

T.C.
ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



ZRO₂ İLE KATKILANDIRILMIŞ Bİ-2223 SÜPERİLETKEN
MALZEMELERİN; SÜPERİLETKENLİK, ELEKTRİKSEL,
YAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLER DEĞİŞİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ERTUĞRUL AKDEMİR

BOLU, HAZİRAN - 2015

T.C.
ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



**ZRO₂ İLE KATKILANDIRILMIŞ Bİ-2223 SÜPERİLETKEN
MALZEMELERİN; SÜPERİLETKENLİK, ELEKTRİKSEL,
YAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ DEĞİŞİMİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ERTUĞRUL AKDEMİR

BOLU, HAZİRAN - 2015

KABUL VE ONAY SAYFASI

Ertuğrul AKDEMİR tarafından hazırlanan “ZrO₂ ile Katkılandırılmış Bi-2223 Süperiletken Malzemelerin; Süperiletkenlik, Elektriksel, Yapısal ve Mekanik Özellikleri Değişimi” adlı tez çalışması 16.06.2015 tarihinde Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Danışman
Doç.Dr Murat PAKDİL

İmza




İkinci Danışman
Yrd.Doç.Dr.Gürcan YILDIRIM




Üye
Prof.Dr.Ali Naci ÇELİK



Üye
Yrd.Doç.Dr.Ömer Kadir Morgül



Üye
Yrd.Doç.Dr.Hüseyin Dal



Prof. Dr. Duran KARAKAŞ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Aileme,

ETİK BEYAN

Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.



Ertuğrul AKDEMİR

ÖZET

**ZrO₂ İLE KATKILANDIRILMIŞ Bi-2223 SÜPERİLETKEN
MALZEMELERİN; SÜPERİLETKENLİK, ELEKTRİKSEL, YAPISAL VE
MEKANİK ÖZELLİKLER DEĞİŞİMİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
ERTUĞRUL AKDEMİR
ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. MURAT PAKDİL)
(İKİNCİ DANIŞMAN: YRD. DOÇ. DR GÜRCAN YILDIRIM)
BOLU, HAZİRAN - 2015**

Bu çalışmada Bi-2223 süperiletken malzemelerin ZrO₂ katkısının etkileri incelenmiştir. Numuneler katı hal tepkime yöntemi ile hazırlanmıştır.

Bu ayrıntılı çalışma deneysel, yoğunluğu, DC özdirenç (ρ -T) ile ilgili tipik deneysel karakterizasyon yöntemleri ile Bi-2223 süperiletken bileşikler ilişkin mikro, elektrik ve süperiletken özellikleri üzerine Zr rolü ile ilgilenir. Kritik akım yoğunluğu (J_c), X-ışını toz difraksiyon (XRD), elektron dağılımlı X-ışını (EDX), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Vickers mikrosertlik (Hv) sonuçlarını gösterir.

ANAHTAR KELİMELER: Zn, Bi-2223, ZrO₂, Süperiletkenlik...

ABSTRACT

**CHANGE OF SUPERCONDUCTING, ELECTRICAL, STRUCTURAL
AND MECHANICAL CHARACTERISTICS BELONGING TO Bi-2223
SUPERCONDUCTING MATERIALS DOPED BY ZrO₂**

MSC THESIS

ERTUĞRUL AKDEMİR

**ABANT IZZET BAYSAL UNIVERSITY GRADUATE SCHOOL OF
NATURAL AND APPLIED SCIENCES**

DEPARTMENT OF MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: DOC. DR. MURAT PAKDİL)

(CO-SUPERVISOR:YRD. DOC. DR. GÜRCAN YILDIRIM)

BOLU, JUNE 2015

In this study; the effect of ZrO₂ doping on the properties superconductors Bi-2223. The samples were prepared by solid state reaction method.

This exhaustive study experimentally deals with the role of the Zr foreign impurities on the microstructural, electrical and superconducting properties pertaining to the bulk Bi-2223 superconducting compounds by means of the typical experimental characterization methods regarding bulk density, dc resistivity (ρ -T), transport critical current density (J_c), X-ray powder diffraction (XRD), electron dispersive X-ray (EDX), scanning electron microscopy (SEM) and Vickers microhardness (H_v) surveys.

KEYWORDS: Zn, Bi-2223, ZrO₂, superconducting...

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	v
ABSTRACT	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ŞEKİL LİSTESİ	ix
TABLO LİSTESİ	x
KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ	xi
TEŞEKKÜR	xiii
1. GİRİŞ	1
1.1 Süperiletkenliğin Keşfi	1
1.2 Tarihsel Gelişme	1
1.3 Kritik Sıcaklık	4
1.4 Kritik Manyetik Alan	5
1.5 Meissner Olayı	7
1.6 Nüfus Derinliği	10
1.7 I. ve II. Tip Süperiletkenler	12
2. SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ	14
2.1 London Teorisi	14
2.2 Ginzburg-Landau Teorisi	17
2.3 BCS Teorisi	19
3. YÜKSEK SICAK SÜPERİLETKENLERİ	23
3.1 Zamana Bağlı Gelişimi	23
3.2 Genel Yapısı	24
4. DENEYSEL YÖNTEMLER	27
4.1 Bi-2223 Numunenin Hazırlanışı	27
5. DENEYSEL SONUÇLAR VE BULGULAR	30
5.1 Elektrik Özdirenç Ölçüm Sonuçları	30
5.2 Mobil Delik Taşıyıcı Konsantrasyonu	31
5.3 XRD Ölçüm Kanıtları	32
5.4 SEM Analizleri	34
5.5 Deneysel EDX Bulgular	36
5.6 Malzemelere Ait Yoğunluk ve Gözeneklik Parametreleri	37
5.7 Taşıma Akım Kritik Yoğunluğu	38

5.8	Vickers Mikrosertlik Analizi.....	38
6.	SONUÇ.....	40
6.1	Genel Sonuçlar.....	40
7.	KAYNAKLAR.....	42
8.	ÖZGEÇMİŞ.....	47

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Cıvanın (Hg) öz direncinin mutlak sıcaklık değişimi	2
Şekil 1.2. Süperiletkenliğin T_c 'ye göre tarihsel gelişimi	3
Şekil 1.3. Normal metal ve süperiletken direncinin sıcaklığa göre değişimi....	5
Şekil 1.4. Normal kritik manyetik alan ve sıcaklık grafiği	6
Şekil 1.5. Kritik yüzey faz diagramı	7
Şekil 1.6. Değişen manyetik alana karşı oluşan perdeleme akımları	8
Şekil 1.7. Normal ve süperiletken durum.....	9
Şekil 1.8. Süperiletkenlerin manyetik davranışları	10
Şekil 1.9. Manyetik alanın süperiletkene nüfüs edişi.....	11
Şekil 1.10. I. Tip ve II. Tip süperiletkenler için sıcaklığa bağlı kritik manyetik alan değişimi	13
Şekil 1.11. I. ve II. Tip süperiletkenlerin manyetik alan içindeki davranışları .	13
Şekil 2.1. Manyetik alanın nüfüs etme derinliği	17
Şekil 2.2. Karışık durumda süperiletken ve normal bölgeler arasında ara yüzey	19
Şekil 2.3. İki elektron arasında örgü bozulmasından ortaya çıkan çekici etkileşmenin şematik gösterimi	21
Şekil 2.4. Süperiletken enerji aralığının sıcaklıkla değişimi	22
Şekil 3.1. Perovskit yapısı	25
Şekil 3.2. Yüksek sıcaklık süperiletkenliklerinin genel yapısı	26
Şekil 4.1. Kalsinasyon işlemi	28
Şekil 4.2. Sinterleme işlemi	28
Şekil 5.1. 25K-125K sıcaklık aralığında direncin sıcaklığa bağlı grafiği	30
Şekil 5.2. Zr eklenmiş Bi-2223 XRD ölçüm grafiği	33
Şekil 5.3. SEM analiz sonuçları	35
Şekil 5.4. Numune yüzeyindeki nano ölçekli element dağılımı	37
Şekil 5.5. Vickers Microsertlik analiz grafiği	39

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 4.1. Bileşenlerin sembolleri, saflıkları.....	27
Tablo 5.1. Örnek ölçüm sonuç tablosu.....	31
Tablo 5.2. XRD ölçüm sonuç tablosu.	34
Tablo 5.3. Deneysel EDX bulguları.....	36

KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ

B	: Manyetik Akım Yoğunluğu
E	: Elektrik Alan
H	: Manyetik Alan
M	: Manyetizasyon (Mıknatıslanma)
R	: Direnç
V	: Gerilim
F_P	: Çivileme (Pinning) Kuvveti
F_L	: Lorentz Kuvveti
H_a	: Uygulanan Manyetik Alan
H_c	: Kritik Manyetik Alan
H_{c1}	: Alt Kritik Alan
H_{c2}	: Üst Kritik Alan
H^*	: İlk Tam Nüfuz Alanı
H^{**}	: İkinci Nüfuz Alanı
H^{*0}	: T=0'daki İlk Tam Nüfuz Alanı
H_{irr}	: Tersinmezlik Alanı
H_{AC}	: AC Manyetik Alan
H_{DC}	: DC Manyetik Alan
I_c	: Kritik Akım
J_c	: Kritik Akım Yoğunluğu
M_{rem}	: Tuzaklanan Manyetizasyon (Mıknatıslanma)
T_c	: Kritik Geçiş Sıcaklığı
T_{cm}	: Matris Kritik Sıcaklığı
T_{irr}	: Tersinmezlik Sıcaklığı
U_0	: Çivileme (Pinning) Potansiyeli
Φ	: Manyetik Akı
ω	: Açısal Frekans
τ	: Zaman sabiti
λ	: Nüfuz Derinliği
ϵ_0	: Boşluğun Dielektrik Katsayısı
μ_0	: Boşluğun Manyetik Geçirgenlik Katsayısı
ρ	: Özdirenç

- ζ : Uyum Uzunluđu
k : Boltzmann sabiti
 κ : Malzemenin süpeiletken tipi

TEŐEKKÜR

Tez alıőmam sűresince yardımlarını esirgemeyen herkese teőekkűrű bir bor bilirim. Őncelikle deęerli hocam ***Do.Dr.Murat PAKDİL'e*** desteęiyle her zaman yanımda olduęu iin en derin saygı ve teőekkűrlerimi sunarım.

Abant İzzet Baysal Őniversitesi Műhendislik Fakűltesi Makine Műhendislięi bűlűműnden ***Yrd.Do.Dr.Gűrcan YILDIRIM'a*** tezdeki katkılarından dolayı ok teőekkűr ederim.

Son olarak bu dűnem boyunca yanımda olan arkadaőlarım, isimlerini saymam gerekirse annem ***Behiye AKDEMİR'e***, kız kardeőim ***Nihal AKDEMİR DİBEK'e***, erkek kardeőim ***Giray DİBEK'e***, yeęenim ***Hasan Ali DİBEK'e*** ve űzellikle alıőma yerim olan ***Bolu Zengin Alűminyum Enj. San. Tic. Lmt. Őti. ailesine ve alıőanlarına*** teőekkűr ederim.

Ertuęrul AKDEMİR

1. GİRİŞ

1.1 Süperiletkenliğin Keşfi

Süperiletkenlik ilk kez H. Kamerling Onnes tarafından 1911 yılında bulundu. Deneyinde He (Helyum) gazını sıvılaştırarak, sıcaklık derecesini 4K kadar düşürmüş, saf Hg (civa)'nın direncini ölçmüş ve 4,19K'da direncini sıfıra düşüğünü bulmuştur. Metal ve alaşımların bir çoğunda sıcaklık düşürüldüğünde elektrik öz direnci sıfıra gider. Elektriksel direncin maddeye özgü bir sıcaklık değerinin altında sıfırın altına düşmesi olayına süperiletkenlik denir. (Bilgili,2007)

Süperiletkenin direncini kaybettiği sıcaklığa süperiletkenlik geçiş sıcaklığı yada kritik sıcaklık denir. Her metalde bu değer farklılık gösterir. T_c ile gösterilir. (Özkan,2010)

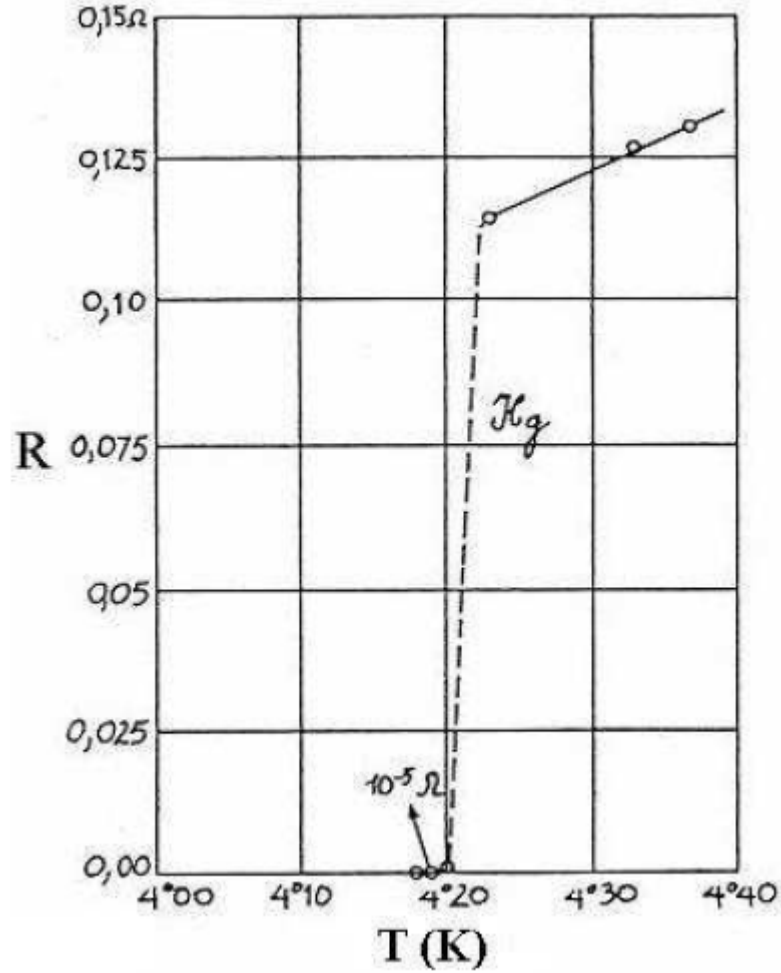
Civanın (Hg) süperiletkenliği keşfedildikten sonra, kurşun (Pb), indiyum (In), alüminyum (Al) ve niobiyum için bu özellik keşfedildi. Diğer elementler için araştırmalar yapıldı. (Bilgili,2010)

Alaşım ve bileşiklerin araştırılmasında; daha yüksek geçiş sıcaklığına sahip malzemelerin araştırılması ve bulunması etkili olmuştur. 1972'de Niobiyum-Germenyum (Nb_3Ge) alaşımının 23K geçiş sıcaklığına sahip olduğu bulundu. (Yaşar,2009)

1.2 Tarihsel Gelişme

1911 yılında civa (Hg) üzerinde deneyler yapılırken; civanın direncinin 4,19K de aniden sıfıra düşmesi Onnes tarafından kusursuz iletkenlik anlamında olan süperiletkenlik olarak adlandırmıştır. (Yaşar,2009)

Bilinen süperiletken malzemelerin karakteristik özelliklerini keşfetmek veya geliştirmek süperiletkenlik çalışmalarının temelini oluşturmaktadır.



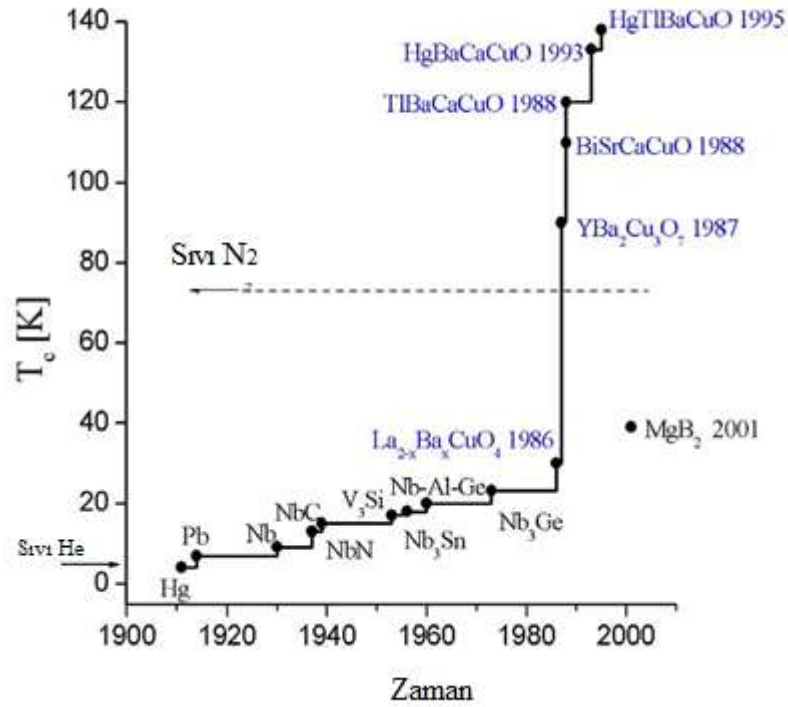
Şekil 1.1. Cıvanın (Hg) öz direncinin mutlak sıcaklıkta değişimi (Kittel, çev., 1996)

Süperiletken bir malzeme aynı zamanda kusursuz diamanyetik özellik gösterir. 1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld süperiletken malzemeyi manyetik alan içinde soğuttuklarında, alanın örnek içerisine girmediğini gözlemlediler. Bu olay Meissner etkisi olarak bilinir. (Yaşar, 2009)

1935 yılında; Meissner etkisini Fritz ve Heinz London kardeşler açıklamayı başardı. Maxwell denklemlerini elektromanyetizmada süperiletken durum için uyguladılar. (Zalaoğlu,2011)

1950 yılında; Ginzburg ve Landau normal hal ile süperiletken hal arasındaki farkı bir düzen parametresiyle ortaya koydular. (Özkan,2010)

1957 yılında; J. Barden, L. Cooper, J. R. Schrieffer mikroskobik anlamda süperiletkenliğin teorisini gerçekleştirdiler ve BCS teorisi olarak adlandırıldı. (Düzgün,2010)



Şekil 1.2. Süperiletkenliğin T_c'ye göre tarihsel gelişimi (Düzgün,2010)

1986 yılında; J. G. Bednorz ve K. A. Müller tarafından La-Ba-Cu-O sisteminde yüksek sıcaklık süperiletkenlikleri izlendi. (Yaşar,2009)

1987 yılında; La yerine yitrium konularak, süperiletkenlik geçiş sıcaklığı 90K'nin üzerine çıkarıldı. Bu sıcaklık sıvı azot sıcaklığından yüksek olması nedeniyle önem taşır. (Yaşar,2009)

1988 yılında; Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde 110K ve TI-Ba-Ca-Cu-O sisteminde 125 K sıcaklıklarında süperiletkenlik gözlemlendi. (Düzgün,2011)

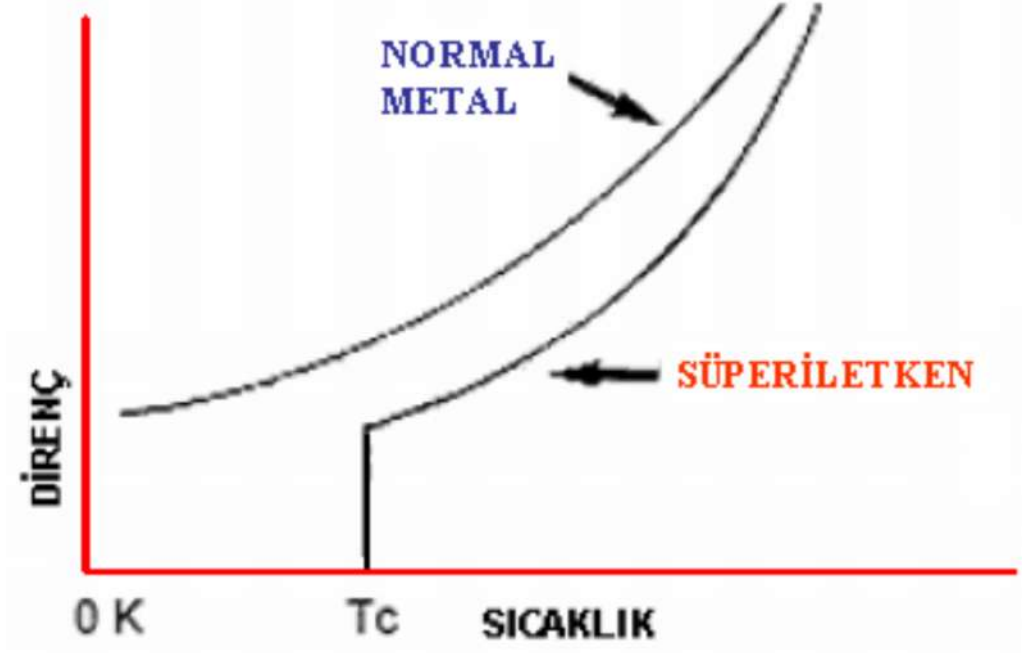
1995 yılında; $Hg_{0.8}TI_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8.33}$ 138K'de T_c 'ye sahip bileşiği keşfedildi. (Yaşar,2009)

2001 yılında; MgB_2 nin 39K'da süperiletken olacağını Akimutsu ve arkadaşları keşfetti. Böylelikle metal bir süperiletkenin 39K'da yüksek bir T_c 'ye sahip olacağı ortaya çıkmıştır. (Yaşar,2009)

1.3 Kritik Sıcaklık

Metal içinde serbest olarak hareket eden iletim elektronları akımı taşır. Düzgün tekrarlanan örgülü kristal yapıya sahip bir metal içerisinde, elektronlar momentum kaybetmeden ilerleyebilirler. Bu örgüde yabancı atomlar ve diğer kusurların rastgele yayılması bu periyodik ilerlemeyi engeller. Isısal titreşimler ve iletkenlik elektronlarının bu ortamda ilerlerken karşılaştıkları elektriksel direnç artar. Atomların ısısal titreşimleri ve iletkenlik elektronları sıcaklık düşürüldüğünde saçılma sıklığı düşer. (Özkan,2010)

Sıcaklık iyice düşürüldüğünde elektrik özdirencinin birden sıfıra gitmesi durumuna süperiletkenlik denir. Bu durumda kritik bir T_c civarında örnek normal elektrik direncine sahip bir fazdan sıfır direnç durumunu gösteren süperiletkenlik fazına geçiş yapar. Şekil 1.4'de normal metal ve süperiletkenin direncinin sıcaklığa göre değişimi gösterilmiştir (Taylor, çev., 1996).



Şekil 1.3. Normal metal ve süperiletkenin direncinin sıcaklığa göre değişimi (Taylor, çev., 1996).

1.4 Kritik Manyetik Alan

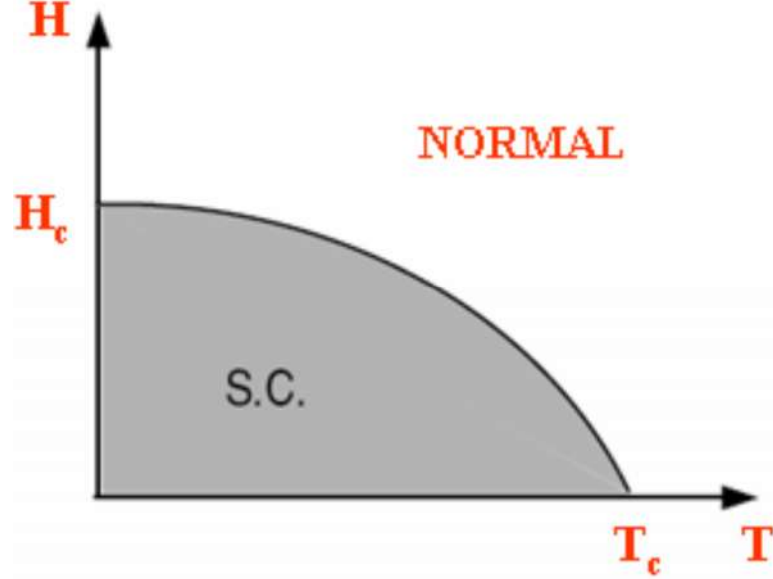
Yüksek bir manyetik alanda, süperiletken bir maddenin özelliğini kaybettiği görülmektedir. Süperiletkenliği bozan ve normal direncin tekrar ortaya çıkmasına sebep olan bu değere Kritik Manyetik Alan denir ve H_c ile ifade edilir. Bu alan dışarıdan uygulanan bir manyetik alan yada süperiletken içinden geçen akımın kendi üzerinde oluşturduğu manyetik alan olabilir. Bu nedenle süperiletkenlerden geçirilebilen akım da sınırlıdır (Cevizci,2013).

Maddenin süperiletken durumda bulunabilmesi için kritik sıcaklık değeri ile birlikte kritik manyetik alan değerinin de altında bulunması gerekir. Yani ortamdaki manyetik alan şiddetinin, bulunduğu sıcaklığa ait kritik manyetik alan değerinden düşük olması gerekmektedir (Bilgili,2007).

Kritik alan ve sıcaklık arasında aşağıdaki gibi deneysel olarak tanımlanan bir ilişki vardır (Cevizci,2013).

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1.4.1)$$

$H_c(0)$ mutlak sıfıra denk gelen deęerdir.

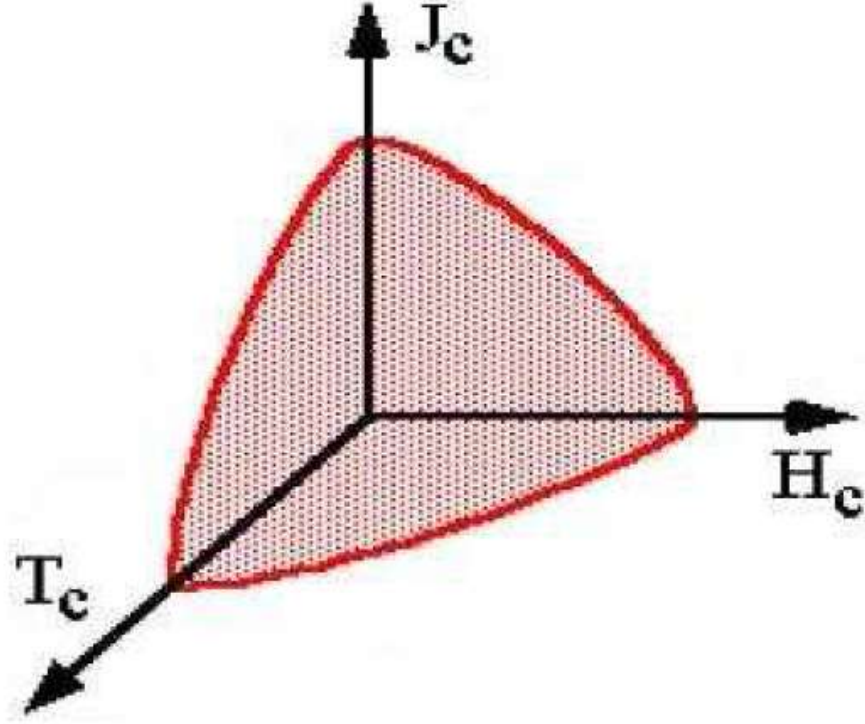


Şekil 1.4. Normal Kritik manyetik alan ve sıcaklık grafięi (Kadıoęlu,2010)

Bu grafikte eęrinin üstündeki bölge normal; altındaki bölge süperiletken hale karşılık gelir. Buna göre dış manyetik alanda bulunan bir maddenin kritik sıcaklığı manyetik alanın artmasıyla azalmaktadır. (Kadıoęlu,2010)

Süperiletken bir malzeme incelenirken birbirleriyle ilişkili üç fiziksel özellik önem kazanmaktadır. (Bilgili,2007)

- Süperiletken hale geçiş sıcaklığı (kritik sıcaklık, T_c)
- Süperiletken halini kaybetmeden uygulanabilecek maksimum magnetik alan (kritik magnetik alan, $H_c(T)$)
- Süperiletken halini yitirmeksizin taşıyabileceęi maksimum akım (kritik akım, I_c) veya akım yoğunluğu (kritik akım yoğunluğu, J_c)

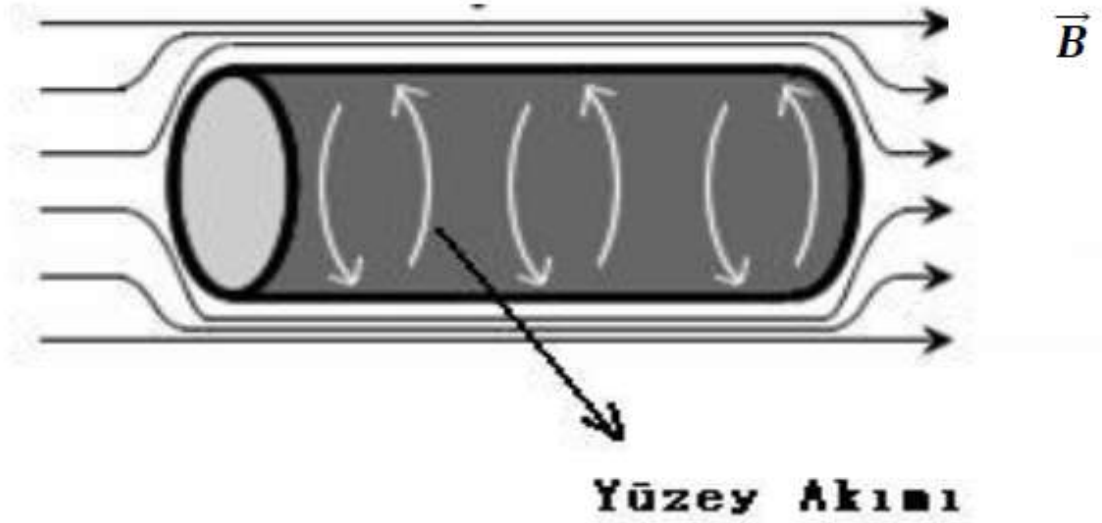


Şekil 1.5. Kritik yüzey faz diagramı

1.5 Meissner Olayı

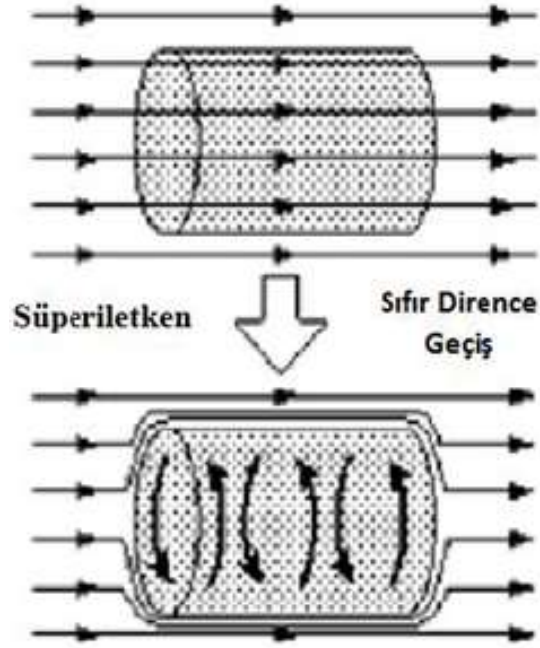
İçinden geçen akıma karşı bir direnç göstermemesi süperiletken durumun karakteristik özelliklerindedir. 1911 yılında K. Onnes'un sıfır elektrik direncini keşfetmesinden 22 yıl sonra; Meissner ve Ochsenfeld süperiletken maddelerin sahip olduğu mükemmel diyamanyetizma olarak tanımlanan ikinci temel bir karakteristik özellik sergilediklerini deneysel olarak gözlemişlerdi. (Cevizci,2013)

Normal bir iletken dış manyetik alanı uygulanırsa, iletkenin yüzeyinde manyetik alan şiddetinin değişimine karşı koyan girdap akımları oluşur. Oluşan bu akımlar alanın iletken içine girmesini önler. Manyetik alan şiddeti son değerine ulaştığında, yani zamanla değişen bir manyetik alan şiddeti olmadığında, girdap akımları dağılır. İletken içinde ve dışında manyetik alan eşit olur. Yani süperiletken malzemelerde zıt yönde mıknatıslanmaya neden olan, Lenz yasası gereği dış manyetik alan uygulanması sonucu oluşan yüzey akımlarıdır. (Şahin,2013)



Şekil 1.6. Değişen manyetik alana karşı oluşan perdeleme (girdap) akımları
(Şahin,2013)

Süperiletken maddeyi kritik sıcaklığın altındaki bir sıcaklığa soğutup bir manyetik alan içine koyarsak; süperiletken yüzeyinde dış manyetik alanın numune içine girmesini engelleyen indüksiyon yoluyla üretilen kalıcı perdeleme akımları oluşur. Bu akımlar, manyetik alan şiddeti maksimum değerini alsa, yani manyetik alanda zamanla değişim olmadığında, ya da manyetik alan kaldırılrsa dahi örnek içinde varlığını korur. Süperiletken yüzeyinde oluşan perdeleme (girdap) akımları süperiletkenin içinde ve dışında bir alan yaratır. Süperiletken maddenin içinde, uygulanan alan ve indüklenen manyetik alan nötrleşirken süperiletkenin dışından toplanır. Bu sonucu manyetik alanın dışarlanması olarak gözleriz. (Cevizci,2013)



Şekil 1.7. Normal ve süperiletken durum (Meissner etkisi) (Cevizci,2013)

Manyetik alanı hesaplamak için kullanılan eşitlik (Cevizci,2013);

$$B = \mu_0(H + M) \quad (1.5.1)$$

Süperiletkenlik durumunda;

$$B = \mu_0(H + M) = 0 \quad (1.5.2)$$

$$(H + M) = 0$$

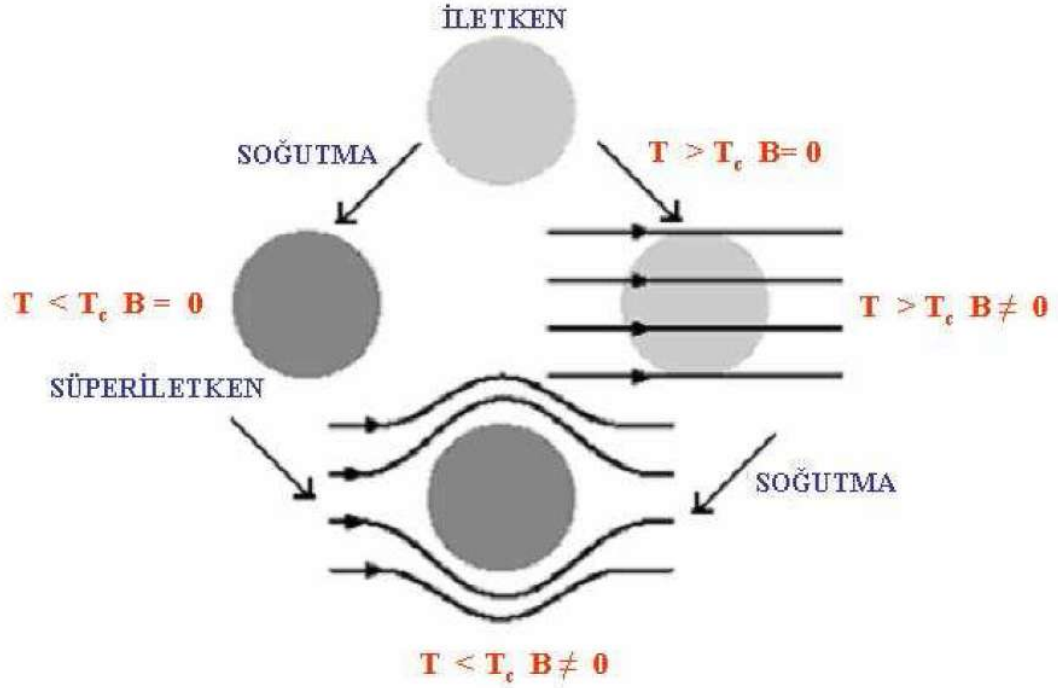
$$M = -H \quad (1.5.3)$$

Diamanyetiklik için uygulanan alan karşı maddenin tepkisini belirten manyetik alınganlık değeri -1'dir.

$$\chi = \frac{dM}{dH} = -1 \quad (1.5.4)$$

Kritik sıcaklık altındaki (T_c); bir süperiletkenin manyetik geçirgenliği (Cevizci,2013);

$$\chi = 1 + \chi = 0 \quad (1.5.5)$$



Şekil 1.8 Süperiletkenlerin manyetik davranışları (Çam, Kış, 2005)

1.6 Nüfus Derinliği

Manyetik alanların maddenin iç noktalarından dışarılaşması sonucunda süperiletkenlerde oluşan yüzey akımlarını doğurur. Gerçekte bu yüzey akımları sıfır kalınlığa sahip değildir. Tersine bu akımlar yüzeyden maddeye nüfuz ederek, sonlu kalınlıkta bir madde tabakası üzerine dağılırlar. Mükemmel diyamanyetizma özelliğinin, yüzey akımları neticesinde malzeme içersinde tamamen korunmasına karşın, manyetik alan bu ince katman içersine süzülmesine nüfuz derinliği denilmektedir. Yüze paralel uygulanan B manyetik alanı, yüzeyden içeriye doğru x mesafesine bağlı olarak üstel bir şekilde azalarak nüfuz etmekte ve sonuçta sıfırlanmaktadır (Bilgili,2007).

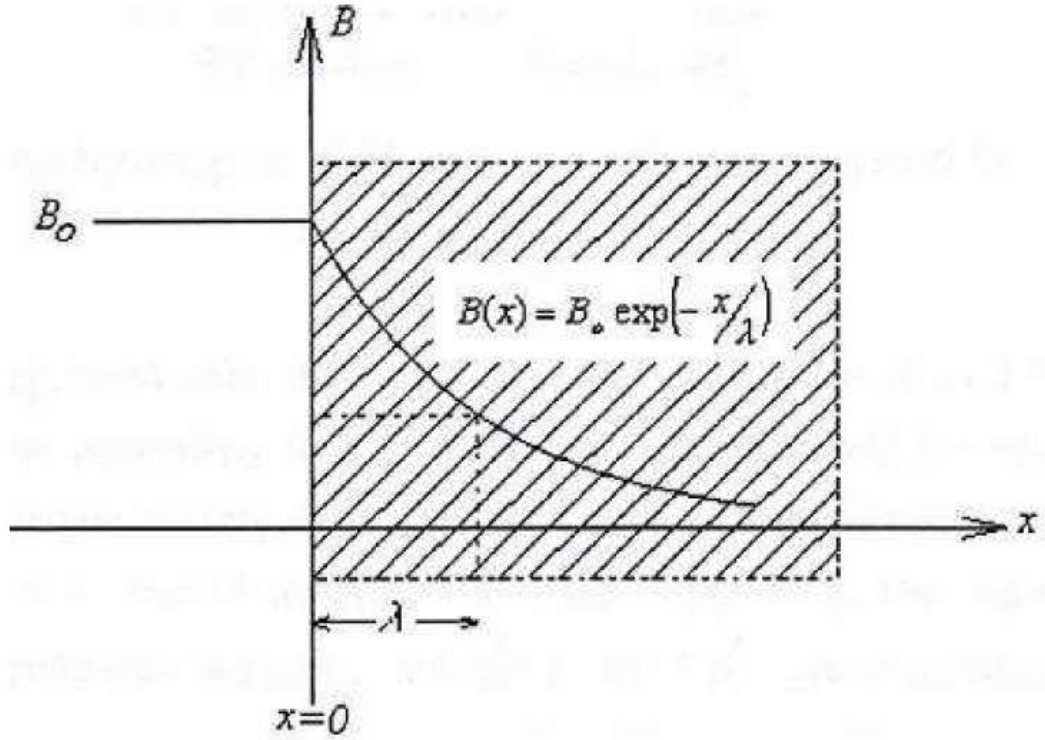
$$B(x) = B(0)\exp\left(-\frac{x}{\lambda}\right) \quad (1.6.1)$$

Yüzeyden içeriye doğru x derinliğindeki manyetik alanı $B(x)$ ile ifade edilmiştir (Bilgili,2007).

λ parametresi sıcaklığa bağlı nüfus derinliğine denir ve belli bir derinlikte görülmemektedir (Bilgili,2007).

$$\lambda_T = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4\right]^{1/2} \quad (1.6.2)$$

λ_0 mutlak sıfır için kabul edilen nüfus derinliği ve T_c süperiletken hal geçiş sıcaklığıdır.



Şekil 1.9 Manyetik alanın süperiletkene nüfuz edişi (Bilgili,2007).

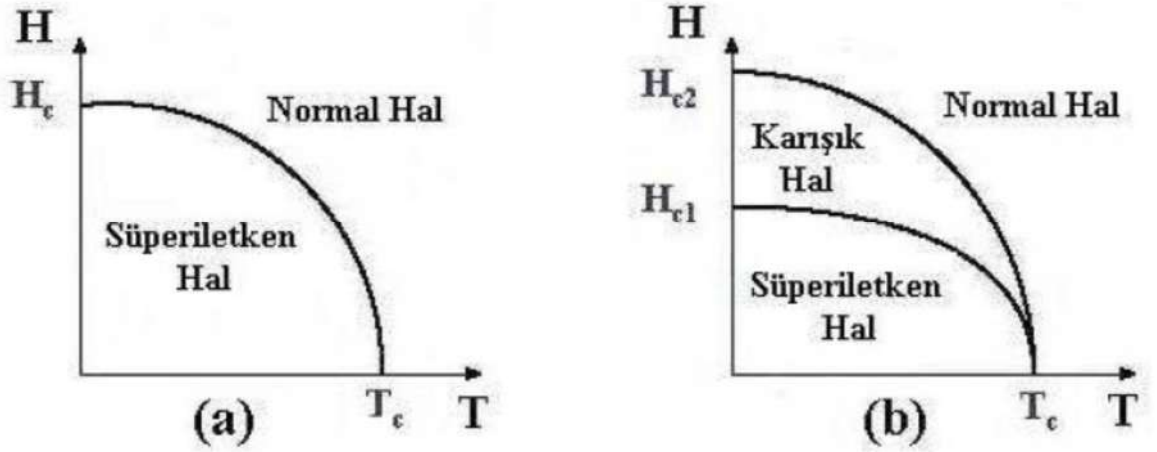
1.7 I. ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenler bir manyetik alan içindeki davranışlarına göre I. ve II. tip olmak üzere iki gruba 1950'li yıllarda A.Abrikosov tarafından ayrılmıştır. Süperiletkenlik özelliği gösteren Niyobyum (Nb) ve Vanadyum (V) dışında tüm metalik elementler I. tip süperiletkenlerdir. Nb ve V elementleri ve süperiletkenlik özelliği gösteren tüm alaşım ve bileşikler II. tip süperiletkenlerdir. II. Tip süperiletkenler yüksek sıcaklık süperiletkenleri sınıfına girerler (Yaşar,2009).

I. tip süperiletken H_c kritik manyetik alan değerine kadar tümüyle diyamanyetik olup manyetik alanı dışarılar. Süperiletken durumu aniden ve tamamıyla H_c ' den büyük bir alan değerinde ise ortadan kalkar (Şahin,2013).

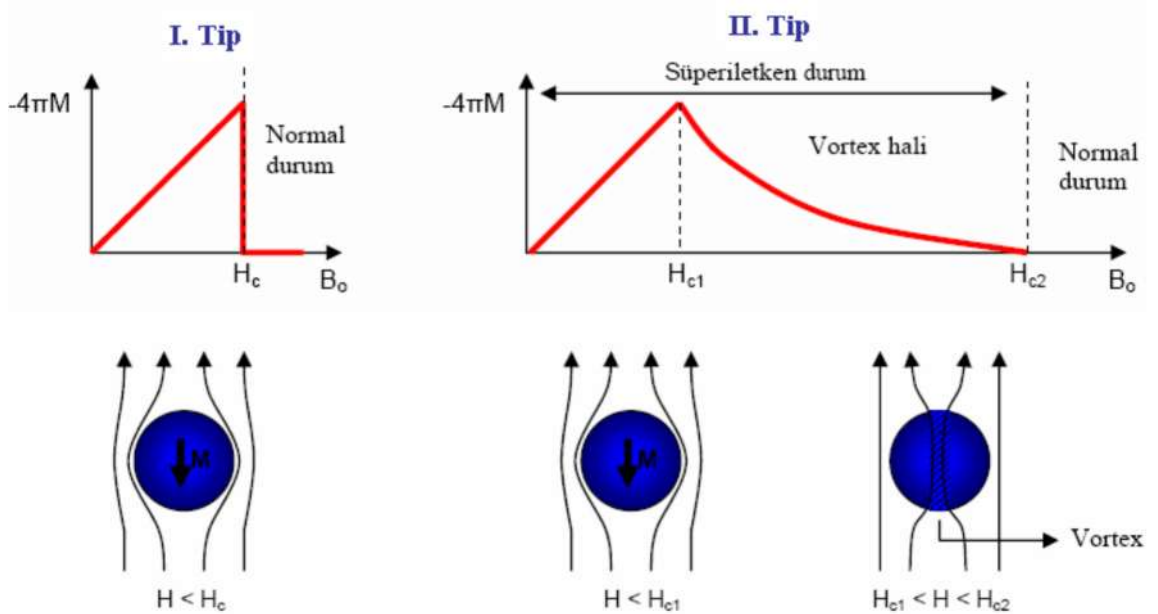
II. tip süperiletkenlerde H_{c1} ve H_{c2} olmak üzere iki tane manyetik alan vardır. Alt H_{c1} ve üst H_{c2} alanları kritik H_{c1} alanı ile üst H_{c2} alanı arasındaki değerlerde manyetik akı yoğunluğu tam olarak sıfıra eşit değildir ve Meissner etkisi tam olarak oluşmamıştır. II. tipde süperiletkenlik H_{c1} ' den büyük bir alan uygulandığında ortadan kalkmaz. H_{c1} ' den büyük alanlarda manyetik alan sadece kısmen dışarılanır, fakat elektriksel olarak süperiletken olma özelliğini sürdürür. Sadece süperiletkenlik oldukça yüksek H_{c2} alan değerinden (≈ 100 kGauss) sonra dış akı tamamı ile örnek içine girmeye başlar ve ortadan kalkar (Bilgili,2007).

H_{c1} ve H_{c2} değerleri arasındaki bir manyetik alan değerinde; süperiletken malzeme, girdap (vortex) hali olarak adlandırılan karışık halde bulunur (Özkan,2010).



Şekil 1.10. I.Tip ve II.Tip süperiletkenler için sıcaklığa bağlı kritik manyetik alan değişimi (Özkan,2010).

Vortex halde madde 0 dirence sahip olabilir ve akı kısmen nüfuz edebilir. Uygulanan alan alt kritik alanı geçtiğinde; girdaplı bölgeler normal kısımlardan oluşan fitiller şeklinde olur. Uygulanan alanın şiddeti arttığında fitil sayıları artar ve alan üst kritik alana ulaştığında, numune normal hale geçer (Özkan,2010).



Şekil 1.11. I. ve II. tip süperiletkenlerin manyetik alan içindeki davranışları (H_c kritik manyetik alan) (Kış, Çam, 2005).

2. SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ

2.1 London Teorisi

İki kardeş F.London ve H.London, tarafından 1935 yılında Meissner-Ochsenfeld olayını izah eden ilk teori geliştirildi. Onların teorisi, süper akışkan helyumun iki-akışkan modelinden kaynaklanmaktaydı. Bu modele göre; süperiletkenlerdeki elektronlar iki grubun karışımı olarak, süperiletken grubun yoğunluğu n_s ve normal grubun elektron yoğunluğu n_n şeklinde tanımlanır. Bir süperiletkendeki toplam elektron yoğunluğu $n=n_n+n_s$ 'dir (Özkan,2010).

Süperiletkenin sıcaklığı $T=0$ 'dan $T=T_c$ ' ye kadar arttırıldığında, süper elektronların yoğunluğu n_s , n 'den sıfır değerine düşer (Askerzade, 2005). Bu durumda süper elektronlar ilerlerken direnç ile karşılaşmazlar. Bu akımlar süperiletken içinde elektrik alan meydana getirmezler. Eğer getirmiş olsalardı, süper elektronlar malzeme içersine sonsuza kadar ivmelenirlerdi. Normal elektronlar elektrik alanı olmaksızın durgun sistemde hareketsizdir. Elektrik alanı içerisinde süperelektronların hareket denklemi (Bilgili,2007),

$$m_e \frac{dv_s}{dt} = eE \quad (2.1.1)$$

m elektronun kütlesi; e elektron yükü; v süperakışkanın hızıdır.

Süperakışkanın yoğunluğunu;

$$J_s = n_s e v_s \quad (2.1.2)$$

yazabiliriz ve türevini alırsak;

$$\frac{\partial J_s}{\partial t} = n_s e \frac{\partial v}{\partial t} \quad (2.1.3)$$

Bu eşitliği (2.1.1) eşitliğinde yerine yazarsak 1. London Denklemi elde etmiş oluruz

$$\frac{\partial J_s}{\partial t} = \frac{n_s e^2 E}{m_e} \quad (2.1.4)$$

Bu eşitliğin rotasyonunu alırsak 2. London Denklemi elde ederiz.

$$\nabla \times \frac{\partial J_s}{\partial t} = \frac{n_s e^2}{m_e} \nabla \times E \quad (2.1.5)$$

Maxwell denklemlerinden $\nabla \times E = \frac{\partial B}{\partial t}$ ifadesini kullanarak formül aşağıdaki eşitliği elde etmiş oluruz.

$$\nabla \times \frac{\partial J_s}{\partial t} = -\frac{n_s e^2}{m_e} \frac{\partial B}{\partial t} \quad (2.1.6)$$

Bu ifadeyi tekrardan düzenleyelim;

$$\frac{\partial}{\partial t} \left[\nabla \times J_s + \frac{n_s e^2}{m_e} B \right] = 0 \quad (2.1.7)$$

Meissner olayı ile; parantez içi sıfıra eşit olması lazım;

$$\nabla \times J_s = \frac{-n_s e^2}{m_e} B \quad (2.1.8)$$

Bu ifade 2. London Denklemi olarak bilinir. Üçüncü Maxwell eşitliğini tekrardan yazacak olursak;

$$\nabla \times B = \mu_0 J \quad (2.1.9)$$

$$\nabla \times (\nabla \times B) = \mu_0 (\nabla \times J) \quad (2.1.10)$$

$$\nabla_x(\nabla_x B) = \mu_0 \left(\frac{-n_e e^2}{m_e} B \right) \quad (2.1.11)$$

$$\nabla_x \nabla_x v = \nabla(\nabla v) - \nabla^2 v \quad (2.1.12)$$

$$-\nabla^2 B = \mu_0 \left(\frac{-n_e e^2}{m_e} B \right) \quad (2.1.13)$$

$$\nabla^2 B = \mu_0 \left(\frac{n_e e^2}{m_e} B \right) \quad (2.1.14)$$

$$\frac{d^2 B}{dx^2} - \mu_0 \left(\frac{n_e e^2}{m_e} B \right) = 0 \quad (2.1.15)$$

Sınır şartları düşünülürse $B(0)=B_0$ ve $B(\infty)=0$ olmalı.

Yukarıdaki denklemin çözümü;

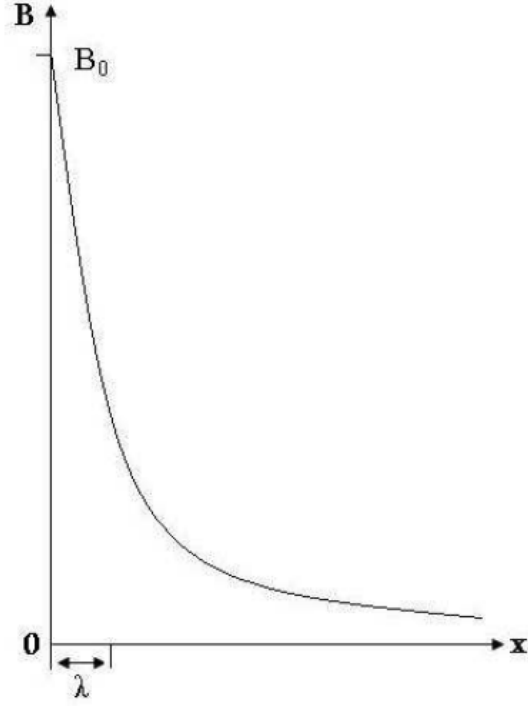
$$B(x) = B(0)e^{-x/\lambda} \quad (2.1.16)$$

şeklindedir. Bu ifade manyetik alanın süperiletken yüzeyinden itibaren üstel olarak azaldığının gösterir. Manyetik alan belli oranda süperiletken maddenin içine girilir. Bu uzaklığa London Nüfus Derinliği denir ve λ ile ifade edilir (Özkan,2010).

$$\lambda = \left(\frac{m_e}{n_s e^2 \lambda_0} \right)^{1/2} \quad (2.1.17)$$

London Teorisi λ 'nin sıcaklıkla değişimini de şöyle ifade etmiştir;

$$\lambda = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^4 \right] \quad (2.1.18)$$



Şekil 2.1. Manyetik alanın nüfus etme derinliği (Özkan,2010).

2.2 Ginzburg-Landau Teorisi

İlk kuantum mekaniksel yaklaşım Landau ve Ginzburg tarafından 1950 yılında yapılmıştır. Ginzburg Landau teorisi makroskopik bir teoridir ve genel termodinamik konularıyla süperiletkenin makroskopik özelliklerini inceler (Kadioğlu,2010).

London teorisinde öngörüldüğü gibi süperiletken elektronlar varsayımına dayanır. Normal duruma göre daha düzenli bir durum olan süperiletken duruma geçiş, ikinci dereceden faz geçişidir. İkinci derece faz geçişi süreksiz olarak sistemin simetrisinin bozulma olayıdır. Düzen parametresi, $T < T_c$ durumunda sıfırdan farklı ve $T > T_c$ durumunda sıfır olmalıdır (Şahin,2015).

Düzen parametresi Landau'nun ikinci derece faz geçişleri teorisindeki süperiletken elektronları tanımlayan kompleks dalga fonksiyonu ψ olarak seçilmiştir. Süperiletken elektron yoğunluğu $n_s = |\psi(x)|^2$ ile verilmiştir. Varyasyon prensibinden yararlanarak ve serbest enerjinin ψ ve $\nabla\psi$ kuvvetinden seriye açılımını kullanarak, ψ için iki adet diferansiyel denklem türetmişlerdir (Kadioğlu,2010).

$$\propto \psi + \beta\psi|\psi|^2 + \frac{1}{2m^*}(ih\nabla + \frac{e^*}{c}A)^2\psi = 0 \quad (2.2.1)$$

Bu denklem serbest parçacık için Schrödinger eşitliğinin non-lineer terim içeren benzeridir (Kadıoğlu,2010);

$$J_s = \frac{e^*h}{i2m^*}(\psi^*\nabla\psi - \psi\nabla\psi^*) - \frac{e^{*2}}{m^*c}|\psi|^2A \quad (2.2.2)$$

Süperakım eşitliği ise alışık olduğumuz kuantum mekanik akım ifadesidir ve London teorisi kapsamının ötesinde iki özelliği açıklayabilmişlerdir (Kadıoğlu,2010);

- (1) n_s 'yi değiştirebilecek kadar güçlü alanların non-lineer etkileri
- (2) n_s 'nin uzaysal varyasyonu

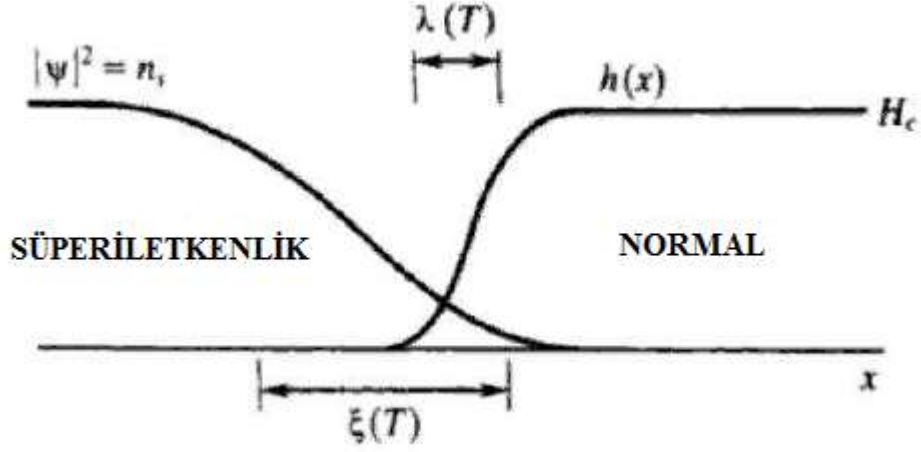
Teorinin ana başarısı süperiletken ve normal bölgelerin $H \approx H_c$ civarında aynı anda var olduğu durumu işlemesidir (Kadıoğlu,2010).

Teori ilk önerildiğinde daha çok fenomenolojik görünmüştür. Ancak 1959 yılında Gorkov Ginzburg Landau teorisinin aslında mikroskopik BCS teorisinin, T_c yakınlarında geçerli olan bir limit durumu olduğunu göstermiştir. Buna göre ψ , BCS teorisindeki Cooper çiftlerinin kütle merkezinin dalga fonksiyonu olarak düşünülebilir (Bilgili,2007).

Ginzburg Landau teorisi eşuyum uzunluğu olarak adlandırılan karakteristik bir uzunluk ortaya atar (Kadıoğlu,2010);

$$\zeta T = \frac{h}{|2m^*\alpha(T)|^{\frac{1}{2}}} \quad (2.2.3)$$

Üzerinde süperiletkenliğin yaratılabildiği veya yok edilebildiği en küçük boyut olarak eşuyum uzunluğu tanımlanabilir. Eşuyum uzunluğu ne kadar büyükse süperiletken malzeme o kadar iyi bir süperiletken olarak tanımlanır (Bilgili,2007).



Şekil 2.2. Karışık durumda süperiletken ve normal bölgeler arasında ara yüzey (Bilgili,2007).

Ginzburg Landau parametresi iki karakteristik uzunluğun oranı olarak tanımlar (Kadıoğlu,2010);

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.2.4)$$

κ değeri süperiletkenin hangi tip olduğunu belirtir. $\kappa < \frac{1}{2}$ I. tip, $\kappa > \frac{1}{2}$ II. tip süperiletkene karşılık gelir [Askerzade,2005].

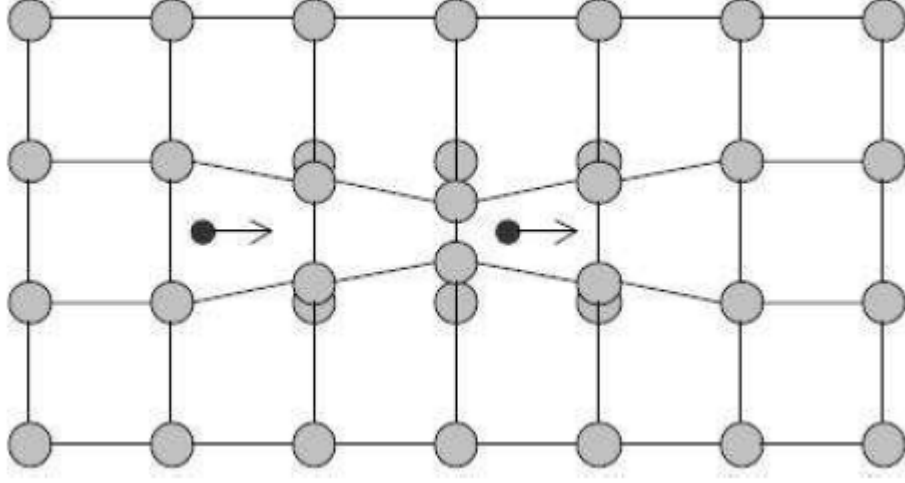
2.3 BCS Teorisi

Maxwell (1950) ve Reynolds ve ekibinin (1950) izotop etkisini buluşu, ($T_c \propto M^{-\alpha}$ burada M iyonik kütle ve $\alpha \approx 1/2$) süperiletkenliğin elektron-fonon etkileşmesinin sonucu olduğu görüşüne güçlü bir destek vermiştir. Aynı elementin farklı izotoplarının geçiş sıcaklıkları incelediğinde atomik kütleler arttıkça geçiş sıcaklığının azaldığını buldular. İzotop olayı olarak bilinen bu gözlem, örgü hareketlerinin, süperiletkenlik mekanizmasında önemli bir rol oynadığını göstermektedir (Serway, çev., 1996).

Pratikte defalarca süperiletkenlik gözlenmesine rağmen; teorisinin geliştirilmesi hep geri kalmıştır. İlk olarak London kardeşler tarafından 1935' de ve 1950'de WL. Ginsburg ve LD. Landan tarafından süperiletkenlik için başarılı modellemeler yapılmış olmasına rağmen ilk esaslı teori 1957 yılında John Bardeen, Leon Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından önerilmiştir ve kurucularının soyadlarının baş harflerinin bir araya getirilmesiyle BCS kuramı olarak anılmaktadır. Bu kuramları ile 1972 Nobel Fizik ödülünü almışlardır (Bilgili,2007).

Elektronlar sahip oldukları negatif elektrik yükleri nedeniyle Coulomb yasası gereği birbirlerini iterler. Ancak Cooper, elektron çiftlerinin coulomb itmesinden daha güçlü bir kuvvet yardımıyla birbirlerini çekebileceğinden söz ediyordu. Elektronların birbirlerini çekmesi fikri ilk bakışta çok ilginç görünüyordu. Bunun nasıl olduğu sorusunun yanıtıysa kristal örgüdeki iyonlarla elektronlar arasındaki etkileşimde gizliydi (Özkan,2010).

Süperiletkenlerde yük taşıyıcılarının Cooper çiftleri olarak bilinen zıt momentumlu elektron çiftleri oluşturmasına dayanmaktadır. Örgü içinde komşu iyonlar arasından geçen bir elektron, bir coulomb çekimi ile iyonlara doğru hareket edebilir. Bu çekim, momentum kazanarak elektron ve iyonlara zayıf bir şekilde hareket etmelerine neden olacaktır. Yük yoğunluğunun arttığı bu bölge, örgü boyunca momentum taşıyan bir dalga olarak yayılacaktır. Hareketli pozitif yük yoğunluk bölgesi yakınından geçen ve ilk elektrona zıt momentum ve spine sahip olan ikinci bir elektron çekici Coulomb kuvvetinin etkisinde kalarak fonon soğuracaktır. O halde elektronlar zayıf bir şekilde bağlanacaklar ve bir Cooper çifti oluşturacaklardır (Şahin,2013).

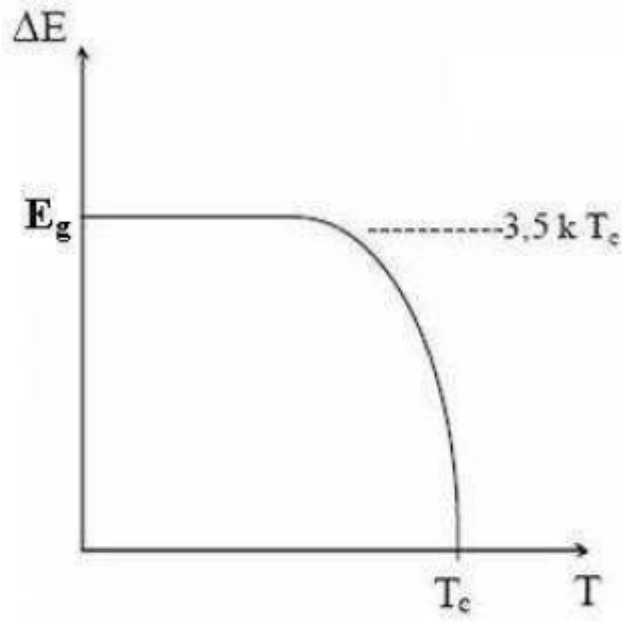


Şekil 2.3. İki elektron arasında örgü bozulmasından ortaya çıkan çekici etkileşimin şematik gösterimi (Şahin,2013).

Cooper çifti bir fononla çarpırsa, süperiletken özellik kaybolabilir, ancak bunun için fonon enerjisinin elektronların karşılıklı etkileşimlerini aşabilecek yeterli enerjiye sahip olması gerekir. Cooper çiftlerini kırmaya yetecek enerjiye mutlak sıcaklığın yakınlarında sahip fonon bulunmaz. Kritik sıcaklığa doğru yükseldikçe, fononların kristal örgü içindeki titreşimleri artar. Kritik sıcaklığa ulaşıldığında da Cooper çiftleri kırılır ve malzeme süperiletken özelliğini kaybeder. İki elektron arasındaki çekici bir elektron-örgü- elektron etkileşmesi Cooper çiftini oluşturan nedendir. Burada kristal örgü, çekici kuvvetin oluşması için aracı görevini yapmaktadır. Bir Cooper çifti eşit fakat zıt moment ve spinlere sahip iki elektrondan oluşmaktadır. Dolayısıyla süperiletkende bir süperakım olmaması halinde, Cooper çifti toplam momentumu ve spini sıfır olan bir sistem oluşturur. Cooper çiftlerinin spini sıfır olduğundan bozonlar gibi davranırlar ve hepsi aynı kuantum durumunda bulunabilirler. Tüm elektronlar bağlı çiftler BCS teorisinde taban durum oluşturacak şekilde kurulur. Tüm çiftler sıfır momentumlu aynı kuantum durumuna kilitlemişlerdir. Bu nedenle dirençsizlik ortaya çıkar. Elektron çiftine yeterli miktarda enerji verilirse çift bozulur, serbest elektronlar oluşur. Süperiletken bir maddede Fermi enerji sınırı civarında (Yaşar,2009);

$$E_g = 2\Delta(0) = 3,5k_B T_C$$

kalınlığındaki dar bölgede bir süperiletkenlik enerji aralığı mevcuttur. E_g cooper çiftlerinin bağlanma enerjisine eşittir. T_c değeri büyük olan süperiletkenlerin geniş enerji aralığına sahiptir. Bu aralık elektron çiftleri tarafından doldurulur ve sıcaklığa bağımlı olarak değişir. Sıcaklığın artması ile, elektron çiftlerinin sayısı giderek azalır ve serbest elektron sayısı artar. Bu aralık mutlak sıfırda maksimumdur ve $T = T_c$ 'de sıfıra eşittir. Bütün çiftlerin bozulması ile süperiletken normal hale geçer (Bilgili,2007).



Şekil 2.4. Süperiletken enerji aralığının sıcaklıkla değişimi (Bilgili,2007).

3. YÜKSEK SICAK SÜPERİLETKENLİKLERİ

3.1 Zamana Bağlı Değişimi

1980' lerin ortalarında süperiletken malzemelerin yeni bir sınıfı ortaya çıktı. Klasik süperiletkenler gibi, metaller ve alaşımları değil, oksitler ve seramik malzemelerdi (Bilgili,2007).

1986 yılında IBM Zürich Arastırma laboratuvarında Bednorz ve Müller, La-Ba-Cu-O (LBCO) sisteminde $[(La,Ba)_2CuO_4]$, 30K T_c 'lik kritik bir sıcaklıkta yeni bir önemli süperiletken buldular. Tokyo Üniversitesi'ndeki Tanaka'nın grubunun ilgisini klasik Bardeen-Cooper-Shrieffer (BCS) teorisinden tahmin edilebilecek yeni daha yüksek T_c 'ye çekmiştir. 1986'nın sonlarında, Ba için Sr'nin yerine konmasının T_c 'yi 42.5 K'e yükseltmede ise yaradığını doğruladılar. Bu gelişmeden sonra; La oksit serilerinde T_c 57 K'lik bir maksimuma ulaştı (Özkan,2010).

Şubat 1987'de, Wue ve ekibi Y-Ba-Cu-O (YBCO) sisteminde $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$ 90K'lik sıvı-nitrojen sıcaklığının üzerinde süperiletkenlik buldu. Yeryüzünde az bulunan elementleri içermeyen oksitlerin diğer sınıflarını araştırmanın yüksek T_c süperiletkenlerini bulmak için önemli olduğuna inanılır. Araştırmacıları diğer üç değerli iyonları içeren süperiletken oksit sistemini çalışmaya yönlendirmiştir (Şahin,2013).

24 Aralık 1987'de Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sisteminde yeni bir sınıf yüksek T_c süperiletkenleri bulundu ve 21 Ocak 1988'de bildirildi. Oksit, YBCO sisteminkinden 15K daha yüksek yaklaşık 105K'lik bir T_c 'ye sahiptir. Tek yüksek T_c fazını izole etmek 4 ay sürdü. Bu olay, Bi' nin bir bölümü için Pb'nin yerine konmasıyla Takana ve ekibi tarafından başarılmıştır (Özkan,2010).

1986 yılından önce keşfedilen bütün süperiletkenler, alçak sıcaklık süperiletkenleri (LTSC) olarak adlandırılır ve bakır-oksit tabakası içermezler. 1986 yılından sonraki kesiflerde süperiletkenler yüksek sıcaklık süperiletkenleri (HTSC) olarak adlandırılır ve hepsi bakır-oksit tabakası içerir. Bakır-oksit tabakaları kendini anizotropik, yani yöne bağımlı özelliklere sahiptirler. Bu özellik direncin bakır-oksit düzleminde çok küçük, düzleme dik doğrultuda ise çok büyük olmasıyla gözlemlenebilir. Mekanik özellik açısından; esnek olmayan yani kırılğan bir yapıya sahiptirler. Taneler arasındaki zayıf bağ etkisinden dolayı düşük kritik akım yoğunluğuna sahiptirler. Ayrıca, BSCCO polikristal maddelerinde yüksek kritik akım yoğunluğu, J_c taşıyan parçacık sıralamasını geliştirmek için uygun metotlar geliştirildi. Bu metotlar: yüksek T_c fazı için, soğuk basınçlama gibi mekaniksel bir yöntem ya da son ısı davranışı boyunca arada bulunan soğuk döndürme ve düşük T_c fazı için, kısmi eritme ve yavaş soğutma kristal geliştirme yöntemi (Özkan,2010).

Bu başarılar Bi-oksit süperiletkenlerin gelecek uygulamalarına ışık tuttu. Uygun seviyede J_c gösteren 1 km uzunluğunda Bioksit tellerli ve bantları hazırlanmıştır [Bilgili,2007].

3.2 Genel Yapısı

Yüksek sıcaklık süperiletken bileşiklerin tamamı CuO düzlemleri içeren “perovskit” yapılara sahiptir (Özkan,2010)

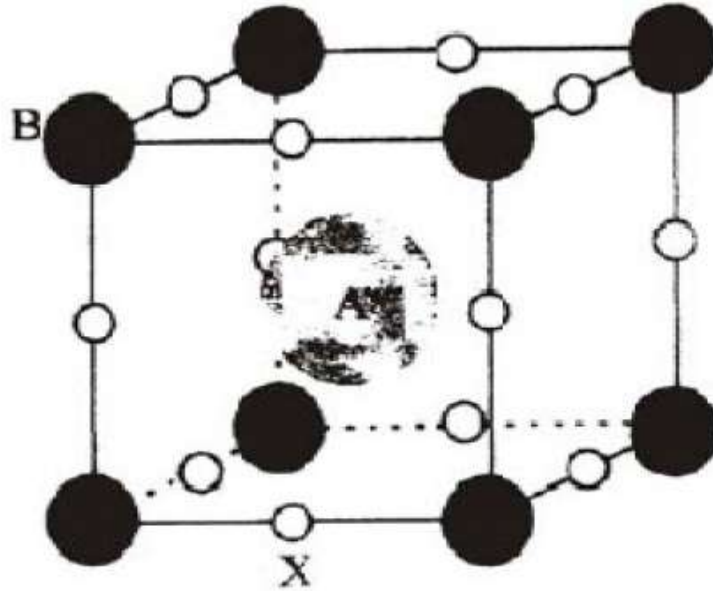
Üç farklı şekilde düzenlenir;

- Oksijen atomları zincirleri içinde,
- metal-oksit düzlemleri içinde
- bakır oksit düzlemleri içinde

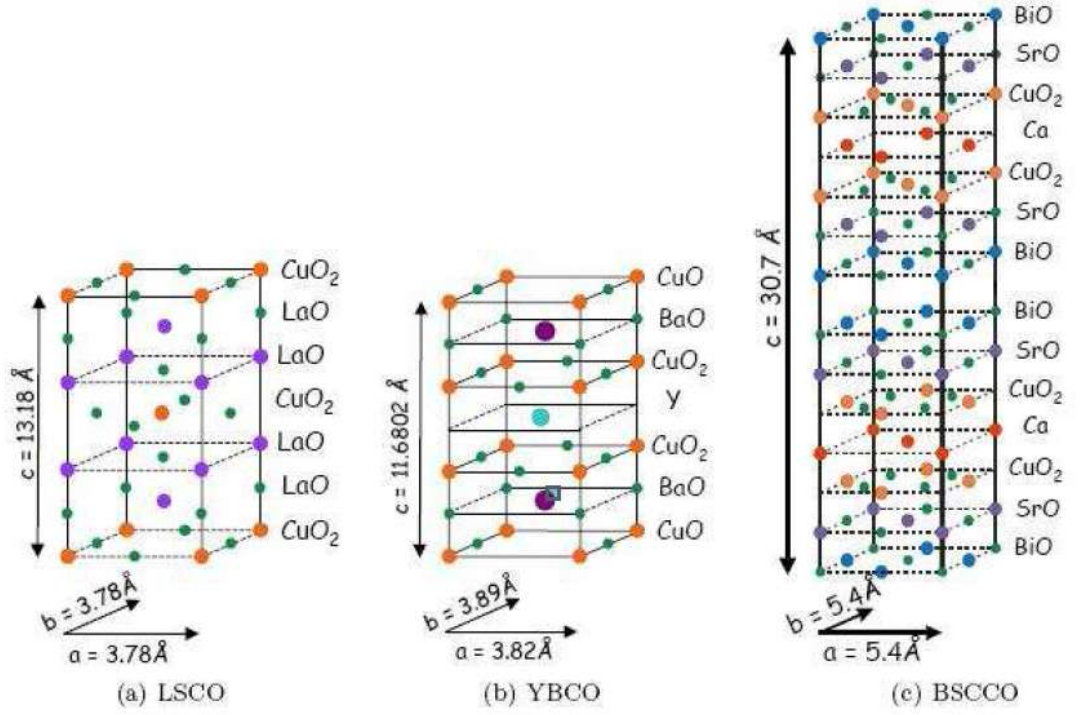
Cu-O düzlemlerini ayıran nadir toprak elementlerinin oluşturduğu metaloksit düzlemleri yük deposu olarak görev yaparlar ve Cu-O düzlemlerine yük taşıyıcılarını verirler. Elektron çiftlerinin oluşturduğu dirençsiz süperakımlar bakıroksit düzlemleri içinden akmaktadır. Cu-O düzlemlerinin üst üste sıralanması ile yüksek sıcaklık

süperiletkenleri oluşmaktadır. Süperiletkenliğin iki boyutlu iyi iletken olan bu düzlemlerden meydana geldiğine inanılmaktadır (Özkan,2010).

İdeal bir perovskit yapı ABX_3 yapısına sahiptir. A ve B atomları metalik katyonlar (pozitif yüklü), X atomları anyonlardır (negatif yüklü). A atomu B atomlarından daha ağır ve büyüktür, kübün merkezinde bulunur. Daha küçük olan B metalik katyonları, kübün 8 köşesinde bulunur. X anyonları ise; 12 kenarın orta noktalarına yayılmışlardır. A atomu yerine 20 element, B atomu yerine yaklaşık 50 element bulunmuştur ve X atomları çoğunlukla oksijen atomudur. CuO düzlemlerindeki taşıyıcı yük yoğunluğu ara tabakalar tarafından denetlenmektedir. Bu ara tabakalar yük deposu gibi davranmaktadırlar (Yaşar,2009).



Şekil 3.1. Perovskit yapı (Askerzade,2005)



Şekil 3.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Genel Yapısı (Yaşar,2009).

- a) $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$
- b) $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$
- c) $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$

4. DENEYSEL YÖNTEMLER

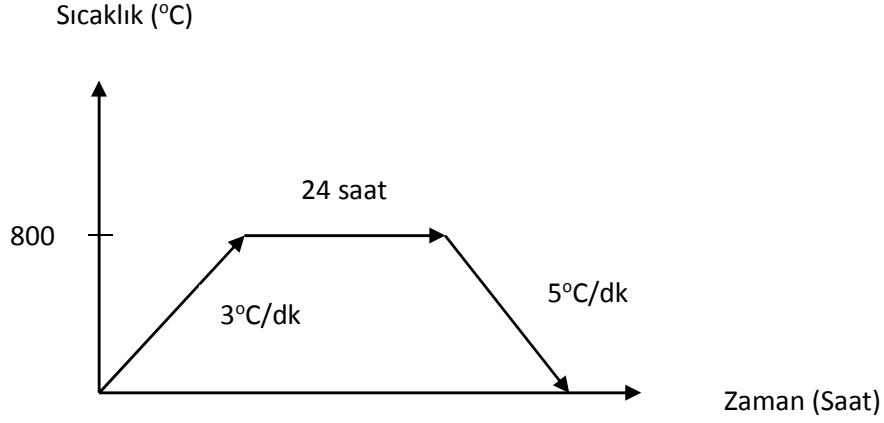
4.1 Bi-2223 Numunelerin Hazırlanışı

$\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{2.0}\text{Zr}_x\text{Cu}_{3.1}\text{O}_Y$ örnekleri, Zr katkısının etkileri incelenmek amacıyla, ara öğütme ve presleme yapılarak katı hal reaksiyon yöntemi kullanılarak hazırlandı. Materyallerin moleküler ağırlıkları, sembolleri, saflıkları Tablo4.1 de gösterilmiştir.

Tablo 4.1.: Bileşenlerin sembolleri, saflıkları

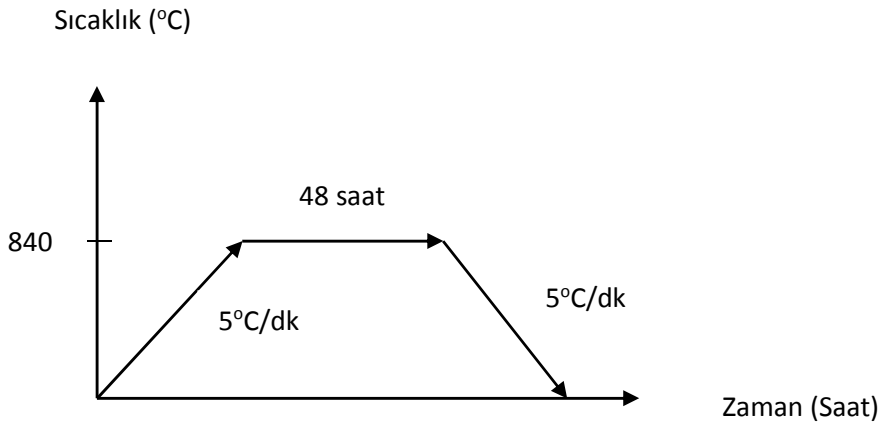
Toz İsmi	Sembol	Saflık (%)
Bizmut Oksit	Bi_2O_3	99.9
Kuşun Oksit	PbO	99.9
Lantan Oksit	La_2O_3	99.9
Strontium Karbonat	SrCO_3	99.9
Kalsium Karbonat	CaCO_3	99.9
Bakır Oksit	CuO	99.9
Zr Oksit	ZrO_2	99.9

Toz halindeki bileşenler hassas microbalance ile ağırlıkları tartıldı. Sonra ZrO_2 haricinde tüm karışım 8 saat boyunca öğütme makinesinde karıştırıldı. İyice öğütülmüş olan tozlar; 800°C sıcaklıkta 24 saat PROTHERM-MODEL PTF 12/75/200 ocakla kalsinasyona bırakıldı. Bu işlem süresince $3^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısınacak ve $5^\circ\text{C}/\text{dk}$ soğuyacak şekilde ayarlandı (Şekil4.1). Kalsinasyon işlemi yardımıyla toz karışımının içindeki karbondioksitlerin, oksitlerin ve yabancı maddelerin sıcaklıkla ayrıştırılması sağlanır.



Şekil 4.1. Kalsinasyon işlemi

Kalsinasyon işlemi sonrasında, ZrO_2 tozları hassas microbalance ile ağırlığı ayarlandı. İkinci kez öğütme işlemi sırasında ZrO_2 x değeri 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.7, 1 olacak şekilde ayarlandı. Her karışım toplamda 4g gelecek şekilde ayarlandı. Sonra tüm karışımlar 300 MP ile hidrolik pres ile ebatları $1.5 \times 0.4 \times 0.4 \text{ cm}^3$ olacak şekilde pelletler haline getirildi. Bu işlem süresince fırın $5^\circ\text{C}/\text{dk}$ ısınacak ve soğuyacak şekilde ayarlandı. (Şekil 4.2)



Şekil 4.2. Sinterleme işlemi

Örnek süperiletken özellikleri incelemelerde ise, kütle yoğunluğu ile ilgili olarak standart deneysel ölçüm teknikleri, X-ışını toz kırınımı, akım direnci (ρ -T), kritik akım yoğunluğu (J_c), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Vickers mikrosertlik (H_v) ölçümleri uygulandı.

Süperiletken bileşikler ait kütle yoğunluğu, Arşimet su değiştirme tekniği vasıtasıyla tabii tutulmuştur. Ayrıca, ölçümlerden elde edilen kütle yoğunluğu parametreleri teorik göreceli yoğunluklarını ve kristal kafes Zr takviye seviyesi ile gözenek değişimini (ayrıntı derecesi) belirlenmiştir.

İnorganik katı bileşiklere ait elektriksel özellikleri 5 mA DC akım; örnek yüzeyi ile birlikte uygulanan sıcaklık ölçümleri karşı DC direnç yardımıyla araştırılmıştır. Ölçümlerde 25K-125 K. sıcaklık aralığı, direnç değeri dört noktalı prob temas dağılımı nedeniyle gümüş boya mevcudiyetinde ihmal edilebilir olduğu görülmüştür. Deneysel ölçümler Keithley 220 programlanabilir akım kaynağı ve Keithley 2700 nano-voltmetre dahil sistemi tarafından yürütülmektedir. Tüm bulgular doğru Labview yazılımı tarafından sıcaklığının karşı direnç grafikleri olarak kaydedilir. Sıfır manyetik alanda sürekli sıvı azot sıcaklığında; sistemde gömülü dört prob temas ölçümlerinin tarafından gerçekleştirilmektedir. Ayrıca, kritik akım ölçümü ± 0.01 K. doğruluğundadır.

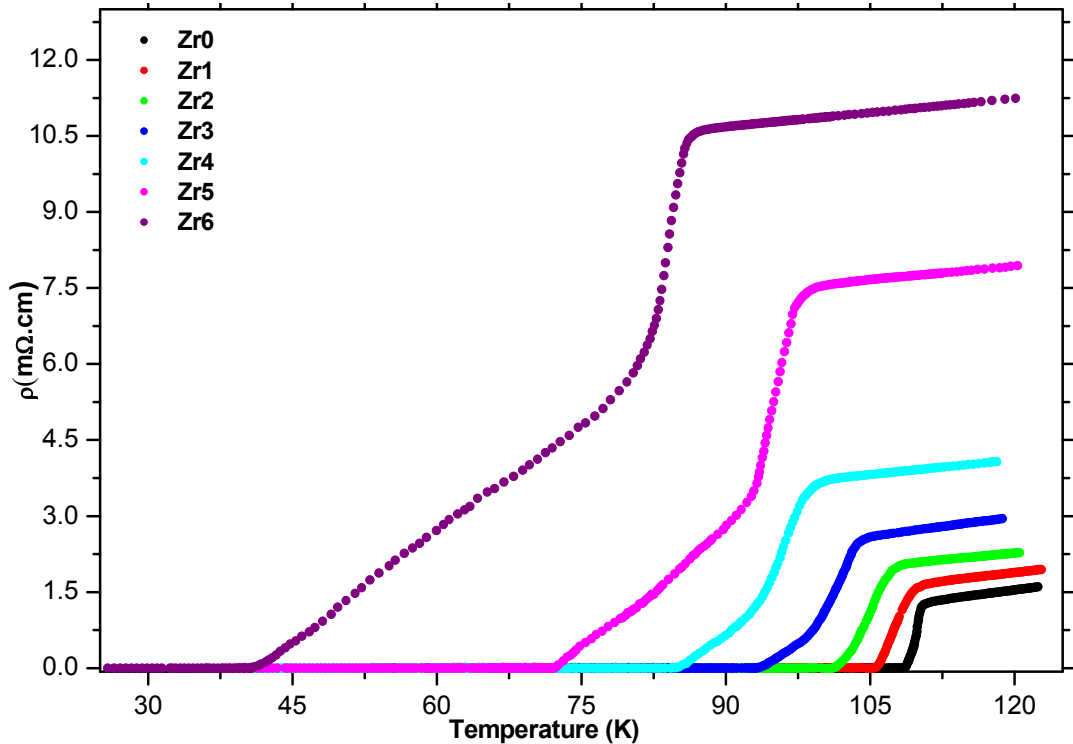
X-ışını toz difraksiyon ölçümü araştırmalar için de, deneyler oda sıcaklığında, atmosferik hava içinde 1.54° dalga boyuna sahip monokromatik ışın için CuK α hedef ile bir Rigaku Multiflex + XRD 2kW difraktometresi ile gerçekleştirilmektedir. Deneysel ölçüm verileri 0.02 aşaması artış ile $3^\circ / \text{dak.}$ 'lık bir tarama hızı ile $2\theta=3-60^\circ$ aralığı içinde toplanır. $\pm 0,01$ doğruluğu içinde kristal yapıları da dahil olmak üzere faz analizleri hacim oranı parametreleri, kristal düzlemi hizalamalarını, XRD desenleri gözlenen verilere göre, önemli özelliklerin değişiklikleri tartışılmıştır.

Aynı zamanda, süperiletkenler yüzey tanımlama (taneleri arasındaki morfoloji, kristal yapı, porozite, erime, boşluklar, çatlaklar ve etkileşimler) Jeol taramalı elektron mikroskobu (SEM, JEOL 6390-LV) kullanılarak uygulanmıştır (≈ 3 nm çözünürlük gücü ile 20 kV harici gerilim).

5. DENEYSEL SONUÇLAR VE BULGULAR

5.1 Elektrik Özdirenç Ölçüm Sonuçları

Tezin bu bölümünde, 25-125K aralığında süperiletken malzemelerin elektrik özdirençleri incelenmiştir. Şekil 5.1 malzemelerin DC elektrik özdirenç ölçümlerinin sıcaklığa göre değişimlerini göstermektedir. İlk olarak, inorganik katı örneklerin kritik geçiş sıcaklıkları (başlangıçlı kritik geçiş ve ofset kritik geçiş sıcaklığı) ve özdirenç değerleri gibi önemli parametrelerin malzemelerin kristal yapısına eklenen Zr katkı konsantrasyon seviyesine son derece bağımlı olduğunu söylemek gerekir. Gözlenen ölçüm sonuçlarına göre, süperiletken sistemin farklı Zr konsantrasyonu ile hazırlanan tüm Bi-2223 süperiletken numunelerinin ait elektrik ve süperiletken özellikleri Zr dopant seviyesinin artırılması ile önemli ölçüde azalmıştır.



Şekil 5.1. 25K-125K sıcaklık aralığında direncin sıcaklığa bağlı grafiği

Daha ayrıntılı olarak, tüm hazırlanan katı malzemeler süperiletken durumuna, dirençleri sıcaklığa lineer (pozitif) bağlı olarak geçer. Tüm malzemeler, Fermi

düzeyindeki elektron yoğunluğunun logaritmik değişiminin ya da kristal kafesteki elektron-fonon etkileşiminin varlığının bir sonucunda gerçek-metalik davranışı sergiler. Ancak, bu güçlü metalik karakter davranışlar Zr iyonlarının artışıyla sistematik olarak düşürür. Benzer bir şekilde, Bi-2223 sistem içinde Zr artışı, kristal yapıdaki tanecikler arası metalik bağlanmanın azalması (bozukluk) ve Cu-O₂ ardışık tabakalardaki mobil deşik taşıyıcı konsantrasyonunun optimum değerinden sapması, oda sıcaklığı dirençliliğinin artmasına neden olur. Sayısal olarak, oda sıcaklığında katkısız numune en küçük direnç değerine sahipken (3.69 mΩ cm), maksimum değer Zr₆ malzemesine aittir. Direnç değeri 4 katına çıkmıştır. Gözlemlenen bu bulgulara dayanarak, dörtlü-valens durumunda olan katkılanmış Zr atomları ikili-valens durumundaki Cu atomları ile yer değiştirmiş olduğunu söylemek doğrudur. Zaten bu gerçek EDX ölçüm sonuçları ile desteklenmektedir. Ayrıca, artık direnç (ρ_0) ve artık direnç oran (RRR) parametreleri direnç ölçümlerinden çıkarılacak diğer önemli sonuçlardan birisidir. Bilindiği üzere, ilk parametre örgüdeki kusurlar, tane sınırları zayıf bağlanmaları ve muhtemel ek saçılma merkezleri ile ilgili bir nicelikken, ikinci parametre direkt olarak malzemenin kalitesi ile ilgilidir. Tablo 5 bize ortamda Zr iyon miktarı artması ile ρ_0 değerleri 0.09 mΩcm ten 9.79 mΩcm'e hızlı bir şekilde artarken, RRR parametreleri de 2.42 den 1.18'e düştüğünü göstermektedir. Bu parametrelerdeki değişimler bize Zr katkısı ile malzemelerin kalitesi yapay kusurların artması yüzünden hızlı bir şekilde düşer. Ayrıca, Tablo 5.1 Bi-2223 süperiletken kristal yapısında Zr iyon yoğunluğu seviyesine karşı (Şekil5.1 çıkarılan) kritik sıcaklık değerlerinin değişimlerini de göstermektedir. Tabloya göre, kristal kafeste Zr yabancı atomların varlığı tüm değerleri ciddi bir şekilde etkilemiş olduğunu teyit etmek yanlış olmayacaktır. Maksimum T_c^{onset} değeri 110,8 K ve T_c^{offset} değeri 108,7 K olarak saf malzemeye ait iken Zr₆ numunesi 84,9 K T_c^{onset} ve 40,8 K T_c^{offset} değeri ile en kötü performansı gösterir. Kritik sıcaklık parametrelerindeki bu ciddi azalmanın ana nedeni mobil deşik konsantrasyonu ve ortalama tanecik boyutu (porozite artış ve intergrain bağlantı zayıflaması) azaltılmasına dayanmaktadır.

Tablo5.1. Örnek ölçüm sonuç tablosu

Samples	ρ_{300K} (m Ω cm)	ρ_0 (m Ω cm)	RRR (ρ_{300K}/ρ_{110} K)	T_c^{offset} (K)	T_c^{offset} (K)	ΔT_c (K)	Hole Concentration, P	ρ (g/cm ³)	P (%)
Zr0	3.69	0.09	2.42	110.8	108.7	2.1	0.148039	6.127	2.777
Zr1	4.12	0.34	2.19	109.8	105.4	4.4	0.137499	6.058	3.872
Zr2	4.41	0.87	1.94	107.7	101.3	6.4	0.129056	5.935	5.824
Zr3	5.03	1.47	1.73	104.1	93.1	11.0	0.116872	5.878	6.728
Zr4	6.14	2.68	1.51	99.1	84.7	14.4	0.107232	5.803	7.918
Zr5	9.96	6.55	1.26	97.7	72.2	25.5	0.095501	5.776	8.347
Zr6	13.16	9.79	1.18	84.9	40.8	44.1	0.072698	5.624	10.758

5.2. Mobil Deşik Taşıyıcı Konsantrasyonu

Bu bölümünde, Zr katkılama konsantrasyonu seviyesinin bir fonksiyonu olarak, Cu iyonu her mobil deşik taşıyıcı konsantrasyonlarının değişimi aşağıda gösterilen denklem ile incelenir (Azzouz, 2001):

$$P = 0.16 - \left[\left(1 - \frac{T_c^{offset}}{T_c^{max}} \right) / 82.6 \right]^{1/2} \quad (5.2.1)$$

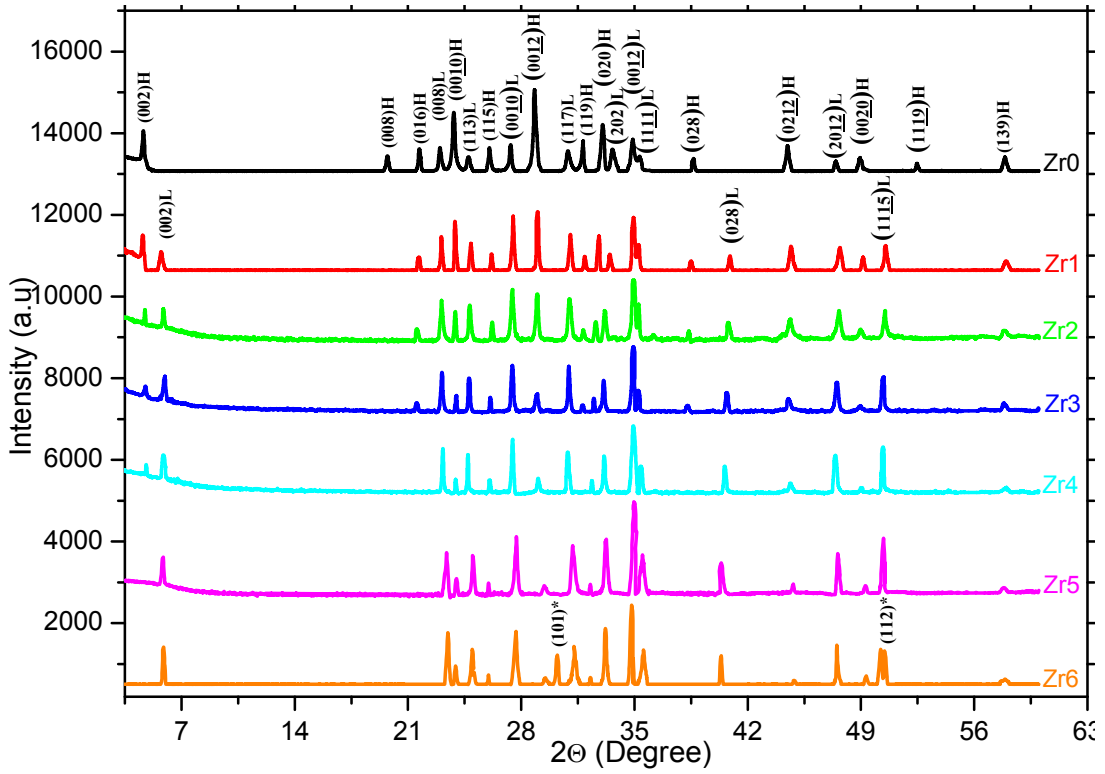
Burada Bi-2223 süper-iletken fazı (T_c^{max}) 110 K sıcaklık değeri ve T_c^{offset} ise Figür 5 ten elde edilir. Elde edilen değerler Tablo5.1'de tablo halinde verilmiştir. Tabloya göre, mobil deşik taşıyıcı konsantrasyonları Zr katkısıyla parabolik olarak 0,073 değerine doğru azalmaktadır. Bu deşik tuzaklama enerjisinin hızlı bir şekilde azalmasından kaynaklanmaktadır. Zaten bu değişim de, neden Zr katkısı ile Bi-2223 malzemelerinin

5.3 XRD Ölçüm Kanıtları

Deney verileri X-ışını toz difraksiyonu (XRD), oda sıcaklığında $2\theta=3-60^\circ$ aralığı içinde kalıplarından toplanır. Olay X-ışınlarından kırınan kirşler göre, yüksek faz (Bi-2223) ve düşük faz (Bi-2212) karşılık gelen karakteristik pikler (hkl) H Miller endeksleri ve (hkl) L Miller olarak tanımlanır; endeksleri Şekil 5.2. gösterilmiştir.

Tüm örnekler için Bi-2223 kristallerinin içindeki elektronların yoğunluğu ait ilk bakışta üç boyutlu resimlerin oluşumunu işaret eder; iyi tanımlanmış kırılma tepe bir dizi sergilediklerini söylemek daha doğru olurdu. Bu, farklı yönelimleri olan tozlar sürekli izostatik yük ile baskı olduğunda, (SEM görüntü olarak görülen) plaka benzeri bir yapı süperiletken taneleri c-eksenindeki ile birlikte uyum yapar.

XRD desenleri üzerinde çarpıcı noktaları gelince, yüksek faza ait özellikler pik şiddetleri kristal kafes gömülü artan Zr malzemelerde düzenli azalmaktadır. Tersine, düşük faz pik şiddetleri büyük ölçüde artırmak eğilimindedir. Yüksek ve düşük evrelere göre göreceli yüzdeler aşağıda verilen ilişkiler vasıtasıyla hesaplanır ve elde edilen veriler sayısal olarak Tablo 5.2'de tabloda gösterilmektedir.



Şekil 5.2. Zr eklenmiş Bi-2223 XRD ölçüm grafiği

$$f_{(2223)} = \frac{\sum I_{2223(hkl)}}{\sum I_{2223(hkl)} + \sum I_{2212(hkl)}} \quad (5.3.1)$$

$$f_{(2212)} = \frac{\sum I_{2212(hkl)}}{\sum I_{2212(hkl)} + \sum I_{2223(hkl)}} \quad (5.3.2)$$

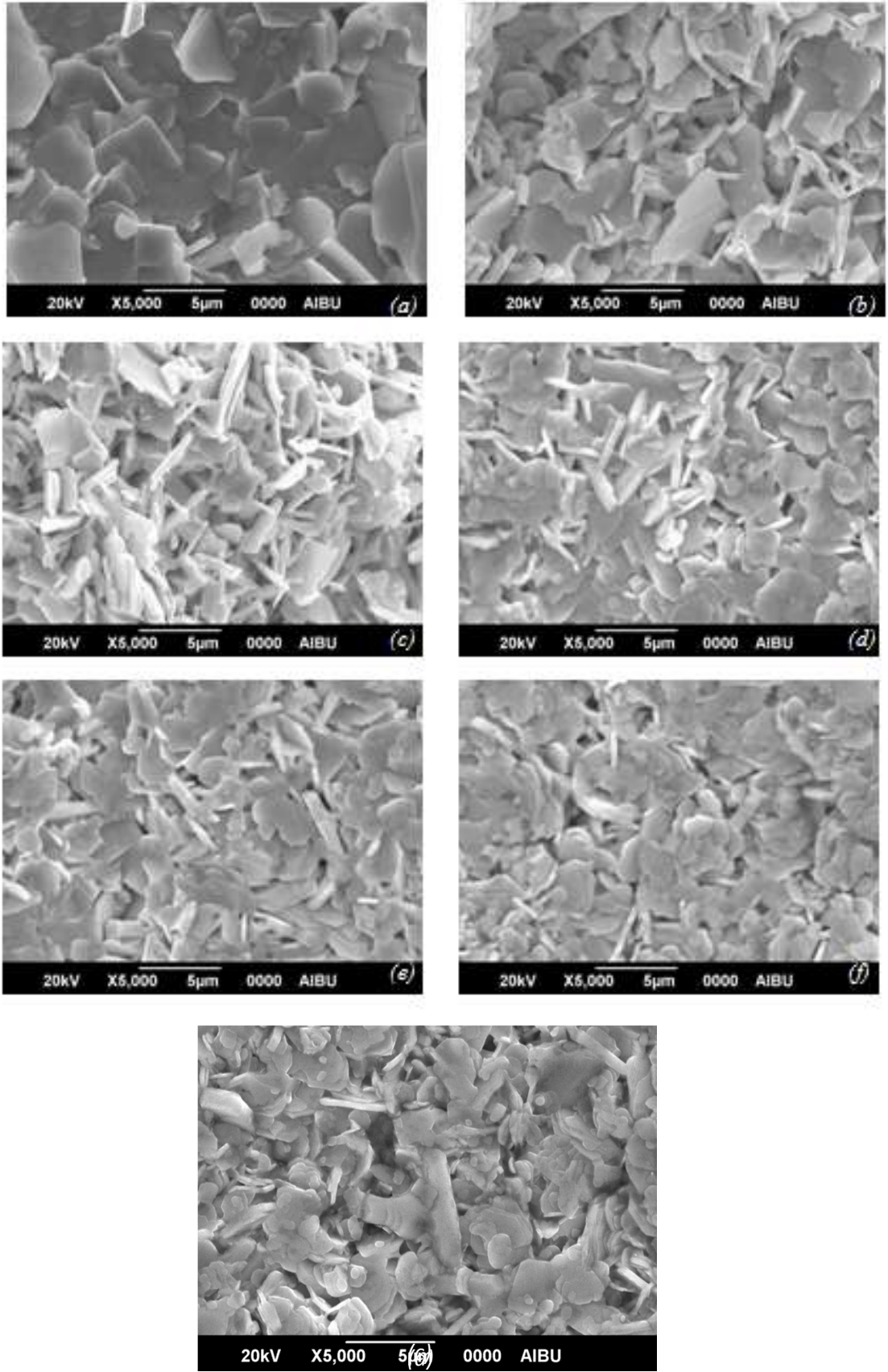
(1) ve (2) burada, bu fazın tepe şiddetine tekabül eder. $x = 0.50$ seviyesine kadar Zr takviye, yüksek fazın normalden azalma yönünde olduğu tablodan açıkça görülmektedir.

Tablo 5.2. XRD Ölçüm sonuç tablosu

<i>Compounds</i>	<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)	<i>Volume fraction</i> (<i>Grain</i>		<i>Lotgering</i>	<i>Jc</i>	
			<i>≈%</i> 2223	- <i>size</i>			
			2212	(nm)	<i>index, F</i>	(<i>A.cm⁻²</i>)	
Zr0	5.26	37.02	91.6	9.4	69.2	0.611	853
Zr1	5.28	36.97	89.5	10.5	67.8	0.542	779
Zr2	5.29	36.68	86.4	23.6	65.3	0.484	741
Zr3	5.31	36.11	82.1	17.9	62.1	0.450	685
Zr4	5.38	35.04	77.8	22.2	59.9	0.416	501
Zr5	5.40	34.57	69.3	30.7	53.8	0.377	416
Zr6	5.44	30.72	52.4	47.6	42.6	0.302	107

5.4 SEM Analizleri

SEM incelemesi, ana matris içinde yerleştirilmiş Zr ilavesiyle süper-iletken taneleri arasındaki yüzey morfolojisi, kristallik, gözeneklilik, eritme, boşluklar, çatlaklar ve bağlantı değişikliklerin belirlenmesi üzerine önemli bir rol oynar. Bi-2223 süperiletken numune yüzeyleri 5000X büyütme ikincil elektron görüntüsü modunda görüntülü katkılı malzemelere ait fotoğraflar Şekil5.3. gösterilmiştir. Belirgin biçim morfolojik özellikleri katmanlı yapıda Zr içerik seviyesine bağlı kuvvetle bağlı olduğu bulunmuştur. Süperiletken taneleri arasındaki ince etkileşimi daha yumuşak ve daha yoğun yüzey görünümlüdür (açık ve karakteristik levhalar). Aynı zamanda, örnek büyük bir ortalama kristalit dağılımı, düşük gözeneklilik, daha iyi bir dokuma ve kristal özelliği ile daha düzgün bir yüzey görünüm sunar. Bi-2223 malzemelerin metastability üzerindeki zararların nedeniyle köşelerinde boşluklar, porozite, çatlak ve kısmi erime başlangıcına göre yüzey morfolojisi kötü durumdadır. Zr takviye içerikli örneklerin önemli ölçüde yapının karakteristik katmanları azalır.



Şekil 5.3. SEM analiz sonuçları

(Bi, Zr)-2223 bileşikler potansiyel mühendislik ve teknolojik uygulamalar için tamamen yetersizdir.

5.5 Deneysel EDX bulgular

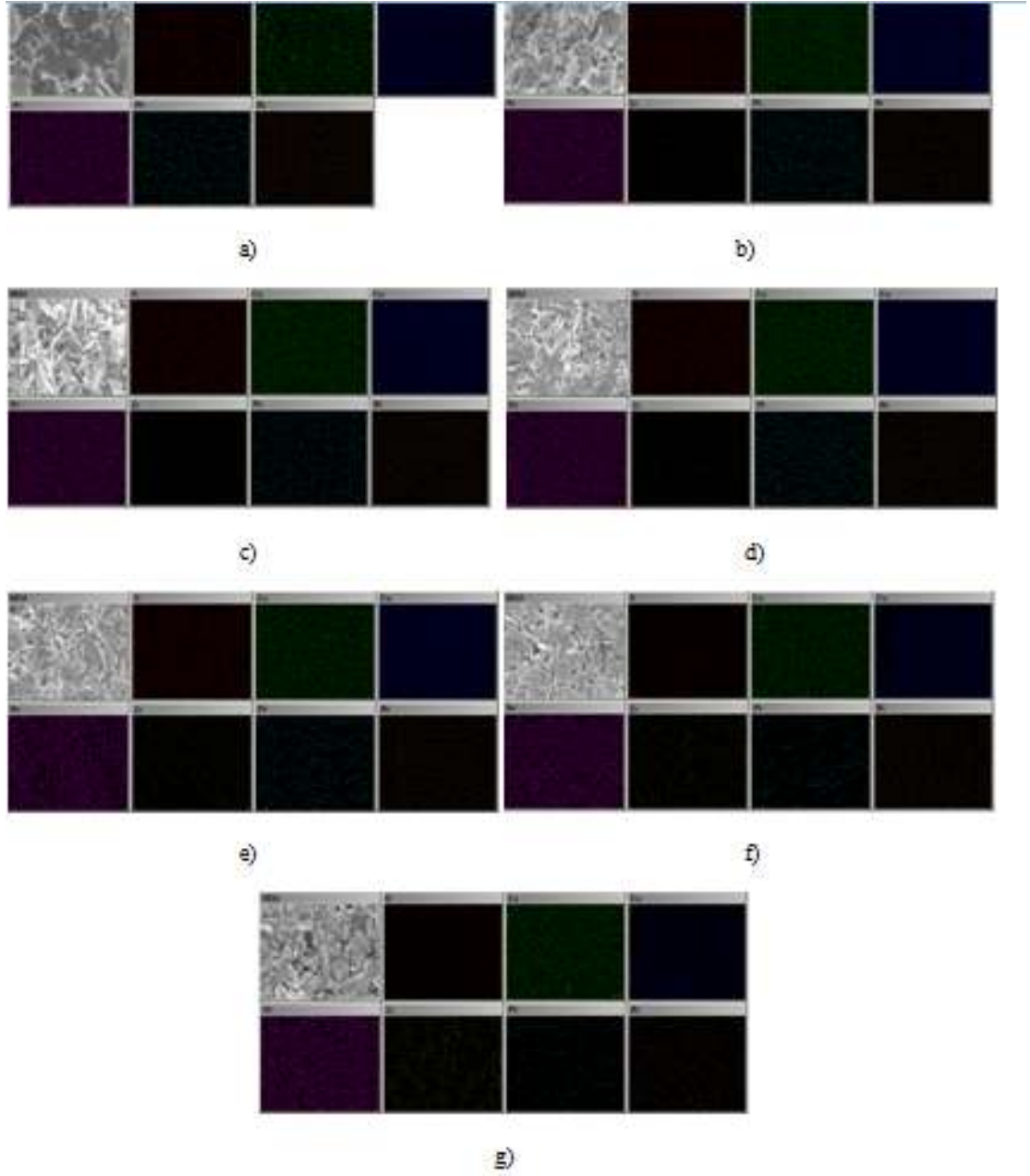
Yerel element bileşimi araştırması kantitatif malzeme mikro hakkında daha detaylı bilgi görüşmek üzere elektron dağılımlı X-ray (EDX) deneysel yöntem ile gerçekleştirilir. Zr için deneysel kanıtlar Bi-2223 süperiletken malzemeler sayısal tasvir tablo verilerine dayanarak Tablo 5.3.'de görüntülenen katkı, oldukça açık bir gerçektir (Zr zirveleri hariç). Ayrıca, değerleri Pb ait ve özellikle Cu elementleri süperiletken matrisinde Zr yabancı varlığı ile büyük ölçüde azaltmak EDX ile çıkarılan bir başka muhtemeldir. Bu eklenen Zr nanopartiküller çoğunlukla süperiletken özellikleri gerileme ya da iki aşamalı geçiş kristal yapısında yabancı kapanımlarının varlığı ile başlar.

Tablo 5.3. Deneysel EDX bulguları

<i>Component</i>	<i>Line</i>	<i>Local Elemental Concentration (wt.%)</i>						
		<i>Zr0</i>	<i>Zr1</i>	<i>Zr2</i>	<i>Zr3</i>	<i>Zr4</i>	<i>Zr5</i>	<i>Zr6</i>
O	K _α	15.029	14.660	14.002	14.336	14.517	14.180	13.902
Ca	K _α	7.634	7.401	7.367	7.335	7.391	7.035	7.093
Cu	K _α	18.665	18.573	18.109	17.694	16.314	14.896	14.247
Sr	L _α	17.092	17.003	16.877	16.746	16.502	16.118	16.062
Zr	L _α	-----	1.057	2.713	3.558	5.378	8.137	9.665
Pb	L _α	7.659	7.552	7.404	7.319	7.223	7.100	6.572
Bi	L _α	33.921	33.754	33.528	33.012	32.675	32.534	32.459

Şekil 5.4.a-g 'deki resimler numune yüzeylerinde nano ölçekli elde edilen element kompozisyonu/dağıtım eşleştirmeleri göstermektedir. Bu eleman dağılımı Bi-2223 süperiletken malzemeler Zr için taranan bütün alanda (üniforma) neredeyse homojen olması koruduğunu görülebilir. Ancak, (yeşil noktalarla sembolize) Cu element dağılımları Zr yoğunluğu düzeyine düzenli azalmaya başlar. Bu bağlamda,

EDX dönüşümler ölçümü Cu elemanı, kısmen Zr, yabancı maddeler ile ikame edilebilir gerçeğine dayanır.



Şekil 5.4. Numune yüzeyindeki nano ölçekli element dağılımı

5.6 Malzemelere Ait Yoğunluk ve Gözeneklilik Parametreleri

Bu bölümde, kritik akım yoğunluğu ölçümlerinin deneysel bulgularını desteklemek için malzemelerin kütle yoğunluğu parametrelerini araştırdık. Bu

bağlamda, süperiletken Zr içerik düzeyi ile Bi-2223 sistemine tane sınırları taşıma özellikleri arasındaki bağlantı farklılaşma Arşimet su deplasman yöntemi ile incelenir.

Yoğunlukları saf BSCCO sisteminin yoğunluğuna göre belirlenir (≈ 6.302 g/cm³) (Mangapthi,1993) ve tüm hesaplamaları sayısal açıkça Tablo5.1'de listelenmiştir. Yoğunluğun değerleri Zr yoğunluğu seviyesinin artırılması ile monoton azalır. En yüksek yoğunluk 6.127 g/cm³ saf süper-iletken bir bileşik için ZR6 örneği 5.624 g/cm³ en düşük bir değer sergilemektedir.

Elde edilen verilere göre, kristal sisteminde süperiletken tanelerine Zr takviye düzeyinde artış, daha kötüye götürür. Ayrıca, saf taneciklik (gözeneklilik) derecesini tartışmak için bağıl yoğunluk değerleri gibi tipik hesaplamaları yapmak için ve Zr polikristalin malzeme eklendi.

5.7 Taşıma Kritik Akım Yoğunluğu

Kristal yapıyla birlikte ortaya çıkan tane sınırı zayıf bağlantıların bilgi ile başa çıkma, ulaşım ve manyetik kritik akım yoğunluğu bakımından bilindiği gibi iki standart ölçüm yöntemleri vardır. Böylece, akım yoğunluğu değerleri oldukça daha güvenilir, düşük ve yüksek uygulamalı manyetik alanlar yer almaktadır. Saf ve Zr katkılı inorganik bileşiklerin kristal örgüleri içinde süperiletken ve çivileme mekanizması arasındaki etkileşimin tam karakterizasyonu için çeşitli kritik akım yoğunluğu (J_c) deneyler yapılmıştır. Elde edilen ölçüm sonuçları sayısal ölçülen J_c değerleri 77 K, sıvı azot sıcaklığında 853 A/cm² to 107 A/cm² arasında sistematik bir şekilde azalması Tablo5.2'de gösterilmektedir. $x = 0.50$ belirli bir değere kadar J_c değeri önemli ölçüde düşürür. Aslında ZR6 bileşik için 107 A/cm² minimum değere ulaşır.

5.8. Vickers Mikrosertlik Analizi

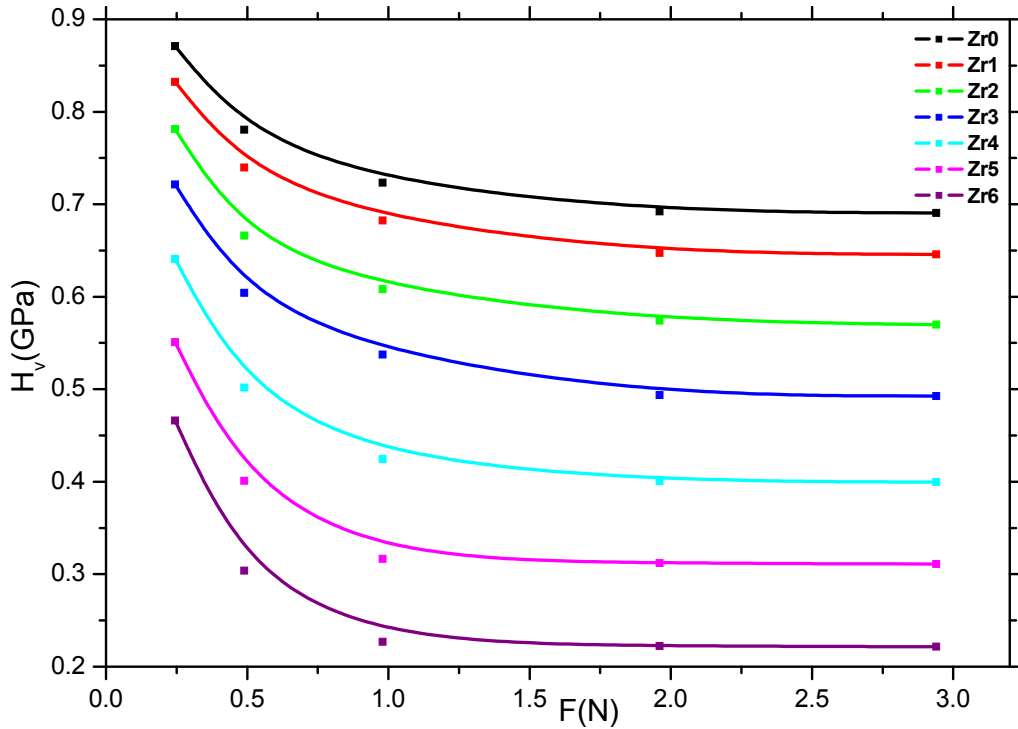
Süperiletken matris içinde Zr nanopartiküller yardımıyla Bi-2223 maddelerin elektrik ve süperiletken özellikleri geliştirmek için sürülmüş araştırmalardır. Burada,

ölçüm 0.245N-2.940N aralığında farklı girinti test yüklerde uygulanan Vickers mikrosertlikte (SEM) ile Bi-2223 sistemine ait mekanik performans değişimi ile ilgilidir. Gerçek mikrosertlik değerleri aşağıdaki gibidir ilişkisinden hesaplanır:

$$H_v = 1854 .4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (5.8.1)$$

Elde edilen deneysel veriler hassas Şekil 5.5'de verilmiştir. Diğer bölgelerinden elde edilen bulgulara benzer Vickers mikrosertlik (H_v) parametreleri/gözenekliliği çatlama numune paralel artış sonucunda Bi-2223 sistemi Zr ilavesi seviyesi arttıkça düşme eğilimindedir. Aynı zamanda, tek hazırlanmış malzemeler nedeniyle uygulanan girinti testi yükü ile H_v değerlerinin eksiltme ile doğrusal olmayan mikrosertlik davranışlar olduğunu fark edebilirsiniz.

Bir Bi-2223 tabakalı yapı Zr takviye kristallik bastırılması ve süper-iletken taneleri arasındaki bağlantının mukavemeti nedeniyle önemli ölçüde düşmesine yol açar.



Şekil 5.5. Vickers Micro Sertlik analiz grafiği

6. SONUÇ

6.1 Genel Sonuçlar

Bu tezde; Bi-2223 malzemelerin elektriksel, mikroyapı ve süperiletken özelliklerindeki önemli değişiklikleri X-ışını toz difraksiyon, X-ray elektron dağılımı, taramalı elektron mikroskobu ve Vickers mikrosertlik ölçümleri ile deneysel olarak incelenmiştir. Bütün deneysel kanıtlar yukarıdaki verilen özelliklerin Zr katkı seviyesine önemli bir şekilde bağlı olduğunu kanıtlamıştır ve bu tezde elde edilen bulgular aşağıdaki gibi özetlenebilir.

- Hazırlanan her örnek doğru metalik davranış sergilese de, Zr katkısının artması ile bu davranış hızlı bir şekilde düşmektedir. Bunu temel nedeni, tanecikler arası metalik bağlanmanın azalması ve Cu-O₂ tabakalarındaki deşik taşıyıcı yoğunluğunun elektron-elektron dinamiğinin değişmesinin sonucunda katkı ile hızla azalmasındandır. Diğer bir deyişle, elektronlar kristal yapı boyunca katılanan Zr iyonlarından katısız duruma göre daha az etkilenir. Bu yüzden, oda sıcaklığı dirençleri ilk duruma göre 4 katına çıkar. Aynı zamanda, artık direnç ve artık direnç oran parametreleri de yapay kusurların artması yüzünden malzeme kalitesinin katkı ile hızla azaldığını göstermiştir. Zaten, J_c değerlerindeki 853 A.cm⁻² den 107 A.cm⁻² e azalma kristal örgüdeki artan kusurları ve zarar gören çivileme mekanizmasını gösterir.

- Benze olarak, Zr katılama ile T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerindeki önemli azalma mobil deşik konsantrasyon ve ortalama kristalit boyutundaki düşmeyi gösterir. Diğer bir deyişle, Zr katkısı Cu-O₂ katmanlarında çarpıklığa ve oksidasyon durumlarındaki homojenliğin bozulmasına neden olur. Bu bağlamda, T_c^{onset} değerleri katkının artması ile 110.8 K den 84.9 K'e düşerken T_c^{offset} değerlerinde bu düşme daha fazla hissedilir.

- Kütle yoğunluğu ve gözenekli yapı değişimlerine gelince, katılama ile yoğunluk değeri 6.127 g/cm³ den 5.624 g/cm³ doğru sistematik olarak azalır. Bu da tanecikler arası bağlanmanın sürekli olarak kötüye gittiğini gösterir.

- Oda sıcaklığında $2\theta=3-60^\circ$ aralığında elde edilen XRD ölçümleri ise, kristal yapıya Zr katkılama Bi-2223 süperiletken fazını desteklemediğini göstermektedir. Ayrıca, elde edilen sonuçlar kristalleşmenin ve süperiletken taneciklerin arasındaki bağlantının hızlı bir şekilde azaldığını vurgular.

- Saf ve Zr katkılı Bi-2223 süperiletken malzemeler SEM yüzey morfolojisi (süperiletken taneleri arasındaki kristallik, gözeneklilik, erime, boşluklar, çatlaklar ve bağlantı) ve ortalama kristalit dağılımı kristal yapıya Zr eklenmesi ile önemli ölçüde azaldığını göstermektedir.

- EDX araştırmaları dört değerlikli durumundaki Zr iyonlarının kristal kafesinde daha çok Cu çift değerli nanoparçacıklar ile yer değiştirdiğini gözler önüne sermiştir.

- Mikrosertlik ölçümleri, her numune hem elastik ve plastik deformasyonları yüzünden ISE davranışı sergilerken, H_v değerlerinin önemli ölçüde azalma olduğunu işaret eder.

Sonuç olarak; bu kapsamlı tez çalışması, Zr katkılanması ile Bi-2223 süperiletken malzemelerin çeşitli mühendislik, teknoloji, endüstri ve çekici uygulamaları için önem arz eden özellikleri ciddi bir ölçüde düşürdüğü için, Zr iyon katkılanması bu malzemeler için uygun olmadığını gözler önüne sermektedir.

7. KAYNAKLAR

Allen P.B., Pickett Y.E., Krakauer H., *Phy. Rev. B* 37 (1988) 7482–7490.

Asikuzun E., Ozturk O., Cetinkara H. A., Yildirim G., Varilci A., Yılmazlar M., Terzioglu C., *Mater J. Sci: Mater. El.* 23 (2013) 1001–1010.

Askerzade İ., (2005) *Süperiletkenlik Fiziğine Giriş*, Ankara, Gazi Kitabevi

Autret-Lambert C., Pignon B., Gervais M., Monot-Laffez I., Ruyter A., Ammor L., Gervais F., Bassat J.M., Decourt R., *J. Solid State Chem.* 179 (2006) 1698–1706.

Azzouz B.F., M'chirgui A., Yangui B., Boulesteix C., Salem B.M., *Physica C* 356 (2001) 83–96.

Bal S., Dogruer M., Yildirim G., Varilci A., Terzioglu C., Zalaoglu Y., *J. Supercond. Nov. Magn.* 25 (2012) 847–856.

Bilgili Ö. (2007), Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Yüksek Lisans Tezi "Bi-2223 Süperiletkenliklere Li Katkısı"

Buckel W., Kleiner R., *Superconductivity: Fundamentals and Applications*, 2nd ed., Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2004.

Cevizci E. (2013), Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Yüksek Lisans Tezi "Ag Katkılı Bi-2223 Süperiletken Seramiklerin Mekanik Özelliklerinin Saptanması"

Chen M., Paul W., Lakner M., Donzel L., Hoidis M., Unternaehrer P., Weder R., Mendik M., *Physica C* 372 (2002) 1657–1663.

Coombs T.A., IEEE T. Appl. Supercond. 21 (2011) 3581–3586.

Dogruer M., Zalaoglu Y., Yildirim G., Varilci A., Terzioglu C., Mater J. Sci: Mater. El. 24 (2013) 2019–2026.

Dogruer M., Gorur O., Zalaoglu Y., Ozturk O., Yildirim G., Varilci A., Terzioglu C., Mater J. Sci: Mater. El. 24 (2013) 352–361.

Dogruer M., Gorur O., Karaboga F., Yildirim G., Terzioglu C., Powder Technol. 246 (2013) 553–560.

Dogruer M., Terzioglu C., Yildirim G., Gorur O., J. Supercond. Nov. Magn. 27 (2014) 755–761.

Düzgün İ. (2010), Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Doktora Tezi "Yüksek Sıcaklık Süperiletken Bi-2223/Ag Şeritlerde Ac Kayıpları Ve En İyi Çalışma Şartlarının Belirlenmesi"

Erdem M. (2009), Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü Doktora Tezi "Investigation of Physical Prperties of Gd Doped Bi-2223 Superconductors"
Eskes H., Sawatzky G.A., Phys. Rev. Lett. 61 (1988) 1415–1418.

Hilgenkamp H., Mannhart J., J. Rev. Mod. Phys. 74 (2002) 485–549.

Hodge J.D., Muller H., Applegate D.S., Huang Q., Appl. Supercond. 3 (1995) 469–482.

Ginzburg V.L., Andryushin E.A., Superconductivity, Revised ed. World Scientific Pub. Co. Inc. 2004.

Gorur O., Terzioglu C., Varilci A., Altunbas M., Supercond. Sci. Technol. 18 (2005) 1233–1237.

Guner S.B., Gorur O., Celik S., Dogruer M., Yildirim G., Varilci A., Terzioglu C., J. Alloy. Compd. 540 (2012) 260–266.

Kadiođlu Y. (2010), Dokuz Eylul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Yüksek Lisans Tezi "Gd₂O₃ Katkılanmış Bi-2223 Süperiletken Seramiklerin Yapısal Karakterlerinin Saptanması"

Kıř, Çam, E. (2006) Dokuz Eylul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi "BiPbSrCaCuO seramik iletkenlerde onset sıcaklığının katkı oranlarına göre deđişimi"

Kittel C., (1996). Katıhal Fiziğine Giriř (6. Basım). (B. Karaođlu, Çev). İstanbul Güven yayınları

Kocabas K., Ozkan O., Bilgili O., Kadiođlu Y., Yılmaz H., J. Supercond. Nov. Magn. 23 (2010) 1485–1492.

Mangapathi Rao D., Somaiah T., Haribabu V., Venudhar Y.C., Cryst. Res. Technol. 28 (1993) 285–298.

Miao H., Meinesz M., Czabai B., Parrell J., Hong S., Aip Conference Proceedings 986 (2008) 423–430.

Newns D.M., Pattnaik P.C., Tsuei C.C., Phys. Rev. B 43 (1991) 3075–3084.

Nguyen-Van-Huong C., Hinnen C., Siffre J.M., J. Mater. Sci. 32 (1997) 1725–1731.

Öztürk O., Asikuzun E., Yildirim G., J. Mater. Sci: Mater. El. 24 (2013) 1274–1281.

Öztürk O., Yildirim G., Asikuzun E., Coskunyurek M., Yilmazlar M., Kilic A., J. Mater. Sci: Mater. El. 24 (2013) 4643–4654.

Özkan O. (2010), Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Yüksek Lisans Tezi "Mg Katkılı Bi-2223 Süperiletkenlerin Karakterizasyonu"

Reddy R.R., Murakami M., Tanaka S., Reddy P.V., Physica C 257 (1996) 137–142.

Taylor, J.R. & Zafaritos, C.D. (1996). Fizik ve Mühendislikte Modern Fizik. (B. Karaoğlu, Çev.). İstanbul: Arte Güven Yayınları

Turkoz M.B., Nezir S., Terzioglu C., Varilci A., Yildirim G., J. Mater. Sci: Mater. El. 24 (2013) 896–905.

Salamati, H. & Karneli, P. (2004). The Effect of Bi-2212 phase on the weak link behavior of Bi-2223 superconductors, Physica C, 403, 60-66

Saritekin N.K., Zalaoglu Y., Dogruer M., Yildirim G., Terzioglu C., Gorur O., J. Alloy. Compd. 610 (2014) 361–371.

Serway, R.A. (1996) Fen Mühendislik için Fizik (Cilt 3). (K. Çolakoğlu, çev.) Ankara; Palme Yayıncılık

Shabna R., Sarun P.M., Vinu S., Biju A., Syamaprasad U., Supercond. Sci. Technol. 22 (2009) 045016–045022.

Shabna R., Sarun P.M., Vinu S., Syamaprasad U., J. Alloy. Compd. 493 (2010) 11–16.

Starowicz P., Sokowski J., Balanda M., Szytua A., Physica C 363 (2001) 80–90.

Şahin S. (2013), Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü Yüksek Lisans Tezi "Effect of Samarium Substitution with Bismuth on Transport and Magnetoresistance Properties of Bi-2223"

Yashnik S.A., Ismagilov Z.R., Porsin A.V., Denisov S.P., Danchenko N.M., Top. Catal. 465 (2007) 42–43.

Yaşar N. (2009), Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimi Dalı Yüksek Lisans Tezi "Xrd Analiz Yöntemleriyle Bi-2223 Süperiletken Seramik Yapıların Faz Değişimlerinin Katkı Atomları İle İncelenmesi"

Yıldırım G., Bal S., Yucel E., Dogruer M., Akdogan M., Varilci A., Terzioglu C., J. Supercond. Nov. Magn. 25 (2012) 381–390.

Yıldırım G., Varilci A., Akdogan M., Terzioglu C., J. Mater. Sci: Mater. El. 23 (2012) 928–935.

Yıldırım G., Dogruer M., Karaboga F., Terzioglu C., J. Alloy. Compd. 584 (2014) 344–351.

Yıldız A., Kocabas K., Akyuz G.B., J. Supercond. Nov. Magn. 25 (2012) 1459–1467.

Zalaoğlu Y., Yildirim G., Terzioglu C., Gorur O., J. Alloy. Compd. 622 (2015) 489–499.

Zalaoğlu Y., Yildirim G., Terzioglu C., Gorur O., J. Alloy. Compd. 622 (2010) 489–499.

Zalaoğlu Y., Yildirim G., Buyukuslu H., Saritekin N.K., Varilci A., Terzioglu C., Gorur O., J. Alloy. Compd. 631 (2010) 111–119.

Zalaoğlu Y. (2011), Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümü Yüksek Lisans Tezi "Investigation of Some Physical Prperties of Ce Doped Bi-2212"

8. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ertuğrul AKDEMİR

Doğum Yeri ve Tarihi: Bolu - 12.03.1987

Lisans Üniversite : Gaziantep Üniversitesi - Makine Mühendisliği

Elektronik Posta : ertuakde@hotmail.com

İletişim Adresi : Karamanlı Mah. Asadarlar Sk. Zafer Apt. No:4/5
Bolu/Merkez