir.

$$F - W_{HK} = A_{1HK} d^2 \quad (4.15)$$

Burada A_I uygulanan yükten bağımsız bir sabittir. W ve A_I değerleri $F-d^2$ grafiğinden hesaplanır (Şekil 4.34). Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri,

$$H_{HK} = 1854.4A_{1HK} \quad (4.16)$$

ile hesaplanmaktadır. Şekil 4.34' deki grafikten elde edilen eğim bize A_{1HK} değerini verir. Çizelge 4.18' de yükten bağımsız sertlik değeri, W_{HK} ve A_{1HK} değerleri verilmiştir.



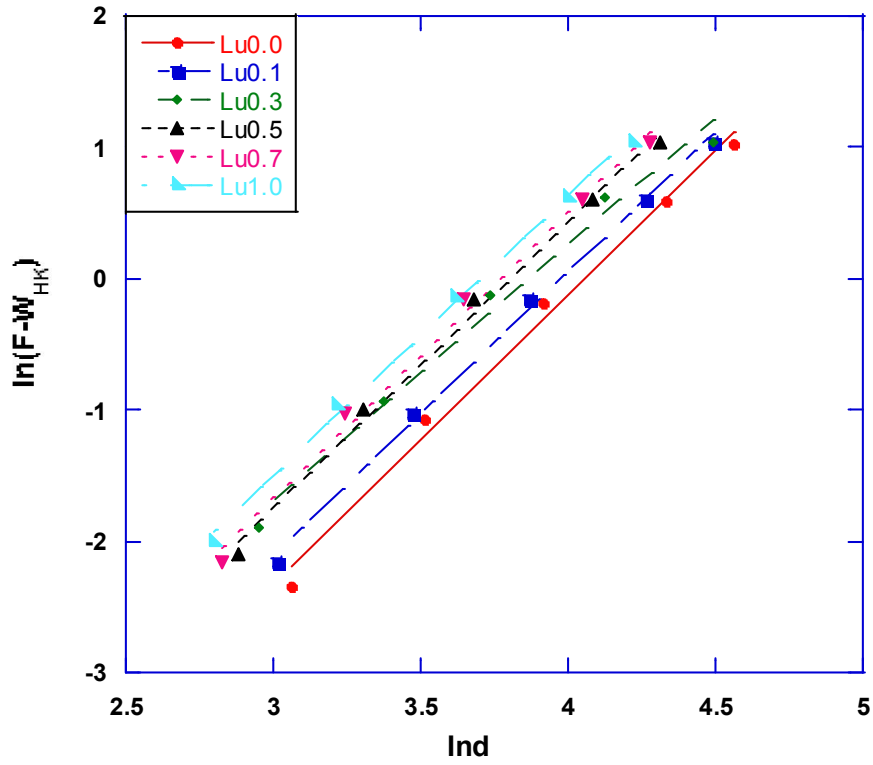
Şekil 4.34 Numunelerin Hays-Kendall yaklaşımına göre $F-d^2$ grafiği

Diagonal uzunluğun karesine karşı uygulanan yükün grafiği çizildiğinde tüm numuneler için lineer bir davranışın söz konusu olduğu görüldü. Grafiğin eğiminden A_{1HK} değeri ve düşeyde kestiği noktadan da W_{HK} değerleri bulunarak, A_{1HK} , W_{HK} ve LRC değerleri hesaplandı. A_{1HK} değerlerini her bir numune için eşitlikte yerine koyularak Hays-Kendall için yükten bağımsız sertlik değeri hesaplandı ve Çizelge 4.18' de verildi.

Çizelge 4.18 Yükten bağımsız hesaplanan sertlik, W_{HK} , n_{HK} ve LRC

<i>Numune</i>	<i>Yükten bağımsız sertlik sabiti A_{IHK}</i>	W_{HK} (N)	LRC	n_{HK}	LRC	<i>Yükten bağımsız H_{HK} (GPa)</i>	H_V (GPa)
<i>Lu0.0</i>	30.631 $\times 10^{-5}$	0.149	0.9994	2.2	0.9956	0.568	0.593-0.622
<i>Lu0.1</i>	35.455 $\times 10^{-5}$	0.130	0.9995	2.1	0.9982	0.657	0.681-0.717
<i>Lu0.3</i>	47.925 $\times 10^{-5}$	0.096	0.9996	2.0	0.9932	0.888	0.910-0.951
<i>Lu0.5</i>	51.196 $\times 10^{-5}$	0.122	0.9993	2.1	0.9975	0.949	0.979-1.032
<i>Lu0.7</i>	54.819 $\times 10^{-5}$	0.130	0.9994	2.1	0.9967	1.016	1.052-1.110
<i>Lu1.0</i>	60.931 $\times 10^{-5}$	0.111	0.9996	2.1	0.9985	1.127	1.163-1.220

W değerinin pozitif çıkması, uygulanan yükün plastik deformasyonun yanı sıra elastik deformasyon oluşturmak için de yeterli olduğunu şeklinde yorumlanabilir (Awad vd. 2011). Şekil 4.35’ deki grafiğin eğiminden, n_{HK} değerleri bulundu. Çizelge 4.18’ den de görüldüğü gibi, tüm numuneler için n_{HK} 2’ den büyük çıkmıştır. Bu demektir ki artık sertlik uygulanan yükten bağımsızdır. Bu değer Hays-Kendall’ ın geçerliliğini saptamamıza yardımcı olur (Kölemen vd. 2006a).



Şekil 4.35 Numunelerin $\ln(F-W_{HK})$ - $\ln d$ grafiği

Çizelge 4.19 Plato bölgesindeki yüke bağlı Vickers mikrosertlik değeri ile yükten bağımsız hesaplanan H_{PSR} , H_{MPSR} , H_{EPD} ve H_{HK} değerleri

Numune	H_V (GPa) (plato bölgesi)	H_{PSR} (GPa)	H_{MPSR} (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{HK} (GPa)
Lu0.0	0.593-0.622	0.472	0.455	0.492	0.568
Lu0.1	0.681-0.717	0.544	0.548	0.580	0.657
Lu0.3	0.910-0.951	0.787	0.745	0.817	0.888
Lu0.5	0.979-1.032	0.877	0.746	0.857	0.949
Lu0.7	1.052-1.110	0.898	0.808	0.905	1.016
Lu1.0	1.163-1.220	0.964	0.956	0.980	1.127

ÇBE davranışının gözlemlendiği tüm numuneler için uygulanan modeller içerisinde HK modeli ile bulunan sertlik değeri plato bölgesindeki sertlik değerine daha yakındır (Çizelge 4.19). Literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan çalışmalarda (Quinn vd. 1997, Gong vd. 1999, Peng vd. 2004), yükten bağımsız sertlik değerinin plato bölgesine yakın olması gerektiği vurgulanmaktadır. Bu nedenle Hays-Kendall

modeli bu çalışmada kullanılan malzemelerin mikrosertlik analizinin yapılmasında ve mekanik özelliklerinin tespitinde kullanılabilecek en uygun modeldir.

5. SONUÇLAR

Lu katkısının *Bi-2212* süperiletkeninin süperiletkenlik, yapısal ve mekanik özellikleri üzerine etkisi, yapılan analizler sonucunda detaylı olarak incelendi. Kristal yapı özelliklerinin ve örgü parametrelerinin tespiti için *XRD*, tanecik yapılarındaki değişimleri ve yönelimleri incelemek için *SEM* ölçümleri, süperiletkenlik özelliklerini belirlemek için ise öz direnç ölçümleri yapıldı. İyon miktarındaki değişimlerini incelemek için *EDS* kullanıldı. Mekanik özelliklerini belirlemek için Vickers mikrosertlik ölçümleri yapıldı. Sertliğin yanı sıra elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri katkılı ve katkısız bütün numuneler için hesaplandı. Daha sonra, sertlik ölçümlerinin deneysel sonuçları, Meyer yasası, Orantılı Numune Direnci, Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci, Elastik/ Plastik Deformasyon Modeli ve Hays-Kendall yaklaşımı kullanılarak analiz edildi ve tüm bu ölçümler sonucunda aşağıdaki sonuçlara ulaşıldı.

- ❖ Numunelerin *XRD* analizinde *Bi-2201* ve *Bi-2212* fazlarından başka bir faza ve dikkate değer bir değişime neden olan *Lu* pikine rastlanmadı. Bu bize *Lu* atomlarının *Bi-2212* süperiletkeninin kristal yapısının içine büyük oranda girdiğini gösterir.
- ❖ *Lu* katkısıyla *a* örgü parametresinin bir miktar arttığı, *Lu0.3* katkılı numuneden sonra azaldığı gözlemlendi.
- ❖ *Lu* katkısıyla *c* örgü parametresinde bir azalma gözlemlendi. Bunun nedeni, +2 değerlikli *Sr* veya *Ca* yerine +3 değerlikli *Lu* ile yer değiştirdiğinde ortama $1e^-$ elektron sağlamasıyla ortamdaki yük nötralliğinin bozulmasıdır. Bunun yanı sıra Lu^{+3} iyonunun iyonik yarıçapının Sr^{+2} ya da Ca^{+2} iyonunun iyonik yarıçapından da küçük olması *c* parametresinin azalmasında etkindir.
- ❖ Numunelerin tanecik büyüklükleri *Lu* konsantrasyonunun artmasıyla azaldığı görüldü. Bu sonuç *SEM* analizinde de görüldüğü gibi *XRD* piklerinden de hesaplanan tanecik büyüklüğü sonucuyla da desteklenmektedir.

- ❖ *SEM* sonuçlarına göre, *Lu0.0*, *Lu0.1*, *Lu0.7* ve *Lu1.0* numunelerinde tanecik yönelmelerinde bozulma ve gözeneklilikte artma; *Lu0.3* ve *Lu0.5* numunelerinde taneciklerde büyüme ve gözeneklilikte azalma gözlenmiştir.
- ❖ *EDS* ölçümlerinde de diğer elementlerle kıyaslandığında *Sr* yüzdesinde önemli ölçüde bir azalma gözlenmiştir, bu sonuç *Bi-2212* yapısına katkılanan *Lu* atomlarının *Sr* atomları ile baskın olarak yer değiştirerek yapı içerisine girdiğinin bir göstergesidir.
- ❖ T_c^{onset} değerleri *Lu0.0* için 99.5 K iken katkılı numuneler için ise sırasıyla 97 K, 96 K, 94 K, 94 K ve 93 K olarak belirlendi. Katkı arttıkça T_c^{onset} değerlerinin azaldığı gözlemlendi. Bunun sebebi ise katkı ile *Bi-2212* fazından *Bi-2201* fazına bir miktar geçiş olmasıdır.
- ❖ T_c^{offset} değerleri ise *Lu0.0* katkısız numune için 85 K iken *Lu0.1*, *Lu0.3*, *Lu0.5*, *Lu0.7* ve *Lu1.0* katkılı numuneleri için ise sırasıyla 74 K, 73.5 K, 73 K, 72 K ve 60 K olarak belirlendi. *Lu* katkısının artmasıyla T_c^{offset} değerleri azalmıştır. Bu sonuç, tanecikler arası bağlanmaların katkı ile zayıflamasından ve *Bi-2201* fazının katkıyla artmasından kaynaklanabilir.
- ❖ Süperiletkenliğe geçiş aralığında (ΔT_c) artma gözlemlendi. Katkısız numune için bu değer 14.5 K iken *Lu1.0* katkılı numunede 33 K olarak bulunmuştur. Bu sonuç katkı ile süperiletkenliğin bozulduğunu gösterir.
- ❖ *Lu* katkısıyla yük taşıyıcı konsantrasyonu azalmıştır. Bu azalma Sr^{+2} iyonları yerine geçen Lu^{+3} iyonlarından kaynaklanır. Çünkü Lu^{+3} iyonları her katkılандığında ortama ekstra $1e^-$ gelir ve böylece her katkıda bir boşluk dolar. Dolayısıyla taşıyıcı konsantrasyonu azalır.
- ❖ Hesaplanan Vickers mikrosertlik değerinin *Lu* katkısı ile arttığı gözlemlendi.

- ❖ Elastik modülü, gerilme ve kırılma dayanımı değerleri yüke bağlı ve yükten bağımsız olarak hesaplandı. Bu değerlerin katkı ile arttığı gözlemlendi.
- ❖ Sertlik değerlerinin sonuçları *PSR*, *MPSR*, *EPD* Modeli ve Hays-Kendall yaklaşımı ile analiz edildi ve numunelerimizin mekanik özelliklerini açıklamada en uygun sonucun Hays-Kendall yaklaşımı olduğu görüldü.

6. KAYNAKLAR

- Awad, R., Abou-Aly, A.I., Kamal, M., Anas, M.J. 1947. Supercond. Nov.Magn., 24:1947-1956.
- Upit, G.P., Varchenya, S.A. 1966. Phys. Status Solidi A 17, 831
- Gane, N., Bowden, F. P. 1968. Microdeforme of solids. Journal of Applied Physics, 39, 1432-1435.
- Hays, C., Kendall, E. G. 1973. Metall., 6, 275-282.
- Rose-Innes, A.C., Rhoderick, E.H. 1980. Introduction to superconductivity.
- Mitchell, G. W., Hervieu, M., Borel, M. M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J., and Raveau, B. 1981. Z. Phys, B68, 421-423.
- Kittel, C. 1986. Introduction to Solid State Physics. John Wiley & Sons, Inc. New York, London, Sydney.
- Micheal, C., Hervieu, M., Borel, M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J., Raveau, B., Z. 1987. Phys. B Condens. Matter Quanta, vol. 68, page 421.
- Maeda, H., Taraka, Y. 1988. Measurement of the Normal State Anisotropic Resistivity of Single Crystal Bi-Sr-Ca-Cu-O. Jpn. Appl. Phys., 27(2), L209-L211.
- Hervieu, M., Micheal, C., Domanges, B., Lagiant, Y., Lebai, A., Ferey, G., Raveau, B. 1988. Mod. Phys. Lett. B, vol. 2, page 491.
- Zhu, X., Feng, S., zhang, J., Lu, G., Chen, K., gan, Z. 1989. Mod. Phys. Lett. B, Vol. 3, Page 707.
- Bull, S.J., Page, T.F., Yoffe, E.H. 1989. Philos. Mag. Lett. 59, 28.
- Li, H., Bradt, R. C. 1993. The microhardnes indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. Journal of Materials Science, 28, 917-926.
- Leenders, A., Mich, M., Freyhard, H. C. 1997. Physica C, Vol. 279, 173.
- Quinn, J. B., Quinn, V. D. 1997. Indentation brittlenes of ceramics: a fresh approach. Journal of Material Science, 32, 4331-4346.
- Berastegui, P., Eriksson, S.G., Johanson, L.G. 1997. Structure and superconductivity in $Y_{1-x}Ln_xBa_{2-y}Sr_yCu_4O_8$ size and valency. Journal of Alloys and Compounds, 76-82.

- Takimoto, K., Shimoyama, J., Kageshima, Y., Ogino, H., Horii, S., and Kishio, K. 1999. Improved flux-pinning properties of Bi-based superconductors by dilute RE-doping. IEEE, Transactions on Applied Superconductivity, Vol.19.
- Gong, J., Wu, J. and Guan, Z. 1999a. Examination of the indentation size effect in Low-Load Vickers hardness testing of ceramics. Journal of the European Ceramics Society, 2625-2631.
- Gong, J., Wu, J. and Guan. 1999b. Analysis of indentation size effect on the apparent hardness. Materials Letters, 197-201.
- Khalil, S.M. 2001. Enhancement of superconducting and mechanical properties in BSCCO with Pb additions. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 457-466.
- Yılmazlar, M. 2002. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_7$ süperiletkenine Sm_2O_3 katkısının etkileri. Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Aksan, M. A., Yakinci, M. E. 2004. Synthesis and characterization of Er-substituted Bi-2223 H- T_c glass-ceramic superconductor. Journal of Alloys and Compound, 33-43.
- Çavdar, Ş. 2004. Talyum tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerin elektrik ve magnetik özelliklerinin incelenmesi. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Peng, Z., Gong, J., Miao, H. 2004. On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data. Journal of European Ceramic Society, 24, 2193-2201.
- Prabitha, V.G., Biju, A., Abhilash Kumar, R.G., Sarum, P.M., Aloysius, R.P., Syamaprasad, U. 2005. Effect of Sm addition on (Bi, Pb)-2212 superconductor. Physica C, 28-36.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N. 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. Journal of the European Ceramic Society, 969-977.
- Petrucchi, R.H., Harwood, W.S., Herring, F.G. 2005. Genel Kimya.
- Biju, A., Aloysius, R.P., Syamaprasad, U. 2005. Enhanced critical current density Gd-added (Bi, Pb)-2212 bulk superconductor. Supercond. Sci. Technol., 1454-1459.
- Sun, B.Z., He, L.L., Luo, F., Yan, C.H. 2005. Effects of A-site doping on microstructure and phase separation of $\text{La}_{0.5}\text{RE}_{0.2}\text{MnO}_{0.3}$ (RE=Eu, Ho, Yb, Lu). Materials letters, 1507-1510.

- Biju, A., Aloysius, R.P., Syamaprasad, U. 2006a. Effect of Yb addition on the superconducting properties of (Bi, Pb)-2212 superconductor. *Physica C*, 52-58.
- Biju, A., Abhilash, R.G., Aloysius, R.P., Syamaprasad, U. 2006b. Structural and superconducting properties of $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{2-x}\text{Gd}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$ system. *Physica C*, 109-115.
- Kölemen, U., Uzun, O., Yılmazlar, M., Güçlü, N., Yanmaz, E. 2006a. Hardness and microstructural analysis of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ polycrystalline superconductor. *Journal of alloys and compound*, 300-306.
- Kölemen, U., Uzun, O., Aksan, M.A., Güçlü, N., Yakıncı, E. 2006b. Analysis of load-depth data in depth-sensing microindentation experiments for intermetallic MgB_2 . *Journal of Alloys and Compounds*, 294-299.
- Kölemen, U. 2006c. Analysis of ISE microhardness measurement of bulk MgB_2 superconductors using different models. *Journal of Alloys and Compounds*, 429-435.
- Yılmazlar, M., Cetinkara, M., Nursoy, H.A., Ozturk, O., Terzioğlu, C. 2006. Thermal expansion and Vickers hardness measurements on $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, 101-107.
- Zan, R. 2006. $\text{Bi}_{2-x}\text{Tb}_x\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$ süperiletken malzemesine Tb katkısının etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Anabilim Dalı.
- Aymak, İ.E. 2007. MgB_2 süperiletkeninin gerçek sertlik değerinin dinamik mikrosertlik tekniğiyle incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Biju, A., Sarun, P.M., Aloysius, R.P., Syamaprasad, U. 2007a. Structural and superconducting properties of neodymium added (Bi, Pb) $_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$. *Materials Research Bulletin*, 2057-2066.
- Biju, A., Sarun, P.M, Vinu, S., Guruswamy, P. and Syamaprasad, U. 2007b. Critical current density and flux pinning in a $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{2-x}\text{La}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$ system. *Superconducting Science and Technology*, 781-784.
- Güçlü, N. 2007. Mechanical characterization of Ti-added MgB_2/Cu superconducting wires using Vickers hardness test. *Material Chemistry and Physics*, 470-474.
- Sarun, P.M., Biju, A., Guruswamy, P. and Syamaprasad, U. 2007. Enhanced flux pinning of an Nd-added (Bi, Pb)-2212 superconductor. *J. Am. Ceram. Soc.*, 3138-3141.

- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N. 2007. Vickers microindentation hardness studies of β -Sn single crystals. *Material Characterization*, 197-204.
- Özkurt, B. 2007. Nd ve Gd katkılı BSCCO cam seramik süperiletken sisteminin fiziksel ve iletim özellikleri. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Öztürk, Ö. 2007. The effect of Au diffusion- doped on structural, superconducting and mechanical properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$, Doktora Tezi, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Kılıç, S. 2008. Yüksek geçiş sıcaklıklı süperiletkenlerde kritik durum modellerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Şahin, O., Uzun, O., Sopicka-Lizer, M., Göçmez, H., Kölemen, U. 2008a. Dynamic hardness and elastic modulus calculation of porous SiAlON ceramics using depth-sensing indentation technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 1235-1242.
- Sarun, P.M., Vinu, S., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2008. Highly enhanced superconducting properties of Eu-doped (Bi, Pb)-2212. *Materials Letter*, 2725-2728.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Uçar, N. 2008b. Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique. *Material Characterization*, 729-736.
- Vinu, S., Sarun, P.M., Biju, A., Shabna, R., Guruswamy, P., Syamaprasad, U. 2008a. The effect of substitution of Eu on the critical current density and flux pinnig properties of (Bi, Pb)-2212 superconductor. *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 21, 045001 (4pp).
- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2008b. Improved microstructure and flux pinning properties of Gd-substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor sintered between 846 and 860⁰ C. *Materials Letters*, 4421-4424.
- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, R., Biju, A. and Syamaprasad, U. 2008c. The influence of sintering temperature on the microstructure and superconducting properties of $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{1.8}\text{Nd}_{0.2}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor. *Supercond. Sci. Technol.*
- Nursoy, M., Yılmazlar, M., Terzioğlu, C., Belenli, I. 2008. Transport, microstructure and mechanical properties of Au diffusion-doped Bi-2223 superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 459, 399-406.

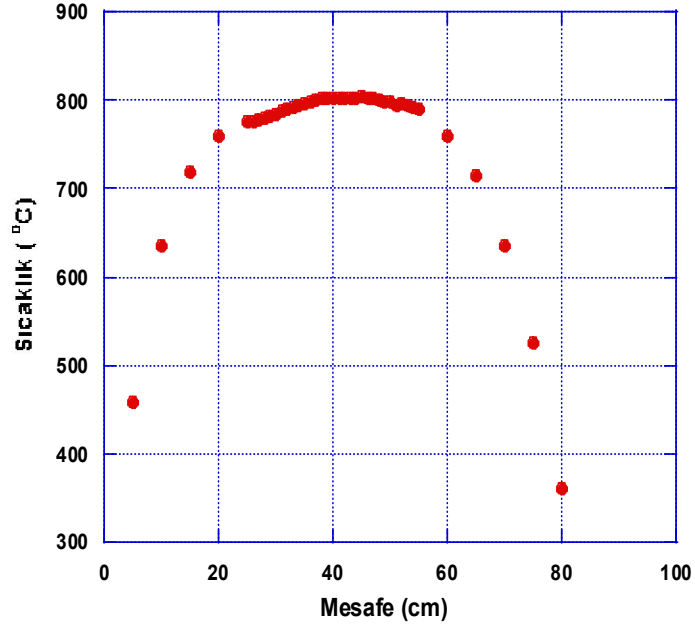
- Cetinkara, H. A., Yilmazlar, M., Ozturk, O., Nursoy, M., Terzioglu, C. 2009. The influence of cooling rates on microstructure and mechanical properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductor. *Journal of Physics: Conference Series* 153, 012038.
- Sarun, P.M., Vinu, S., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2009a. Microstructural and superconducting properties of Yb-substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor sintered at different temperature. *Journal of Alloys and Compound*, 13-17.
- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, S., Biju, A., Guruswamy, P., Syamaprasad, U. 2009b. Influence of sintering temperature on microstructure, critical current density and pinning potential of superconducting $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{1.8}\text{Dy}_{0.2}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ ceramics. *Solid State Sciences*, 1150-1151.
- Sarun, P.M., Shabna, R., Vinu, S., Biju, A., Syamaprasad, U. 2009b. Highly enhanced superconducting properties of Bi-2212 by Y and Pb co-doping. *Physica B*, 1602-1606.
- Kocabaş, K., Şakiroğlu, S., Çiftçioğlu, M., Ercan, İ., Epik, H., Bilgili, O. 2009. The effect of Zn substitution of Ca in BiPbSrCaCuO superconductors sintered at 830°C . *Journal Supercond. Nov. Magn.*, 749-754.
- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2009a. Enhancement of flux pinning and Anderson-Dew-Hughes pinning analysis in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Tb}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor. *Journal of Alloys and Compounds*, L13-L16.
- Liu, C., Ye, F., Liu, L., Zhou, Y. 2009. Effect of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of Lu-doped α - SiAlONs . *Journal of Alloys and Compounds*, 735-740.
- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, R., Syamaprasad, U. 2009c. Analysis of thermomagnetic fluctuations in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ ($0.000 \leq x \leq 0.125$) superconductor. *Journal of Alloys and Compound*, 1-4.
- Ze-Wan, W., Wan-Qi, J.I.E., Xiao-Qin, W. 2009. Indentation size effect in microhardness measurements of $\text{Hg}_{1-x}\text{MnTe}$. *Trans. Nonferrous. Met. Soc. China*, 762-766.
- Shabna, R., Sarun, P.M., Vinu, S., Syamaprasad, U. 2009. Structural and electrical properties of $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{2-x}\text{Ho}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ system across the metal to insulator transition. *Journal of Alloys and Compound*, 797-801.
- Sarun, P.M., Vinu, S., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2009c. Properties of superconducting polycrystalline dysprosium-doped $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Dy}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ ($0 \leq x \leq 0.5$). *Materials Research Bulletin*, 1017-1021.

- Vinu, S., Sarun, P.M., Shabna, R., Biju, A., Syamaprasad, U. 2010. Microstructure and transport properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5}\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor. *Materials Chemistry and Physics*, 135-139.
- Sarun, P.M., Vinu, S., Shabna, R., Anooja, J.B., Aswathy, P.M. and Syamaprasad, U. 2010. Structural and transport properties of the $(\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.5})(\text{Sr}_{2-x}\text{Lu}_x)\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_{8+\delta}$ superconductor. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Vol. 20.
- Aşıkuzun, E. 2010. Pr katkılı Bi-2212 süperiletkenin süperiletkenlik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek lisans Tezi, Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı.
- Chakraborty, T., Gahtori, B., Soni, A., Okram, G.S., Agarwal, S.K., Chen, Y.-S., Kuo, Y.-K., Geetha, Rao, A., Sarkar, C.K. 2010. Electrical and thermal properties of bulk superconductors $\text{Eu}_{0.95}\text{Pr}_{0.05}\text{Ba}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_{7-\delta}$ (M=Fe, Ni, Zn and M). *Physica C*.
- Sezer, B.Ş. 2010. Fabrication of Lu-doped YBCO thin films by pulsed laser deposition technique and their characterization. Yüksek Lisans Tezi, İzmir Yüksek Teknoloji Üniversitesi.
- Shabna, R., Sarun, P.M., Vinu, S., Syamaprasad, U. 2010. Charge carrier localization and metal to insulator transition in cerium substituted (Bi, Pb)-2212 superconductor. *Journal of Alloys and Compounds*, 11-16.
- Ozturk, O., Asikuzun, E., Erdem, M., Yildirim, G., Yildiz, O., Terzioğlu, C. 2011. The effect of Pr addition on superconducting and mechanical properties of Bi-2212 superconductors. DOI 10.1007/s10854-011-0429-3, 2011
- Amira, A., Boudjadja, Y., Saoudeh, A., Varilci, A., Akdoğan, M., Terzioğlu, C., Mosbah, M.F. 2011. Effect of doping by low content of yttrium at Ca and Sr sites of Bi (Pb)-2212 superconducting ceramics. *Physica B*, 1022-1027.

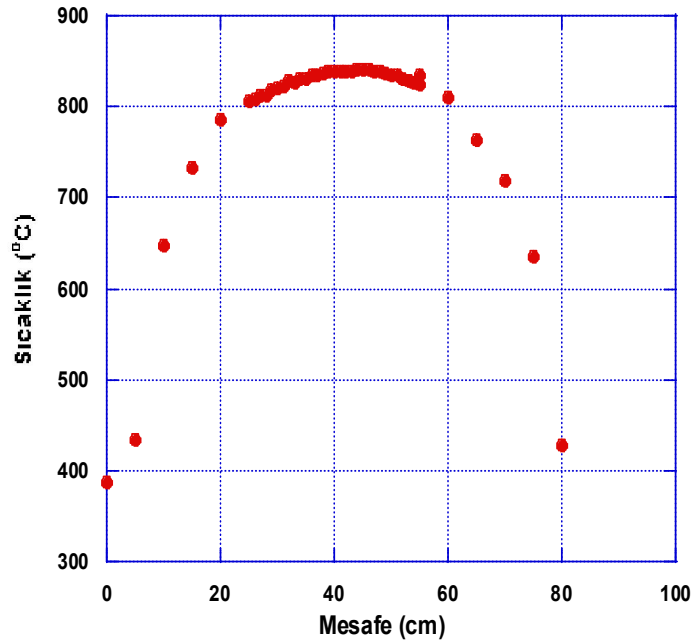
EKLER

TÜP FIRIN İÇİN SICAKLIK BÖLGELERİNİN BELİRLENMESİ

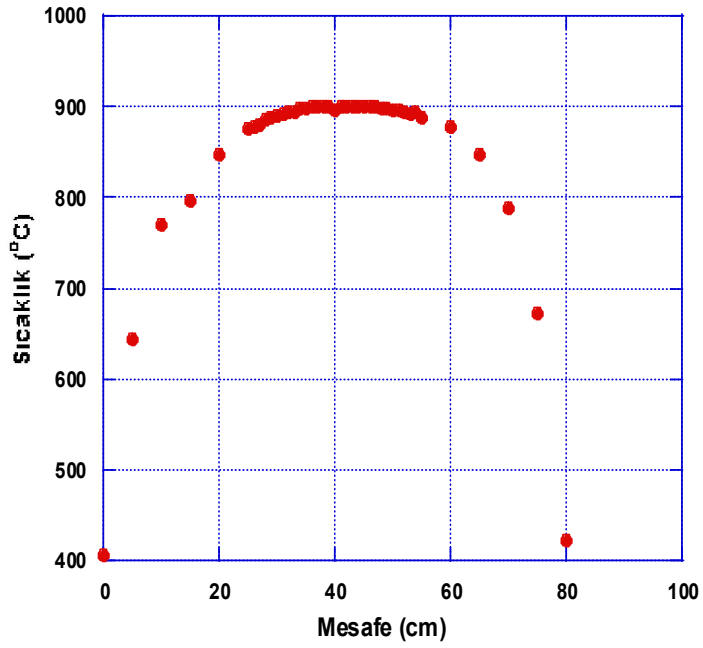
Yüksek kalitede süperiletken malzeme hazırlamak amacıyla, tavlama esnasında kullanılan fırının kalibrasyonu oldukça önemlidir. Bu amaçla, fırın bir thermocouple ile kalibre edildi ve sıcaklığın aynı olduğu bölgeler belirlendi.



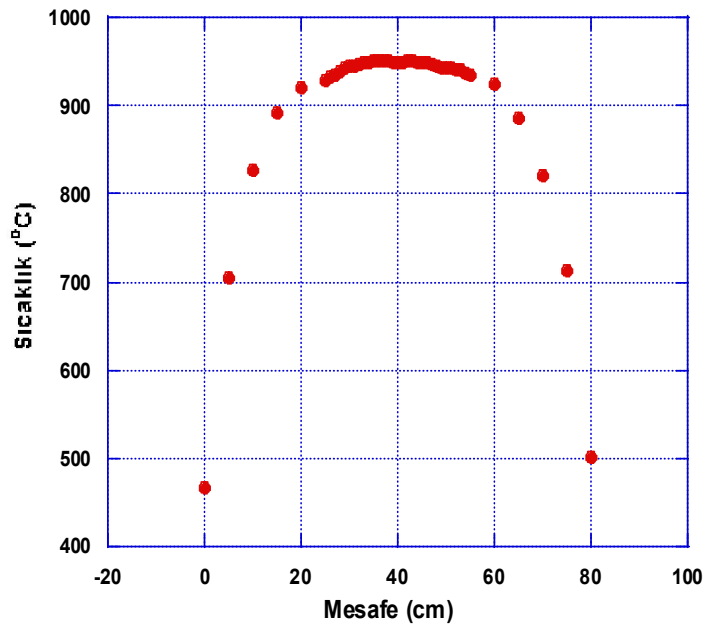
Şekil E1 Set sıcaklığı 800°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E2 Set sıcaklığı 840°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E3 Set sıcaklığı 900°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği



Şekil E4 Set sıcaklığı 950°C iken tüp fırına (PROTHERM) ait kalibrasyon grafiği

Farklı sıcaklıklara göre çizilen Şekil E1,E2, E3, E4' te verilen grafiklere göre, set sıcaklığından 5-8 K' lik bir sapma gözlemlendi.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Özlem YILDIZ

Doğum Yeri : Milas

Doğum Tarihi : 19.11.1985

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Milas Anadolu Lisesi (1999-2003)

Lisans : Gazi Ünv. Kastamonu Fen-Edebiyat Fakültesi (2005-2009)

Yüksek Lisans : Kastamonu Ünv. Fen Bilimleri Enstitüsü (2009-2012)

Yayınlar:

1. O. Ozturk, E. Asikuzun, M. Erdem, G. Yildirim, **O. Yildiz**, C. Terzioğlu “The effect of Pr addition on superconducting and mechanical properties of Bi-2212 superconductors” DOI 10.1007/s10854-011-0429-3, 2011.
2. O. Ozturk, **O. Yildiz**, E. Asikuzun, M. Erdem, G. Yildirim, A. Varilci and C. Terzioğlu “Static microhardness characterization of Lu added Bi-2212 ceramic superconductors” Journal of Electronic Materials (incelemede).
3. O. Ozturk, E. Asikuzun, G. Yildirim, **O. Yildiz** “Role of the Lu-doping on physical and structural properties of Bi₂Sr₂Ca₁Cu₂O_y superconductors” Journal of Materials Science: Materials in Electronics (incelemede).

Bildiriler, Posterler ve Seminerler:

- 1.“Pr (Praseodymium) katkılanmış Bi-2212 süperiletkeninin mekanik özelliklerinin incelenmesi” Elif Aşıkuzun, Özgür Öztürk, **Özlem Yıldız**, Gürcan Yıldırım, Mustafa Yılmazlar, Mustafa Akdoğan ve Cabir Terzioğlu, 17. Yoğun Madde Fiziği Kongresi, YMF-17, Ankara Ünv. Kasım 2010.
2. Nadir toprak elementleriyle katkılanmış süperiletkenlerin bazı fiziksel özellikleri. Kastamonu Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi. Seminer Salonu. 2010

3. "Micromechanical Characterization of Pr Doped Bi-2212 Superconductors" E. Asikuzun, O. Ozturk, **O. Yildiz**, M. Coskunyurek, M. Erdem and C.Terzioglu, 5. Ulusal Süperiletkenler Sempozyumu, İYTE, Temmuz 2011.
4. "Vickers microhardness measurements and investigation of some physical properties of Lutetium (Lu) doped Bi-2212 superconductor" **O. Yildiz**, O. Ozturk, E. Asikuzun, M. Coskunyurek, G. Yildirim and M. Yilmazlar, 5. Ulusal Süperiletkenler Sempozyumu, İYTE, Temmuz 2011.
5. "Bi-2212 Süperiletkenlerinin Mekanik Özellikleri Üzerine Lu (Lutesyum) Katkısının Etkisi" E. Aşıkuzun, **Ö. Yıldız**, M. Coşkunyürek, Ş. Kaya, S. P. Altıntaş and Ö. Öztürk, 18. Yoğun Madde Fiziği Kongresi, YMF-18, ODTU, 2011.
6. "Role of the Lu addition on structural and superconducting properties of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Lu}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ superconductors" E. Asikuzun, O. Yildiz, S. Kaya, M. Coskunyurek, G. Yildirim and O. Ozturk, International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM), 2012.

Yaz Okulları ve Konferanslar:

1. Güneş gözelerinin fiziği ve teknolojisi, Cumhuriyet üniversitesi 19 Mayıs Yaz Okulları, Cumhuriyet Üniversitesi/Sivas, 17-21 Mayıs 2010.
2. Physics of Fundamental Effects in Condensed Matter: Theory & Experiment, Institute of Theoretical and Applied Physics, International Advanced Research School in Physics (IARS), Turunç/Marmaris, 14-27 July 2010.
3. Turkish Physical Society 28th International Physics Congress, Bodrum/Turkey, 6-9 September 2011 (Katılımcı).