

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu₂O_{8+δ} Seramik Süperiletkeninde
Bakır Tarafına Yüksek Değerlikli Nb Katkısının
Süperiletkenlik Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi**

Fatma ARLI

Fizik Anabilim Dalı

Temmuz, 2023

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZ ONAYI

**$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ Seramik Süperiletkeninde
Bakır Tarafına Yüksek Değerlikli Nb Katkısının Süperiletkenlik
Özelliklerine Etkilerinin İncelenmesi**

Fatma ARLI

Fizik Anabilim Dalı

Bu Yüksek Lisans Tezi 26/07/2023 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Değerlendirilmiş ve Oy Birliği / Oy Çokluğu ile Kabul Edilmiştir.

Jüri : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK (Danışman)
: Prof. Dr. Ahmet EKİCİBİL
: Doç. Dr. Hakan GÜNDOĞMUŞ

Bu Tez Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalında Hazırlanmıştır.

Tez No:

Prof. Dr. Sadık DİNÇER
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

İÇİNDEKİLER

ÖZ	I
ABSTRACT	II
TEŞEKKÜR	III
ÇİZELGELER DİZİNİ	IV
ŞEKİLLER DİZİNİ	V
SİMGELER VE KISALTMALAR	VIII
1. GİRİŞ	1
1.1. Süperiletkenlikle ilgili bazı temel bilgiler	3
1.1.1 Sıfır Direnç	3
1.1.1. Meissner Etkisi	3
1.1.2. Kritik sıcaklık, kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu	4
1.1.3. London girme derinliği ve uyum uzunluğu	5
1.1.4. I. Tip ve II. Tip süperiletkenler	6
1.1.5. BCS Teorisi	7
1.2. Bakır Oksit Tabanlı Süperiletkenler	8
1.2.1. LSCO	8
1.2.2. YBCO	9
1.2.3. TBCCO Sistemi	10
1.2.4. HBCCO Sistemi	11
1.2.5. BSCCO Sistemi	12
1.3. Motivasyon ve Tezin Amacı	13
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	15
3. MATERYAL VE METOT	23
3.1. Giriş	23
3.2. Klasik katıhâl tepkime yöntemi	23
3.3. Eritme-Döküm Yöntemi	24
3.4. Cam-Seramik Yöntemi	24
3.5. Çözelti-Jel Yöntemi	25
3.6. Polimer Yöntemi	25
3.7. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin hazırlanması	25
3.8. Deneysel Ölçümler	28
3.8.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümleri	28
3.8.2. X-ışını kırınım diffraktometresi (XRD) Ölçümleri	28
3.8.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	29

3.8.4. Manyetizasyon-Sıcaklık ($M-T$) ve Manyetizasyon-Manyetik Alan ($M-H$) Ölçümleri.....	30
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	33
4.1. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin DTA sonuçları	33
4.2. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin XRD sonuçları	34
4.3. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin SEM sonuçları	36
4.4. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin manyetizasyon-sıcaklık ($M-T$) sonuçları.....	40
4.5. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin manyetizasyon-manyetik alan ($M-H$) sonuçları	41
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	51
KAYNAKLAR	53
ÖZGEÇMİŞ	59

**$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ Seramik
Süperiletkeninde Bakır Tarafına Yüksek Değerlikli Nb
Katkısının Süperiletkenlik Özelliklerine Etkilerinin
İncelenmesi**

Fatma ARLI

Danışman: Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK

Fizik Anabilim Dalı

ÖZ

Bu çalışmada, klasik katıhal reaksiyon yöntemiyle hazırlanmış $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ ($x = 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ ve 0.20) sisteminde, bakır (Cu) tarafına yüksek değerlikli Nb katkısının süperiletkenlik özelliklerine etkileri incelenmektedir. XRD analizi sonucu tüm örneklerde ana faz Bi-2212 olmakla birlikte Bi-2201 ve Bi-2223 fazlarına ait küçük şiddette kırınım desenleri gözlenmiştir. Ayrıca örneklerin örgü parametreleri Nb katkısıyla birlikte düşmüştür. SEM fotoğraflarından tüm örneklerde rastgele yönelmiş yer yer plaka benzeri yer yer de iğnemsî taneler göze çarpmaktadır. Tüm örneklerde 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarında II. Tip süperiletkenlere özgü simetrik $M-H$ eğrileri elde edilmiştir. Çivileme yeteneklerinin bir ölçüsü olan kalıcı manyetizasyon değerleri (M_r), Nb katkılanmasıyla birlikte artmıştır. Aynı şekilde örneklerin kritik akım yoğunlukları (J_c) değerleri de Nb içeriğiyle birlikte artmıştır. Sonuç olarak, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ sisteminin süperiletkenlik özelliklerinin iyileştirilmesi açısından Nb eklenmesi kullanışlı bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Bi-2212, XRD, SEM, $M-H$, J_c

**Investigation of the Effects of High Valency Nb
Substituted to the Copper Site on Superconductive Properties
in $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ Ceramic Superconductor**

Fatma ARLI

Advisor: Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK

Department of Physics

ABSTRACT

In this study, the effects of high-valent Nb addition to the copper (Cu) site on the superconductivity properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ ($x = 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ and 0.20) system prepared by the classical solid state reaction method are investigated.. As a result of XRD analysis, although the main phase is Bi-2212 in all samples, small diffraction patterns of Bi-2201 and Bi-2223 phases were also observed. In addition, the lattice parameters of the samples decreased with the addition of Nb. Randomly oriented platelet-like and occasionally needle-like grains were observed from SEM images. Symmetrical M - H curves specific to type superconductors were obtained at the temperatures of 10, 20, and 30 K, for all samples. The permanent magnetization values (M_r), which is a measure of the pinning abilities, increased with the Nb-substitution. Likewise, the critical current densities (J_c) values of the samples also increased with the Nb content. As a result, Nb addition is a useful method in terms of improving the superconducting properties of the $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ system.

Keywords: Bi-2212, XRD, SEM, M-H, J_c

TEŞEKKÜR

Hayatım boyunca saygı ve ilgi duyduğum Fizik alanında beni yüksek lisans yapabileceğim konusunda cesaretlendiren yüksek lisansın her aşamasında sabrını ve desteğini esirgemeyen, inancımı her daim yüksek tutmamda başrol olan çok kıymetli danışmanım Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK' e teşekkür ederim.

Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak her zaman destek gösteren Arş. Gör. Dr. Mehmet GÜRSUL' a teşekkür ederim.

Gerek ders, gerekse tez aşamasında örneklerin manyetizasyon ölçümlerinde büyük desteği olan Arş. Gör. İbrahim ERGİN' e teşekkür ederim.

Maddi ve manevi desteğini her zaman hissettiğim Annem Güli ARLI, Babam Recayi ARLI ve Ablam Rabia ARLI' ya, her daim yanımda olan değerli dostlarım Perihan SÜMEN ve Tuğba BUDAK' a çok teşekkür ederim.

Tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak tez yazım aşamasında yanımdan ayrılmayan ve her zaman destek gösteren ağabeyim Öğr.Gör.Emrumiye ARLI' ya ve güzel pasta ve kahve ikramları ve beni motivasyona sevk etmekten bıkmayan eşi Hacer ARLI' ya teşekkür ederim.

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin hesaplanan örgü parametreleri ve ortalama kristal boyutları	36
Çizelge 4.2. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki H_{c1} ve M_r değerleri.	46
Çizelge 4.3. Örneklerin $H= 0.25 T$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri	49
Çizelge 4.4. Örneklerin $H= 0.5 T$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri.....	49
Çizelge 4.5. Örneklerin $H= 1 T$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri	49

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Yalıtkan, yarıiletken, iletken ve süperiletken bir malzemenin öz direnç-sıcaklık grafiği.....	1
Şekil 1.2.	Lord Kelvin, Matthiessen ve Dewar'ın önerdiği mutlak sıfıra doğru metallerin direnç-sıcaklık grafiği.....	2
Şekil 1.3.	Normal bir metal ile süperiletken bir malzemenin öz direnç-sıcaklık grafiği	3
Şekil 1.4.	Meissner Etkisi'nin şematik gösterimi.....	4
Şekil 1.5.	Bazı malzemelerin süperiletken bölgeleri.....	5
Şekil 1.6.	Manyetik alanın bir süperiletken örnekte üstel olarak azalması	5
Şekil 1.7.	Süperiletken durumdaki elektron yoğunluğunun uyum uzunluğu sonunda sıfıra düşmesi	6
Şekil 1.8.	I. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-manyetizasyon ve manyetik alan-sıcaklık grafiği.....	6
Şekil 1.9.	II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-manyetizasyon ve manyetik alan-sıcaklık grafiği	7
Şekil 1.10.	Cooper çifti	8
Şekil 1.11.	LSCO sisteminin kristal yapısı	9
Şekil 1.12.	YBCO'nun kristal yapısı	10
Şekil 1.13.	TBCCO'nun kristal yapısı	11
Şekil 1.14.	HBCCO sisteminin kristal yapısı.....	12
Şekil 1.15.	Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 fazlarının kristal yapısı.....	13
Şekil 2.1.	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{K}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi	15
Şekil 2.2.	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi	16
Şekil 2.3.	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{V}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$ örneklerinin 10 K'deki F_p değerinin manyetik alanla değişimi.....	17
Şekil 2.4.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{V}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Ti}_y\text{O}_{12+\delta}$ örneklerinin U değerlerinin manyetik alanla değişimi.....	17
Şekil 2.5.	$\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35-x}\text{Nb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki $M-H$ eğrileri.....	18
Şekil 2.6.	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Ce}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi	19
Şekil 2.7.	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_{2-x}\text{Yb}_x\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki $M-H$ eğrileri.....	20
Şekil 2.8.	$(\text{BiPb})_2\text{Ta}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Nb}_y\text{O}_{12+\delta}$ U değerlerinin manyetik alanla değişimi	21
Şekil 2.9.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{W}_x\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin J_c değerlerinin manyetik alanla değişimi.....	21

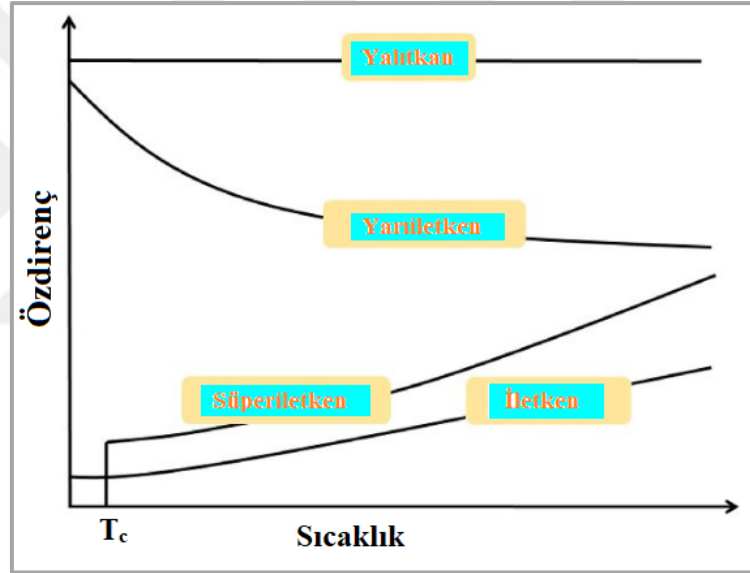
Şekil 3.1.	Agat havan ve tokmak	26
Şekil 3.2.	Alumina Krozeler	26
Şekil 3.3.	Kare ve silindirik fırın.....	27
Şekil 3.4.	Pelet yapımı için kalıp seti.....	27
Şekil 3.5.	Pelet pres sistemi	27
Şekil 3.6.	DTA cihazı.....	28
Şekil 3.7.	XRD sistemi.....	29
Şekil 3.8.	SEM’de elektron demeti-örnek etkileşimi sonucu ortaya çıkan çeşitli sinyaller	30
Şekil 3.9.	SEM sistemi.....	30
Şekil 3. 10.	<i>M-T</i> ve <i>M-H</i> ölçümleri için kullanılan PPMS	31
Şekil 4.1.	Nb0.00 örneğinin <i>DTA</i> grafiği	33
Şekil 4.2.	Nb0.20 örneğinin <i>DTA</i> grafiği	34
Şekil 4.3.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin XRD sonuçları	36
Şekil 4.4.	Nb0.00 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	37
Şekil 4.5.	Nb0.05 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	38
Şekil 4.6.	Nb0.075 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	38
Şekil 4.7.	Nb0.10 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	39
Şekil 4.8.	Nb0.15 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	39
Şekil 4.9.	Nb0.20 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.	40
Şekil 4.10.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin <i>M-T</i> sonuçları.	41
Şekil 4.11.	Nb0.00 örneğinin 10 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	42
Şekil 4.12.	Nb0.00 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	43
Şekil 4.13.	Nb0.05 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	43
Şekil 4.14.	Nb0.075 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	44
Şekil 4.15.	Nb0.10 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	44
Şekil 4.16.	Nb0.15 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	45
Şekil 4.17.	Nb0.20 örneğinin 10, 20 ve 30 K’deki <i>M-H</i> sonuçları.	45
Şekil 4.18.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 10 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.	47
Şekil 4.19.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 20 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.....	47
Şekil 4.20.	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 30 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.....	48

SİMGELER VE KISALTMALAR

BCS	: Bardeen Cooper Schrieffer
Bi-2201	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_1\text{O}_y$
Bi-2201	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$
Bi-2223	: $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$
BSCCO	: Bismuth Strontium Calcium Copper Oxide
EDS	: Enerji Dağılım Spektroskopisi
H_c	: Kritik manyetik alan
H_{c1}	: Alt kritik manyetik alan
H_{c2}	: Üst kritik manyetik alan
H_{irr}	: Tersinmezlik alanı
I	: Akım
J_c	: Kritik akım yoğunluğu
K	: Kelvin (Sıcaklık Birimi)
M	: Manyetizasyon
M_r	: Kalıcı Manyetizasyon
Oe	: Oersted (Manyetik Alan Birimi)
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
T	: Tesla (Manyetik Alan Birimi)
T_c	: Kritik Sıcaklık
PPMS	: Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi
XRD	: X-ışını kırınımı
VSM	: Titreşimli Örnek Manyetometresi
(hkl)	: Miller indisleri

1. GİRİŞ

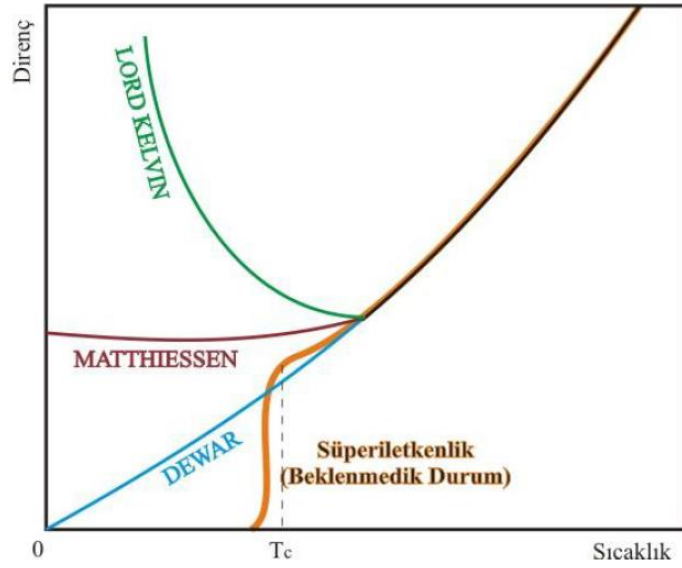
Elektrik akımı, dışarıdan bir elektrik alan etkisiyle, elektronların hareketi sonucunda oluşur. Pozitif yüklü parçacıklar alan doğrultusuna paralel, negatif yüklü parçacıklar ise söz konusu bu elektrik alana anti-paralel olacak şekilde ivmelenirler. Katı malzemelerde ise elektrik akımı eksi yüklü serbest elektronların hareketi sonucu oluşur. Bir katı malzemedeki elektronların akışını karşı koyan niceliklere elektriksel özdirenç (ρ) denir. Bu nicelikler elektronların hareketi sırasında malzemedeki örgü titreşimleri sonucu oluşan fononlardan ya da safsızlık bölgelerinden kaynaklanır. Elektriksel iletkenlik (σ), elektriksel direncin tersi olup ($\sigma=1/\rho$) malzemenin elektriği iletme kabiliyetinin bir ölçüsüdür. Tüm malzemeleri elektriği iletme kabiliyetine göre yalıtkan, yarıiletken, iletken ve süperiletken olarak sınıflandırabiliriz. Şekil 1.1’de yalıtkan, yarıiletken, iletken ve süperiletken bir malzemenin elektriksel direnç-sıcaklık grafiği verilmektedir.



Şekil 1.1. Yalıtkan, yarıiletken, iletken ve süperiletken bir malzemenin özdirenç-sıcaklık grafiği (<https://www.e-sciencecentral.org/articles/Table.php?xn=asct/asct-27-030&id=>).

Plastik, cam, teflon, mika ve kâğıt gibi yalıtkan malzemelerin değerlik elektronları atomlarına sıkı sıkıya bağlıdır ve değerlik bandı ile iletkenlik bandı arasında 4eV’den daha büyük bir yasak enerji aralığı olduğundan serbest elektronları bulunmaz. Buna bağlı olarak yalıtkan malzemelerin elektriksel dirençleri çok yüksektir. Şekil 1.1’de görüldüğü gibi yalıtkan malzemelerin elektriksel dirençleri sıcaklığın değişmesiyle birlikte belirgin bir değişikliğe uğramaz. Germanyum, silisyum ve GaAs gibi yarıiletken malzemeler iletkenlik bakımından iletkenler ile yalıtkanlar arasında yer alır ve değerlik bandı ile iletkenlik bandı arasında 0.76-1.43 eV gibi yalıtkanlara nispeten daha az bir enerji aralığı vardır. Bu açıdan sıcaklığın artmasıyla birlikte değerlik bandındaki elektronlar enerji kazanarak iletim bandına geçiş yapar ve yarıiletken

malzemelerin elektriksel  zdirenci,  ekil 1.1’de g r ld   gibi sıcaklı ın artmasıyla azalır. Altın, g m  , bakır ve al minyum gibi metaller iletken malzemeler sınıfına girer. Bu tip malzemelerde de erlik bandı ile iletkenlik bandı arasında bir yasak enerji aralı ı yoktur ve de erlik elektronları atomlarıyla sıkı sıkıya ba lı olmayıp serbest haldedir. Buna ba lı olarak iletken malzemelerin elektrik diren leri $10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}$ gibi d   k de erlere sahiptir.  ekil 1.1’de g r ld   gibi iletken malzemelerde elektriksel  zdiren  sıcaklıkla birlikte do rusal olarak d   r. Bunların dı ında  zel bir malzeme grubu olan s periletkenlerde ise sıcaklık kritik ge i  sıcaklı ı (T_c) dedi imiz sıcaklı a gelindi inde  zdiren  keskin bir  ekilde d   r.  yle ki bu de er iyi bir iletkenden 10^{17} kat daha d   k olup $10^{-26} \Omega \cdot \text{cm}$ civarında oldu undan pratik a ıdan sıfır kabul edilir. S periletkenlik, 1911 yılında Hollandalı bilim insanı Kamerlingh Onnes tarafından saf cıvada (Hg) 4.2 K sıcaklı ında bulunmu tur. O yıllarda metallerde sıcaklı ın d   mesiyle birlikte elektriksel direncin d   mesi bilinen bir durumdu. Ancak mutlak sıfıra yakın sıcaklı lara inilemedi i i in d   k sıcaklı larda elektriksel direncin ne olaca ını  ng ren    g r   vardı. Bu    g r   n  nerdi i elektriksel diren  sıcaklık grafi i  ekil 1.2’de verilmektedir.



 ekil 1.2. Lord Kelvin, Matthiessen ve Dewar’ın  nerdi i mutlak sıfıra do ru metallerin diren -sıcaklık grafi i (<http://libratez.cu.edu.tr/tezler/8864.pdf>).

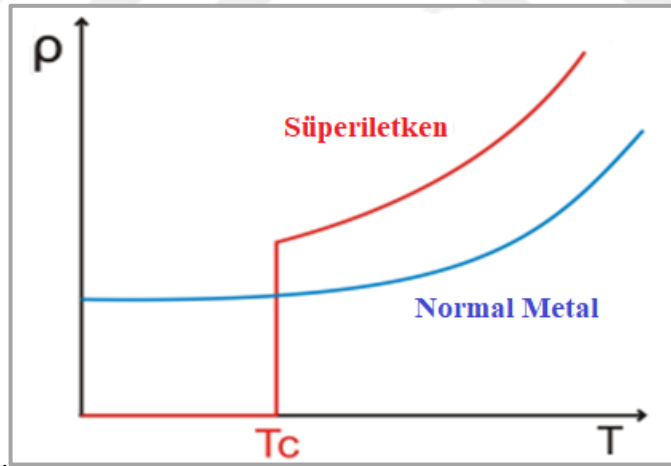
Matthiessen’e g re sıcaklı ın d   mesiyle birlikte diren  de d   ecek ancak mutlak sıfırda bile sıfır olmayacaktır. Kristal i erisindeki bazı safsızlı lardan dolayı az da olsa bir diren  olaca ını  ng rm  t r. Lord Kelvin ise mutlak sıfıra do ru elektrik akı ı esnasında elektronların donaca ını ifade ederek, diren  de erlerinin mutlak sıfıra yakla ırken, sonsuza do ru artaca ını iddia etmi tir. Dewar ise mutlak sıfırda fonon sa ılmalarının olmayaca ını ve direncin de sıfır olaca ını ifade etmi tir. 1908 yılında, Kamerling Onnes helyumu sıvıla tırmayı ba ararak deneysel olarak d   k sıcaklı lara do ru d   meyi ba ardı. Bunun  zerine mutlak sıfıra do ru elektriksel direncin nasıl bir seyir alaca ını ara tırmak i in ve bir anlamda var olan g r  leri test etmek i in bir ok malzemenin

direnç sıcaklık ölçümlerini yapmıştır. Metalik civayla ilgili yaptığı deneyde civanın direnci, sıcaklığın 4.2 K değerine geldiğinde aniden sıfıra doğru düştüğünü gözlemlemiştir. Defalarca yaptığı deney sonrası aynı sonuçlara ulaştığı için yeni bir şey keşfettiğini anlamış ve bu keşfettiği fiziksel olguya süperiletkenlik adını vermiştir. Kamerlingh Onnes bu keşfinden dolayı 1913 yılında Nobel Ödülü kazanmıştır.

1.1. Süperiletkenlikle ilgili bazı temel bilgiler

1.1.1 Sıfır Direnç

Süperiletken bir malzemedeki en temel özellik direncin sıfır olmasıdır. Sıfır direnç durumu sıcaklık-özdirenç (ρ - T) ölçümü sonucu belirlenebilmektedir. Süperiletken bir malzemde sıcaklığın düşmesiyle birlikte direnci giderek azalır (normal durumda metalik özellik gösteren süperiletken malzemeler için) ve kritik sıcaklığa (T_c) ulaşıldığında direnç aniden sıfıra iner. Artık kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda süperiletken bir malzemde doğru akım geçtiğinde elektriksel direnç sıfırdır. Başka bir deyişle, süperiletken durumda akımda herhangi bir kayıp yaşanmaz. Bundan dolayı süperiletken halkada dolanan bir akım çok uzun süre kayıpsız akabilir. Aşağıdaki şekilde normal bir iletkenle ile süperiletken bir malzemenin özdirenç-sıcaklık grafiği verilmektedir. Normal metalin özdirenci 0 K'de bile sıfır olmazken süperiletken malzemenin özdirenci T_c altındaki her sıcaklıkta sıfır değerine yakın olur.

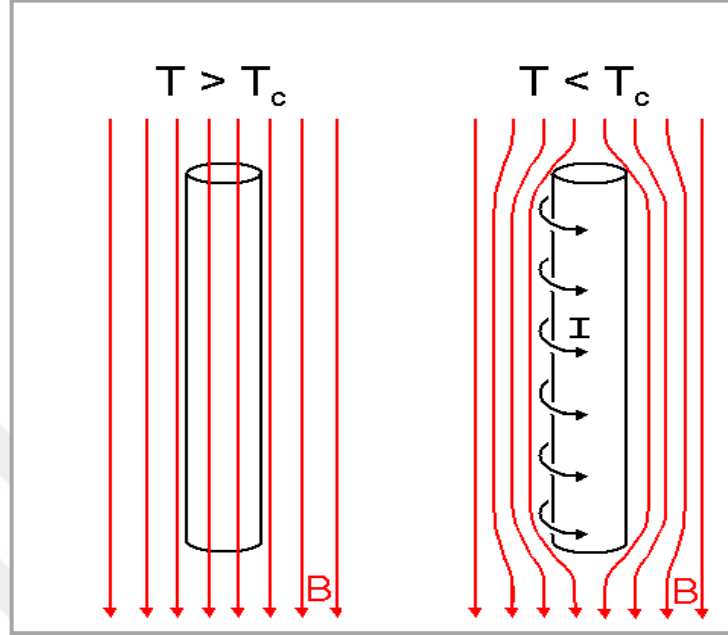


Şekil 1.3. Normal bir metal ile süperiletken bir malzemenin özdirenç-sıcaklık grafiği (<http://www.superconductors.org/Type1.htm>).

1.1.1. Meissner Etkisi

Meissner ve Ochsenfeld (1933), manyetik alan içindeki bir süperiletkeni geçiş sıcaklığının altına kadar soğuttuklarında, manyetik alan çizgilerinin dışarı itildiğini, süperiletkenin ideal bir diyamanyetik gibi davrandığını gözlemlemiştir. Süperiletken bir malzemenin manyetik alanı dışarlaması durumuna Meissner Etkisi denilmektedir. Şekil 1.4' de Meissner Etkisi'nin şematik bir gösterimi mevcuttur. Şekil 1.4' de görüldüğü gibi süperiletken yüzeyinde manyetik alana eşit

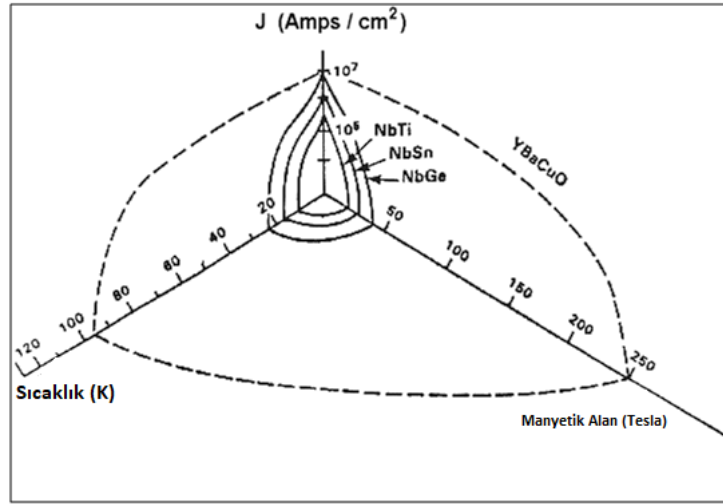
büyükölükte ve zıt yönde oluşın akım (I) sonucunda Meissner Etkisi oluşmuştur. Bu sayede T_c değerinin altındaki sıcaklıklarda bulunan süperiletkenlerde manyetik indüksiyon sıfır ($B=0$) olur ve malzeme diyamanyetizma özelliğı gösterir.



Şekil 1.4. Meissner Etkisi'nin şematik gösterimi (<https://astarmathsandphysics.com/>).

1.1.2. Kritik sıcaklık, kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu

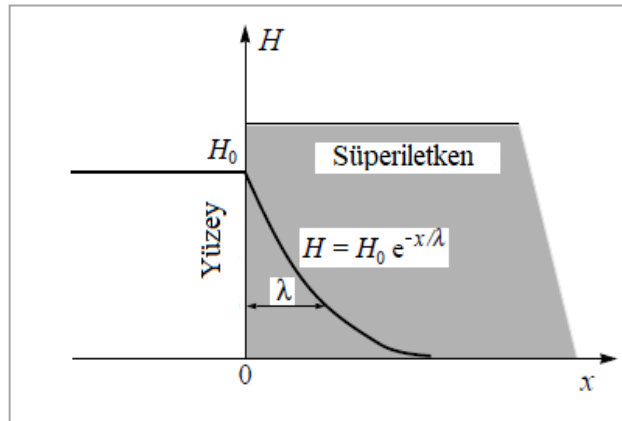
Bir süperiletken malzemenin sıfır direnç ve Meissner etkisi gibi iki temel özelliğini koruyabilmesi için kritik sıcaklık, kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu dediğimiz 3 parametre sınırları içerisinde olmalıdır. Öncelikle bir malzemenin süperiletken duruma geçmesi için belirli bir sıcaklığa kadar soğutmamız şarttır. Malzemenin direncinin keskin bir şekilde sıfıra doğru azaldığı ve malzemenin süperiletkenlik faza geçtiğı sıcaklığa kritik geçiş sıcaklığı (T_c) denir. Malzeme süperiletken durumda iken malzemeye manyetik alan uygulayalım ve bu manyetik alanı kademeli olarak artırdığımızı düşünelim. Malzeme süperiletken durumda olduğu için Meissner Etkisi gösterecek ve manyetik alanı dışarlayacaktır. Manyetik alan değerini belli bir seviyenin üstüne çıkardığımızda malzemedeki süperiletkenlik faz yok olup malzeme Meissner Etkisi özelliğini göstermeyecektir. İşte malzemenin süperiletkenliğini bozan bu alan değerine kritik manyetik alan değeri (H_c) denir. Son olarak bir süperiletken malzemenin taşıyabileceğı maksimum bir akım yoğunluğu vardır. Bu akım yoğunluğuna kritik akım yoğunluğu (J_c) denir. Her malzemenin kendine özgü T_c , H_c ve J_c değeri vardır. Bu değerler içinde kalan bölgeye o malzemenin süperiletken bölgesi denir. Şekil 1.5' de YBCCO, NbTi, NbSn ve NbGe malzemelerinin süperiletken bölgeleri gösterilmiştir. Bir süperiletken malzemenin teknolojik olarak öne çıkması için süperiletken bölgesinin geniş olması gereklidir.



Şekil 1.5. Bazı malzemelerin süperiletken bölgeleri (<http://www.futurescience.com>).

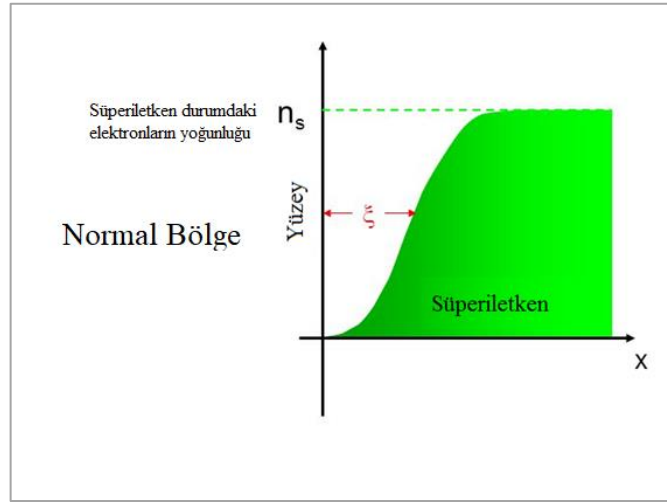
1.1.3. London girme derinliği ve uyum uzunluğu

1935 yılında Fritz ve Heinz London kardeşler, Drude modeli ve Maxwell denklemlerini kullanarak Meissner etkisini açıklamış ve London girme derinliği (λ) parametresini tanımlamışlardır. Buna göre manyetik alan süperiletken malzemeden hemen dışlanmayıp, λ parametresine bağlı olarak üstel olarak perdelenir. Bu durum Şekil 1.6' da gösterilmiştir. Şekle göre London girme derinliği (λ), yüzeydeki manyetik alan değerinin $1/e$ kadar düştüğü (H_0/e) uzaklığa denir.



Şekil 1.6. Manyetik alanın bir süperiletken örnekte üstel olarak azalması (Mourachkine, 2004).

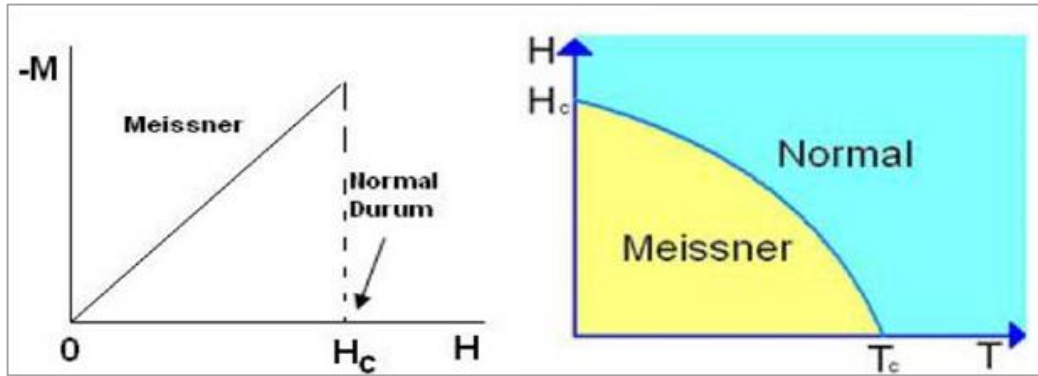
1950 yılında ise Ginzburg ve Landau süperiletkenlik fazını temsil eden bir düzen parametresi tanımladılar. Süperiletkenlik yoğunlaşmasının dalga fonksiyonu olan bu düzen parametresi uyum uzunluğu dediğimiz ve ξ ile gösterilen bir uzaklık boyunca etkisini gösterir. Yani Şekil 1.7' de görüldüğü gibi süperelektron yoğunluğu normal bir bölge ile süperiletken bölgenin sınır yüzeylerinde keskin bir şekilde ya da bir anda sıfıra düşmez. Bunun yerine ξ mertebesine bağlı olarak kademeli bir şekilde sıfıra düşer.



Şekil 1.7. Süperiletken durumundaki elektron yoğunluğunun uyum uzunluğu sonunda sıfıra düşmesi (<https://slideplayer.com/slide/10118345>).

1.1.4. I. Tip ve II. Tip süperiletkenler

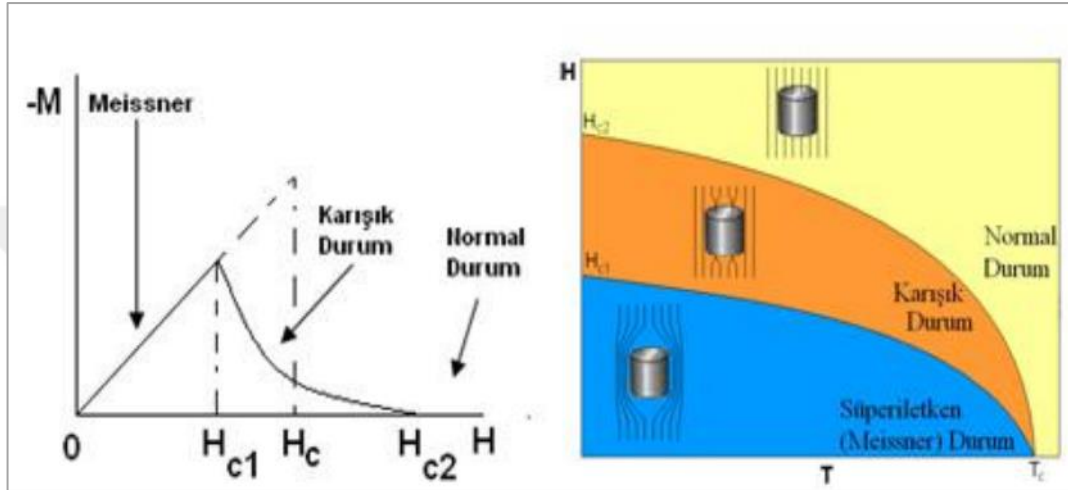
Süperiletken malzemeleri manyetik alan altındaki davranışlarına göre I. ve II. Tip olmak üzere iki sınıfta incelenir. I. Tip süperiletkenler, T_c 'nin altında tamamen diyamanyetiktir yani malzeme Meissner Etkisi gösterdiğinden uygulanan manyetik alan malzemeden geçemez. Ancak kritik manyetik alan değeri aşıldığında malzemedeki süperiletkenlik faz kaybolur ve malzeme normal duruma geçer. I. Tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alana ($M-H$) ve manyetik alan- sıcaklık ($H-T$) grafikleri Şekil 1.8'de verilmiştir. I. Tip süperiletkenlerin diğer bir özelliği ise, uyum uzunluğunun London girme derinliğinden büyük olmasıdır ($\xi > \lambda$).



Şekil 1.8. I. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-manyetizasyon ve manyetik alan-sıcaklık grafiği (<http://libratez.cu.edu.tr/tezler/9772.pdf>).

II. Tip süperiletkenlerde ise alt kritik manyetik alan (H_{c1}) ve üst kritik manyetik alan değeri (H_{c2}) olmak üzere iki kritik manyetik alan değeri vardır. Eğer manyetik alan H_{c1} 'in altındaysa II. Tip süperiletken malzeme I. Tip süperiletkenler gibi Meissner etkisi gösterir ve manyetik alanı dışarlar. Manyetik alan H_{c1} değerini aştığı vakit malzemeye manyetik alan kuantumlu vorteksler

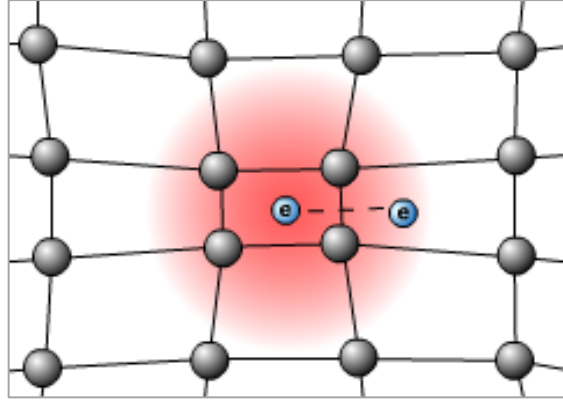
şeklinde girer. Malzeme bu durumda iken süper akımların geçtiği süperiletken bölgeler ve manyetik alan çizgilerinin geçtiği vorteks bölgelerinden oluşur. II. Tip süperiletkenlerde $H_{c1} < H < H_{c2}$ aralığına vorteks durumu, karışık durum ya da Shubnikov fazı denir. Manyetik alan değeri H_{c2} değerini aştığı vakit vorteksler bütün malzemeye kaplar ve süperiletkenlik faz kaybolur. Şekil 1.9’da II. Tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alana ($M-H$) ve manyetik alan-sıcaklık ($H-T$) grafikleri verilmiştir. II. Tip süperiletkenlerin diğer bir özelliği ise, uyum uzunluğunun London girme derinliğinden küçük olmasıdır ($\xi < \lambda$).



Şekil 1.9. II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-manyetizasyon ve manyetik alan-sıcaklık grafiği (<http://libratez.cu.edu.tr/tezler/9772>).

1.1.5. BCS Teorisi

J J. Bardeen, L. Cooper ve J. R. Schrieffer, 1957 yılında elektron-fonon etkileşimine dayalı “Microscopic Theory of Superconductivity” isimli çalışmalarıyla süperiletkenliği mikroskobik düzeyde açıklamayı başarmışlardır. Sonrasında bu çalışma yazarların baş harfleri alınarak BCS teorisi olarak isimlendirilmiş ve 1972 yılında Bardeen, Cooper ve Schrieffer bu çalışmalarından dolayı Nobel ödülü almışlardır. Bir elektron kristal içerisinde hareket ederken pozitif yüklü iyonları kendine doğru çeker ve örgüde bir kutuplanma oluşur. Bu kutuplanmadan ikinci bir elektron etkilenecek iyonla doğru yaklaşır. Bu kutuplanmanın neden olduğu çekici kuvvet iki elektron arasındaki Coulomb itme kuvvetinden büyükse elektronlar uyumlu bir hareket ederek bir çift oluşturur. Bu elektron çiftine Cooper çifti denir. Şekil 1.10’ da Cooper çifti şematik olarak verilmiştir. BCS teorisine göre Fermi düzeyine yakın elektronlar arasında Cooper çiftleri oluşur ve bu çiftlerin oluşmasıyla sistemin enerjisi düşer ve süperiletken duruma özgü enerji aralığı (Δ_0) ortaya çıkar.



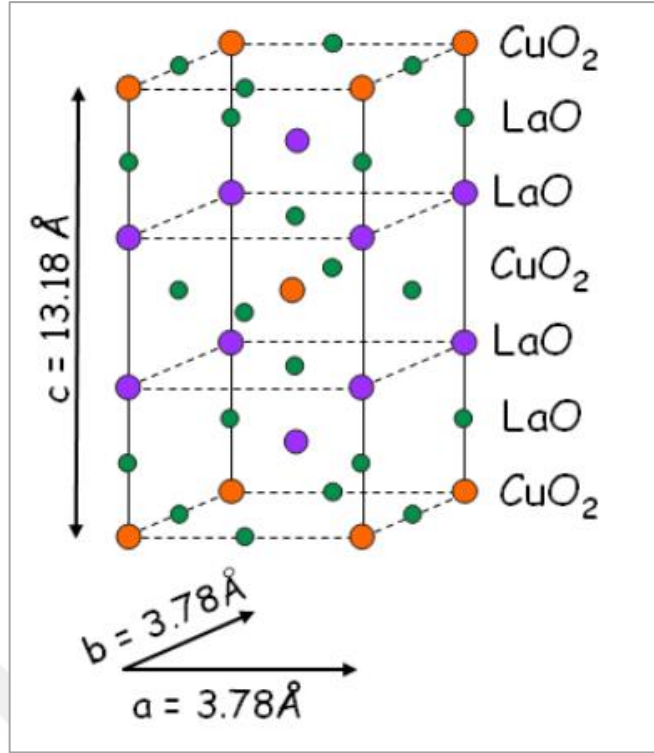
Şekil 1.10. Cooper çifti (<http://www.chm.bris.ac.uk>).

1.2. Bakır Oksit Tabanlı Süperiletkenler

BCS teorisi süperiletkenliğin oluşumunu elektron-fonon etkileşimi yoluyla açıklamış ve T_c 'ye 30 K gibi bir üst limit getirmiştir. Bu teorinin deneyle mükemmel uyum içinde olması sebebiyle uzun yıllar süperiletkenlik 30 K'nın altında ortaya çıkan ve teknolojik uygulamaları kısıtlı bir fiziksel olgu olarak görülmüştür. Bu durum 1986 yılında J. G. Bednorz ve K. A. Müller'in bakır tabanlı LaBaCuO sisteminde 30 K'de süperiletkenliği keşfetmesiyle ortadan kalkmıştır. Bu keşiften kısa bir süre sonra kritik sıcaklığı azotun kaynama noktası 77 K'nin üstünde Y-Ba-Cu-O (YBCO), Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO), Tl-Ba-CaCu-O (TBCCO) ve Hg-Ba-Ca-Cu-O (HBCCO) gibi birçok bakır tabanlı süperiletken sistem ortaya çıkmıştır. Bu sistemler sıvı helyumdan çok daha ucuz olan sıvı azot sıcaklıklarında süperiletken olabildiği için süperiletkenlerin kullanım maliyetleri düşmüş ve teknolojik uygulamaları artmıştır. Bakır oksit tabanlı süperiletkenler kupratlar, seramik süperiletkenler ya da yüksek sıcaklık süperiletkenleri gibi isimlerle anılır. Bakır oksit tabanlı süperiletkenler tabakalı yapıda olup süperiletkenliğin ortaya çıktığı bakır oksit düzlemleri ve bu düzlemlere yük sağlayan LaO, BaO, CaO ve BiO gibi yalıtkan düzlemlerden oluşur. Şimdi bu yapıları kısaca tanıyalım.

1.2.1. LSCO

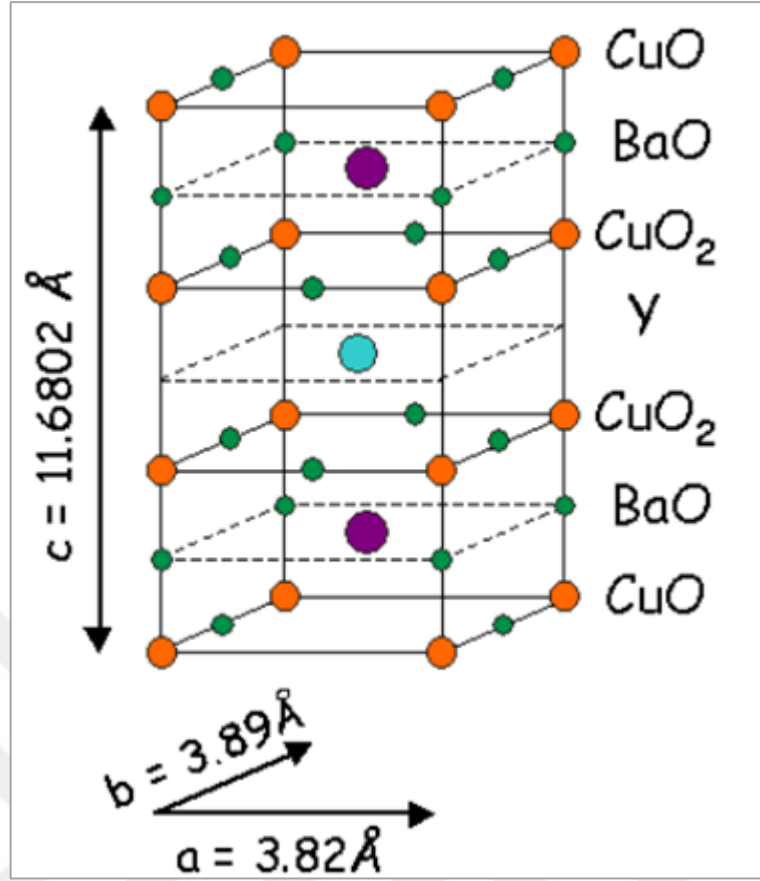
İlk bakır oksit tabanlı süperiletkeni 1986 yılında J. G. Bednorz ve K. A. Müller tarafından bulunan LaBaCuO sistemidir. Bu sistemde Ba yerine Sr kullanıldığında sistemin T_c 'si 38 K'ye kadar çıkar. Bileşik formülü $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ şeklinde olan bu sistem kısaca LSCO olarak da adlandırılır. Bu sistemde La atomlarının bir kısmı Sr atomlarıyla yer değiştirmiştir. Tetragonal yapıda kristalleşen bu sistemin örgü parametreleri $a=b=3.787 \text{ Å}$ ve $c = 13.18 \text{ Å}$ dur. Şekil 1.11' de LSCO yapısının kristal yapısı görülmektedir. Buna göre LSCO süperiletkeni, LaO ve CuO₂ düzlemlerinin üstü üste istiflenmesinden oluşur. Burada CuO₂ düzlemleri elektriksel iletimi sağlarken LaO düzlemleri yük deposu olarak görev yapar.



Şekil 1.11. LSCO sisteminin kristal yapısı
(<http://hoffman.physics.harvard.edu/materials/CuprateIntro.php>).

1.2.2. YBCO

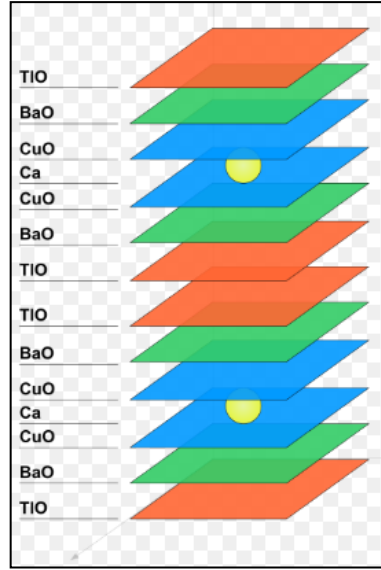
İlk yüksek sıcaklık süperiletkeni olan LSCO sisteminin keşfinden 1 yıl geçmeden geçiş sıcaklığı 80 ile 93 K arasında değişen Y-Ba-Cu-O sistemi, Alabama Üniversitesi'nden M.K. Wu ve lisansüstü öğrencileri J.R. Ashburn ve C.J. Torng tarafından keşfedilmiştir. Bu sistemin önemi T_c 'si sıvı azotun kaynama noktası olan 77 K'nin üzerinde olmasıdır. Bu sistemle birlikte soğutma için doğada bol miktarda bulunan sıvı azotun da etkin kullanılmasıyla soğutma maliyetlerin belirgin bir şekilde düşmüştür. Oksijen miktarına bağlı olarak ortorombik ya da tetragonal yapıda olan YBCO sisteminin örgü parametreleri $a \approx 3.82 \text{ Å}$, $b \approx 3.89 \text{ Å}$ ve $c \approx 11.7 \text{ Å}$ 'dır. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, YBCO'nun genel formülü olmak üzere, YBCO sistemi, $\delta \geq 0.5$ için tetragonal, $\delta \leq 0.5$ için ortorombik yapıdadır. Şekil 1.12' de YBCO sisteminin kristal yapısı verilmektedir. Şekilde görüldüğü gibi, iki CuO_2 tabakası bir Y ile ayrılmıştır. İtiryumun (Y) görevi bakır oksit tabakalarını ayırmaktır. Y yerini nadir toprak elementleri alırsa sistemin süperiletkenlik özelliklerinde belirgin bir değişim olmaz.



Şekil 1.12. YBCO'nun kristal yapısı (<http://hoffman.physics.harvard.edu>).

1.2.3. TBCCO Sistemi

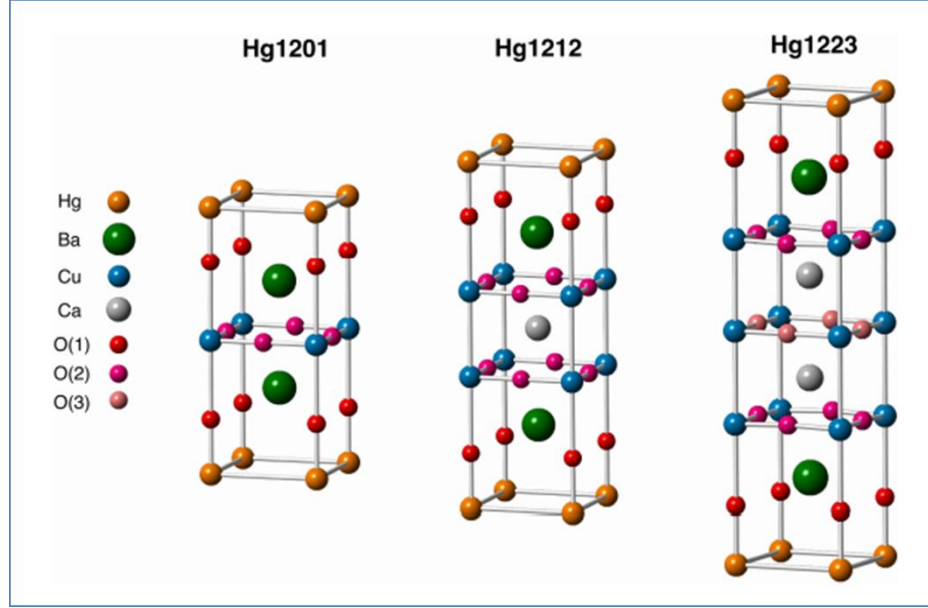
Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) sistemi ABD'de bulunan Arkansas Üniversitesi'nden Z.Z. Sheng ve A.M. Hermann tarafından, 1988 yılında bulunmuştur ve $\text{Tl}_m\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3}$ genel formülüne sahiptir. $m=1$ ve $n=1,2,\dots,6$ için $\text{TlBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3}$, $m=2$ ve $n=1, 2, 3, 4$ için $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3}$ sistemleri mevcuttur. Bu sistemin T_c değerleri Ca miktarına göre 90 ile 125 K arasında değişir. Şekil 1.13'de TBCCO'nun kristal yapısı verilmektedir. $m=2$ ve $n=3$ için $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ yapısında, 125 K ile en yüksek T_c değerine ulaşılır. TBCCO sisteminde Ba yerine aynı değerlikli ancak daha düşük iyonik çaplı Sr elementiyle üretilen Tl-Sr-Ca-Cu-O sistemi de süperiletkendir. TBCCO yapısının tek faz olarak büyütmedeki güçlükler ve Tl'nin zehirli bir element olması nedeniyle bu yapıya çok fazla ilgi olmamaktadır.



Şekil 1.13. TBCCO'nun kristal yapısı
(https://en.wikipedia.org/wiki/Thallium_barium_copper_oxide).

1.2.4. HBCCO Sistemi

Civa bazlı HgBaCaCuO süperiletken yapısı yüksek T_c 'ye sahip olmasıyla ilgi çekicidir. Bu yapının ilk üyesi $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ olup 94 K T_c değerine sahiptir ve 1993 yılında S.N. Putlin tarafından bulunmuştur. Daha sonra A. Schilling ve ark., Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminde 133.5 K T_c değerine ulaşmışlardır. HBCCO sisteminin genel formülü $\text{Hg}_m\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+\delta}$ olarak verilir. $m=1$ için $T_c=97$ K olan Hg-1201, $T_c=128$ K olan Hg-1212, $T_c=135$ K olan Hg-1223, $T_c=127$ K olan Hg-1234, $T_c=110$ K olan Hg-1245 ve $T_c=107$ K olan Hg-1256 fazları mevcuttur. $m=2$ için ise $T_c=44$ K olan Hg-2212, $T_c=45$ K olan Hg-2223 ve $T_c=114$ K olan Hg-2234 fazları mevcuttur. Yüksek basınç altında kritik geçiş sıcaklığı 150 K'nin üzerlerine kadar çıkabilir (C.W. Chu ve ark., 1993). Hg1223 fazı için 45GPa basınç altında kritik geçiş sıcaklığı 164 K olarak gözlenmiştir (L.Gao ve ark., 1994). HgBaCaCuO yapısının süperiletkenlik özelliği göstermesi için, yüksek basınç değerine ihtiyaç duyulduğundan, bu yapının pratik uygulamalar açısından uygun olmamasının en büyük sebebidir. Ayrıca bu yapı atmosfer ortamında nem ve CO_2 varlığına hassas olup süperiletkenlik özelliğini kaybetmektedir. Şekil 1.14'de Hg1201, Hg1212 ve Hg1223 fazlarının kristal yapısı verilmektedir.



Şekil 1.14. HBCCO sisteminin kristal yapısı (<https://arxiv.org/pdf/1807.08954.pdf>)

1.2.5. BSCCO Sistemi

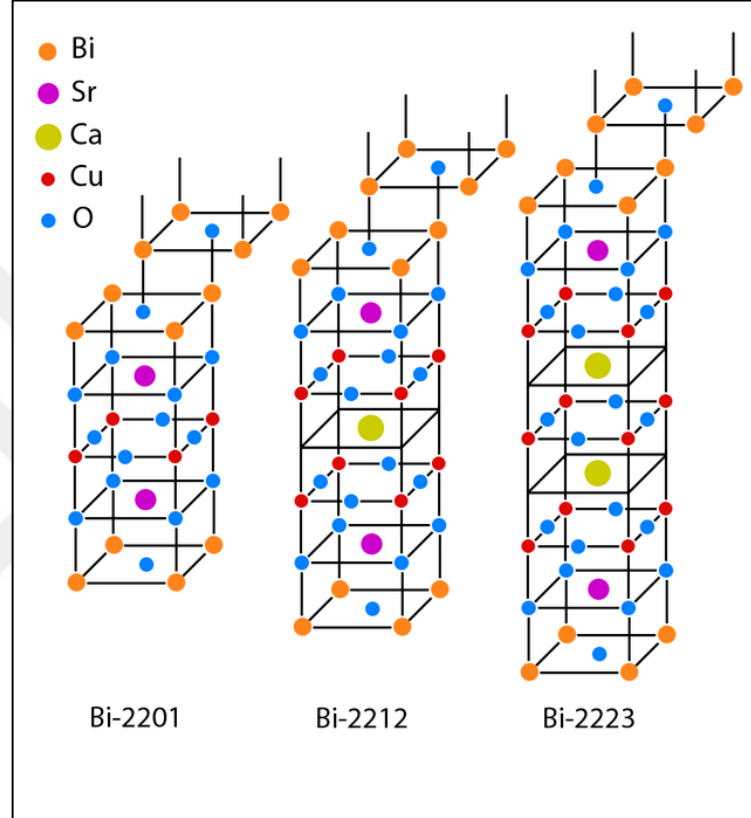
1987 yılında Michel (C. Michel ve ark.) ve arkadaşları, süperiletken geçiş sıcaklığı 20 K civarında olan Bi-Sr-Cu-O sistemini keşfettiler. Bu sistemin kritik sıcaklığının düşük olması, 2 ay öncesinde keşfedilen ve azotun kaynama noktasının üzerinde kritik geçiş sıcaklığına sahip YBCO sisteminin bulunması, o dönemdeki Bi-Sr-Cu-O sistemine olan ilgisizliğin nedenleri arasında sayılabilir. Ancak 1988 yılında, H. Maeda ve arkadaşlarının sisteme Ca eklemesiyle keşfettikleri Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemini nadir toprak elementi içermediğini ve 105 K ile mevcut YBCO sisteminin geçiş sıcaklığından 10K daha fazla süperiletken geçiş sıcaklığına sahip olduğunu bildirdiler. BSCCO sistemin genel formülü $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+y}$ şeklinde olup $n=1, 2, 3$ için Bi-2201, Bi-2211, Bi-2223 fazları mevcuttur. Buradaki n sayısı CuO_2 düzlemlerinin sayısını belirtir ve bu düzlemlerin sayısının artmasıyla T_c değeri de artmaktadır. Şekil 1.15’ de Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 fazlarının kristal yapısı verilmektedir.

Bi-2201 fazında iki BiO tabakası arasında SrO ve CuO tabakaları mevcuttur. Cu ve O atomları kare piramit yapıdadır ve her bir Cu 6 tane O atomuyla çevrilmiştir. Ayrıca Sr atomuna komşu 9 O atomu vardır. İki BiO tabakası arasındaki uzaklık 3.1 Å iken BiO ve SrO tabakaları arasındaki uzaklık 2.9 Å’dur. Bi-2201 fazının kristal yapısı tetragonal yapı göstermekle birlikte bazı durumlarda ortorombik yapıda da olabilir. Tetragonal yapının örgü parametreleri $a=b=5.4$ Å, $c=24.4$ Å, ortorombik yapının örgü parametreleri ise $a=5.3$ b= 5.4 Å, $c=24.6$ Å’dur.

Bi-2212 fazının T_c ’si 80-90 K arasında değişmekte olup kristal yapısı Bi-2201’e benzemektedir. Aralarındaki fark ise Bi-2212 fazında, Bi-2201 fazındaki CuO düzlemi arasına Ca atomu yerleşmiştir. Bi-2212 fazında, iki BiO düzlemleri arasına sırasıyla SrO-CuO-Ca-CuO-SrO düzlemleri yerleşmiştir. Bu yapının tetragonal ve ortorombik olmak üzere iki farklı birim hücre

yapısı vardır. Tetragonal yapının örgü parametreleri, $a=b=5.39 \text{ \AA}$, $c=30.6 \text{ \AA}$, ortorombik yapı için ise $a= 5.39 \text{ \AA}$, $b= 5.41 \text{ \AA}$ ve $c= 30.8 \text{ \AA}$ ’ dur.

Bi-2223 fazının T_c ’si 110 K ile BSCCO yapısının en yüksek değerine sahiptir. Bu fazda c -ekseni boyunca ikişer BiO ve SrO düzlemlerine ek olarak üç tane CuO ve iki tane CaO düzlemleri yerleşmektedir. Kristal yapısı sözde (pseudo) tetragonal yapıda olup örgü parametreleri $a= b= 5.4 \text{ \AA}$, $c= 37.1 \text{ \AA}$ ’ dur.



Şekil 1.15. Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 fazlarının kristal yapısı (https://www.wikiwand.com/en/High-temperature_superconductivity).

1.3. Motivasyon ve Tezin Amacı

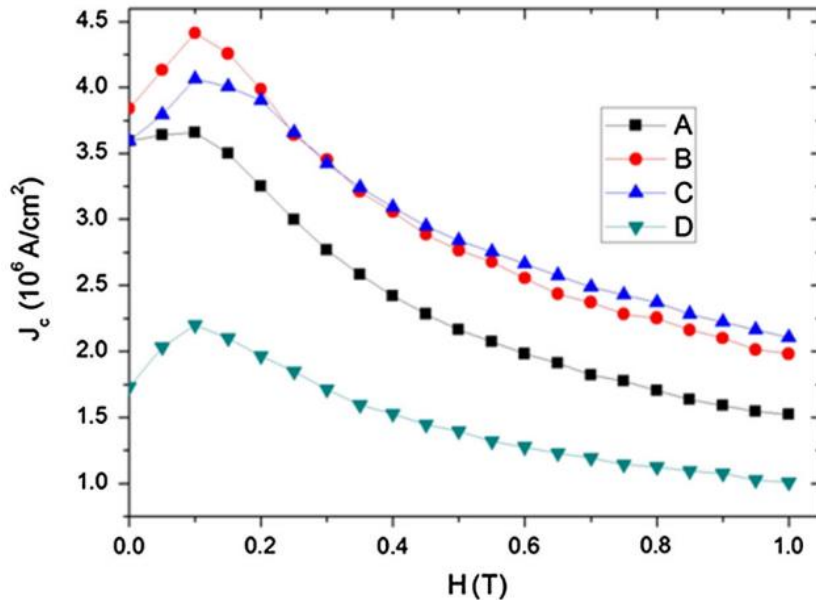
BSCCO süperiletken sistemi en çok çalışılan yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden biridir. Ca içermeyen Bi-2201 fazı düşük T_c değerine sahip olduğundan fazla ilgi çekmemiş olmasına rağmen Bi-2212 ve Bi-2223 fazının ortaya çıkmasına öncülük ettiği için önem taşır. Bi-2223 fazı en yüksek T_c değerine sahip olmasına rağmen, kısa bir sıcaklık aralığında kararlı olması, Bi-2212’ye göre daha pahalı olması, üretilmesi için uzun sinterleme sürelerine ihtiyaç duyması gibi bazı dezavantajlara sahiptir. Öte yandan Bi-2212 fazı, Bi-2223’e göre daha düşük T_c değerine sahip olmasına rağmen geniş bir sıcaklık aralığında kararlı olması, Bi-2223’e göre daha az zayıf bağlantı (weak links) problemlerinin olması ve nispeten daha ucuz olması sebebiyle araştırmacılar tarafından yoğun ilgi gösterilmektedir. Litaratüre baktığımız zaman Bi-2212 fazının büyütülmesi için katıhâl reaksiyon yöntemi, sol-jel yöntemi, eritme-döküm yöntemi ve polimer yöntemi gibi

birçok yöntem kullanılmıştır. Bu yöntemlerin yanında Bi-2212 fazının değişik kristal bölgelerine farklı elementler katkılanarak CuO_2 düzlemlerindeki deşik (hole) konsantrasyonlarının optimize edilmesi, tersinmezlik alanının (H_{irr}) artırılması ve çivileme kuvvetlerinin artırılması gibi süperiletken özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Örneğin, Özçelik ve ark. (2015), Bi-2212 sisteminde Ca tarafına Na elementi katkılayarak Bi-2212 sisteminin süperiletken özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmişlerdir. Polimer yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ ($x = 0, 0.05, 0.075, 0.1, 0.15$ ve 0.20) örneklerin çivileme enerjilerinin belirlenmesi için değişik alanlarda manyeto-direnç ölçümleri gerçekleştirmişler ve Na içerikli örneklerin daha yüksek (en yüksek $x=0.075$) çivileme enerjilerine sahip olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca literatüre baktığımız zaman Bi-2221 sisteminde Bi tarafına yapılan Pb katkılanması yoluyla da süperiletken özelliklerini iyileştirildiği birçok çalışma mevcuttur. Örneğin Sotelo ve ark. (2014) $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ ($x = 0.0, 0.2, 0.4$ ve 0.6) malzemelerin lazer yüzer bölge (LFZ) yöntemiyle üretmişler ve $x=0.4$ örneğinin mikro-yapısının en iyi olduğu ve en yüksek T_c ve J_c değerlere sahip olduğunu ifade etmişlerdir. Karaçora Nane ve Özçelik (2019), $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Nb}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ sistemini klasik katıhâl yöntemiyle üretmişler ve Ca tarafına yapılan yüksek değerlik Nb^{+5} katyonunun $x=0.5$ ve 0.10 değerlerinde J_c ve çivileme kuvvetlerinin (F_p) arttırdığını ifade etmişlerdir. Bütün bu literatür ışığında bu tez kapsamında klasik katıhâl yöntemiyle $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ ($x = 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ ve 0.20) örnekleri hazırlanmıştır. Pb miktarı 0.4 ve Na miktarı 0.075 oranında sabit tutulmuş ve Cu tarafına değişen oranda Nb katkılanmasının süperiletkenlik özelliklerine olan etkisi araştırılmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Litaratüre baktığımız zaman BSCCO sistemiyle ilgili binlerce çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmaların büyük bölümü BSCCO sisteminin çeşitli kristal bölgelerine yapılan katkılarla yoluyla sistemin süperiletkenlik özelliklerini iyileştirmeyi amaçlamaktadır. Bu tez kapsamında bütün bu çalışmalardan bahsetmek mümkün olmadığı için özellikle Çukurova Üniversitesi bünyesinde yapılan çalışmalardan bahsedilecektir. Ayrıca BSCCO sistemine katkılanmış yüksek değerlikli katyonlarla ilgili bazı çalışmalardan da bahsedilecektir.

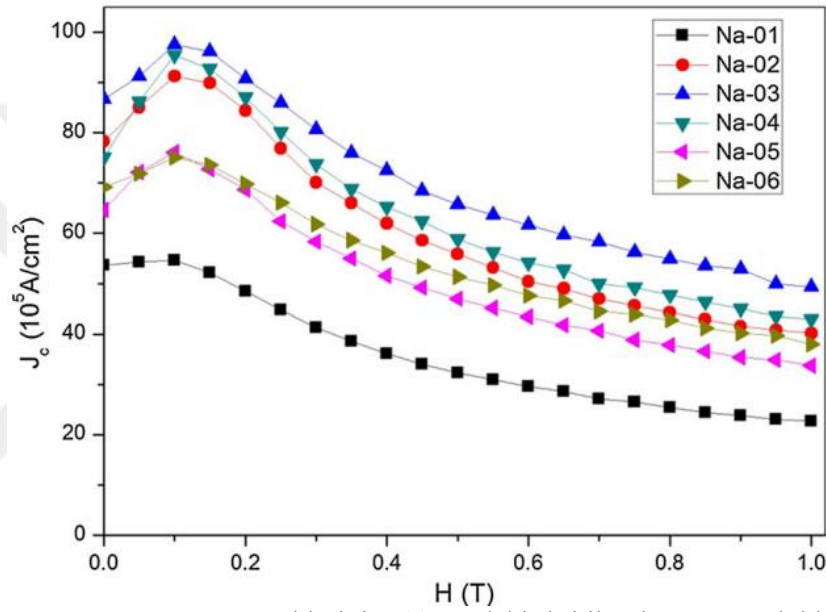
Özçelik ve ark. (2014), polimer yöntemiyle hazırladıkları Bi-2212 sisteminde Ca tarafına yapılan K katkısının sistemin süperiletkenlik özelliklerine olan etkisini, *XRD*, *SEM*, elektriksel öz direnç-sıcaklık, manyetik ölçümler yoluyla incelediler. *XRD* ve *SEM* sonuçları tüm örnekler K katkısından bağımsız olarak Bi-2212 fazının karakteristik özelliklerini yansıtmıştır. Ayrıca $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{K}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ sistemin mikro yapısında K katkılama düzeyinin $x=0.075$ olduğu duruma kadar iyileşmeler olduğunu gözlemlemişlerdir. Aynı şekilde, T_c değerleri de K katkısının 0.075 değerine kadar artış göstererek 91 K sıcaklığına kadar yükselmiş $x=0.10$ örneğinde T_c değeri bir miktar düşmüştür. $M-H$ eğrileri de 0.075 K katkısına kadar genişlemiş daha yüksek K katkısında daralma seyrine girmiştir. Bean Modeliyle hesapladıkları örneklerin kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi Şekil 2.1’de verilmiştir. Grafikte A örneği $x=0$, B örneği $x=0.05$, C örneği $x=0.10$ ve D örneği $x=0.10$ katkılama karşılığı gelmektedir.



Şekil 2.1. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{K}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi (Özçelik ve ark., 2014).

Özçelik ve ark. (2015), polimer yöntemiyle hazırladıkları $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ sisteminde Ca tarafına yapılan Na katkısının sistemin süperiletkenlik özelliklerine olan etkisini, *XRD*, *SEM*,

elektriksel özdirenç-sıcaklık, manyetik ölçümler yoluyla incelediler. *XRD* sonuçlarından tüm örneklerin hemen hemen Bi-2212 tek fazından oluştuğunu gözlemlediler. *SEM* sonuçlarından tanecik yapılarının Na içeriğiyle birlikte arttığını gözlemlediler. Elektriksel özdirenç-sıcaklık ölçümleri sonucu tüm örneklerin normal durumda metalik gösterdiğini ve T_c değerlerinin de Na içeriğiyle birlikte arttığını belirlemişlerdir. $M-H$ eğrilerinin Na katkısıyla genişlediğini gözlemleyen Özçelik ve ark. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ örneklerinin kritik akım yoğunluklarını Bean Modeli'ni kullanılarak hesaplamışlardır. Şekil 2.2'de hazırladıkları örneklerin kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi verilmektedir. En yüksek kritik akım yoğunluğu değerine sahip örnek $x=0.075$ örneği (Na-03) olarak bulmuşlardır.

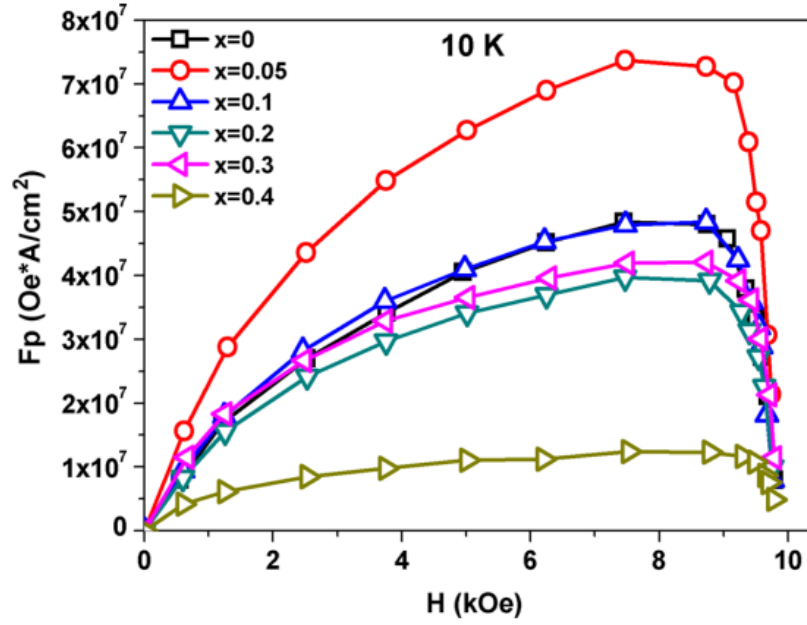


Şekil 2.2. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi (Özçelik ve ark., 2015).

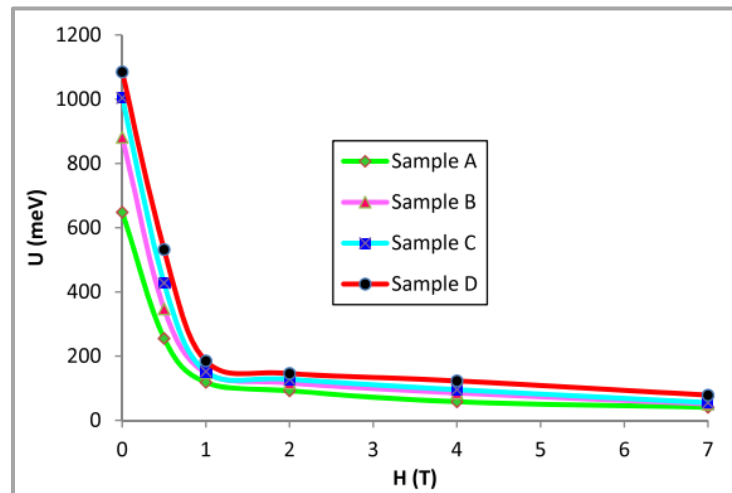
Nane ve Özçelik (2016), +5 gibi yüksek değerlikli V (Vanadyum) içeriğinin katıhal yöntemiyle hazırladıkları $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{V}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$ sisteminin yapısal, morfolojik ve süperiletken özelliklerine olan etkisini *XRD*, *SEM-EDS*, $M-T$ ve $M-H$ yoluyla incelemişlerdir. *XRD* sonuçlarına göre, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{V}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$ sisteminde ana faz Bi-2212 olmakla birlikte artan V içeriğiyle birlikte Bi-2201 fazında bir artış olmuştur. Bununla birlikte 0.05 oranındaki Ca yerine V katkılanması sisteminin T_c 'sini 2.3 K kadar artırdığını ve $M-H$ eğrilerini genişlettiğini gözlemlemişlerdir. Buna bağlı olarak 0.05V katkılı örneğin J_c ve çivileme kuvvetleri (F_p) değerleri diğer örneklere göre daha yüksek bulunmuştur. Şekil 2.3' de $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{V}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$ örneklerinin 10 K'deki F_p değerinin manyetik alanla değişimi verilmektedir.

Yazıcı ve ark. (2012), eritme döküm yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{V}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Ti}_y\text{O}_{12+\delta}$ ($x = 0.1$ ve $y = 0.05, 0.1, 0.2$ ve 0.3) sistemine eklenen V^{+5} ve Ti^{+4} gibi yüksek katyonların sistemin çivileme enerjilerine olan etkisini incelemişlerdir. Hazırladıkları örneklerin 0, 0.5, 1, 2, 4 ve 7 T

alan altında manyeto-direnç ölçümlerini alarak örneklerin tersinmezlik alanlarını (H_{irr}) belirlemişlerdir. Ayrıca manyeto-direnç ölçümlerinden elde ettikleri $\ln(\rho/\rho_0)-1/T$ çizimlerinin eğimlerinden hareketle örneklerin çivileme aktivasyon enerjilerini (U) hesaplamışlardır. Örneklerin U değerleri T_i katkısıyla birlikte arttığını ve T_i 'nin sistem içerisinde çivileme merkezleri gibi davranarak vortekslerin enerji bariyerlerini yükselttiklerini ifade etmişlerdir. Şekil 2.4' de hazırladıkları A ($y=0.05$), B ($y=0.1$), C ($y=0.2$) ve D ($y=0.3$) örneklerinin U değerlerinin manyetik alanla değişimi verilmektedir.

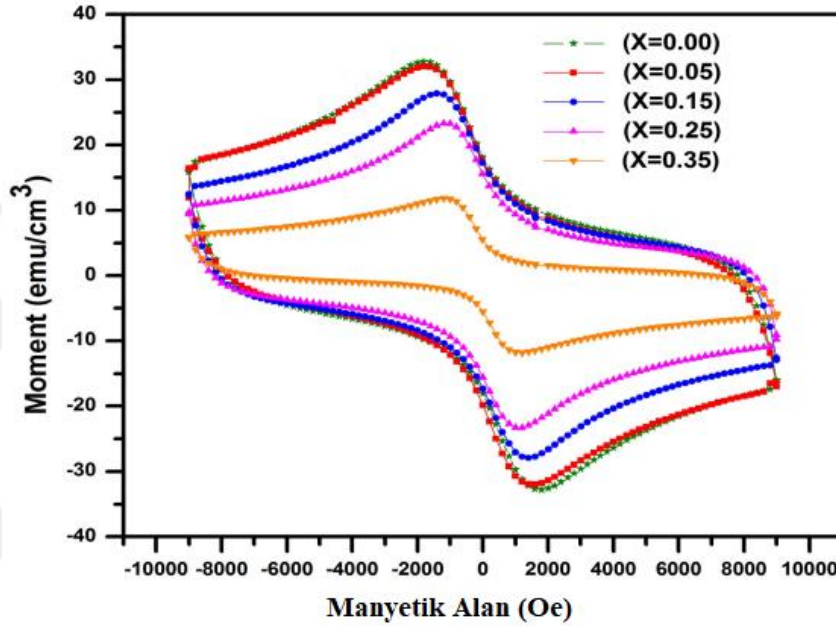


Şekil 2.3. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{V}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+y}$ örneklerinin 10 K'deki F_p değerinin manyetik alanla değişimi (Nane ve Özçelik, 2016).



Şekil 2.4. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{V}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Ti}_y\text{O}_{12+\delta}$ örneklerinin U değerlerinin manyetik alanla değişimi (Yazıcı ve ark., 2012).

Asghari ve ark. (2017), katı hal yöntemiyle hazırladıkları $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35-x}\text{Nb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ ($x = 0.0, 0.05, 0.15, 0.25$ ve 0.35) örneklerinde Pb tarafına yapılan Nb^{+5} katkısının sistemin süperiletkenlik özelliklerini nasıl etkilediğini araştırmışlardır. *XRD* sonuçlarından Nb^{+5} katkısının sistemdeki Bi-2223 fazını azalttığını ve Bi-2212 fazını artırdığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca *M-H* eğrilerinin alanın da Nb içeriğinin artmasıyla azaldığını ifade etmişlerdir. Aynı şekilde, Bean modeliyle hesapladıkları J_c değerleri de Nb içeriğiyle birlikte azaldığını bulmuşlardır. $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35-x}\text{Nb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki *M-H* eğrileri Şekil 2.5' de verilmiştir.



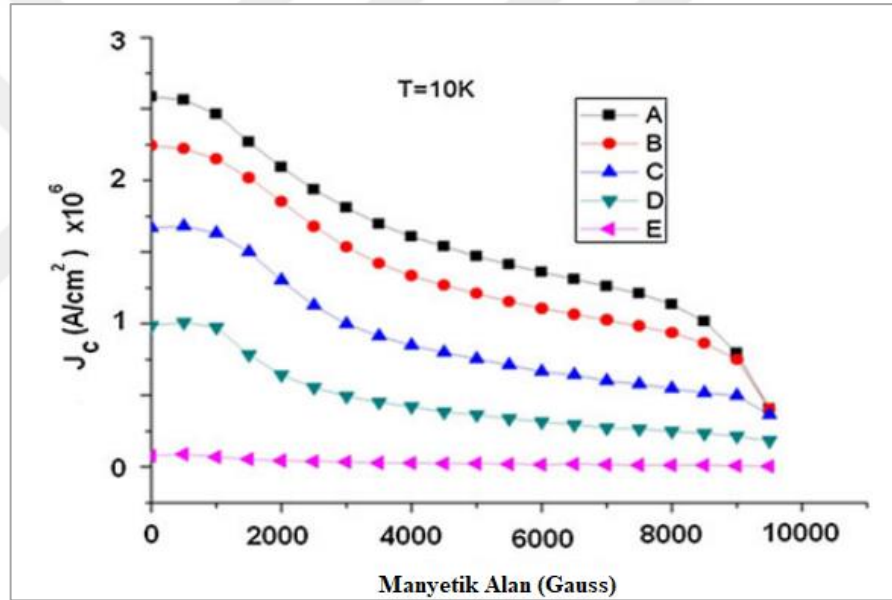
Şekil 2.5. $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35-x}\text{Nb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki *M-H* eğrileri (Asghari ve ark., 2017).

Ülgen ve Yıldırım (2019), Sr^{+2} tarafına yüksek değerlikli Ti^{+4} katkılanmış $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{2.0-x}\text{Ti}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramiğini klasik katıhal yöntemiyle hazırlayarak süperiletken özelliklerini incelemişlerdir. *XRD* analizine göre Ti^{+4} içeriği arttıkça Bi-2201 fazının kademeli olarak arttığını ve $x=0.07$ Ti^{+4} içerikli örneklerle birlikte TiO_2 'ye ait safsızlık piklerinin ortaya çıktığını gözlemlemişlerdir. Direnç-sıcaklık ölçümlerine göre artan Ti^{+4} birlikte, oda sıcaklığındaki öz direnç değerleri ($\rho_{300\text{K}}$) ve artık öz direnç (ρ_{res}) değerlerinin kademeli olarak arttığını ve süperiletken geçiş sıcaklıkları T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin de kademeli olarak düştüğünü raporlamışlardır.

Ekicibil ve ark. (2005), eritme-döküm yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3-x}\text{Gd}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12+y}$ ($x = 0.01, 0.05, 0.075, 0.10$) sisteminde Pb tarafına yapılan Gd katkılarının sistemin süperiletken özelliklerine olan etkisini elektriksel öz direnç, *XRD*, *SEM* ve manyetik ölçümler yoluyla incelemişlerdir. Elektriksel öz direnç ölçümlerinden artan Gd içeriğiyle birlikte T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin düştüğünü gözlemlemişlerdir. *XRD* analizinden ise Gd içeriğiyle birlikte Bi-2223 faz

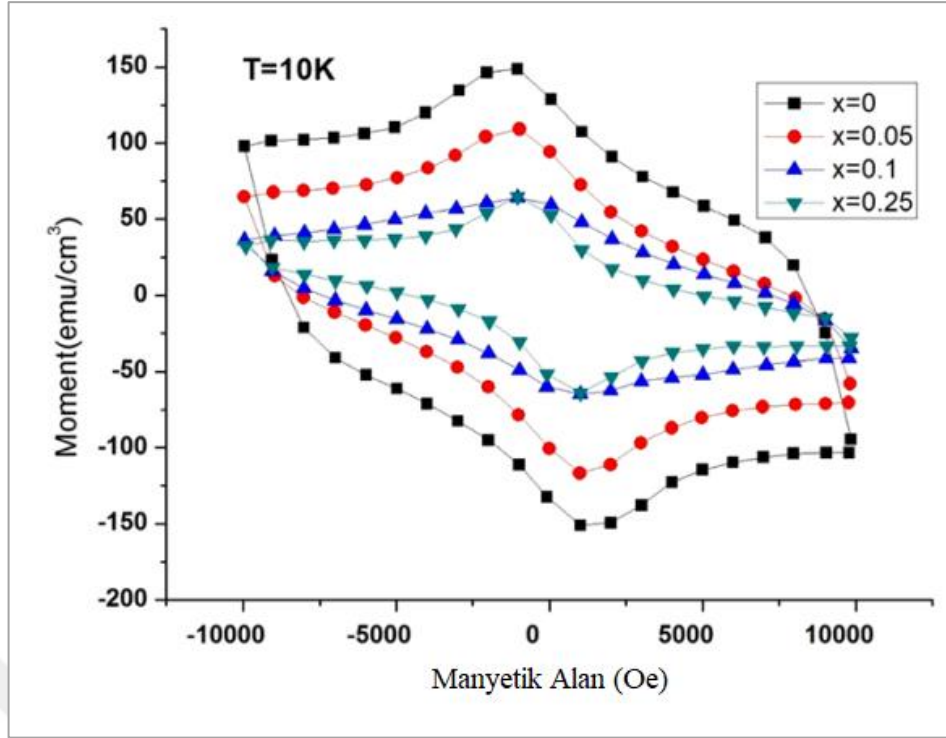
miktarının düştüğünü Bi-2212 fazının ise arttığını ifade etmişlerdir. Ayrıca örneklerin J_c değerleri de artan Gd içeriğiyle birlikte düştüğünü raporlamışlardır.

Kaya ve ark. (2013), *LFZ* yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Ce}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ sisteminde Ca tarafına $x=0.0, 0.01, 0.05, 0.10$ ve 0.25 oranlarında Ce katkılmasının sisteminin süperiletkenlik özelliklerine olan etkisini *XRD*, *SEM*, elektriksel direnç ve *DC* manyetik ölçümleri yoluyla incelemişlerdir. *XRD* analizinden tüm örneklerde Ce konsantrasyonundan bağımsız olarak Bi-2212 fazının baskın olduğunu gözlemlemişlerdir. Elektriksel direnç ölçümlerinden T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin Ce konsantrasyonu ile birlikte düştüğünü belirtmişlerdir. Aynı şekilde *M-H* eğrilerinin geniş Ce içeriğiyle birlikte azalmış ve buna bağlı olarak J_c değerleri de Ce içerikli örneklerde daha az bulunmuştur. Şekil 2.6’da Bean modeliyle hesapladıkları J_c değerlerinin manyetik alanla değişimi verilmektedir. A, B, C, D ve E örnekleri sırasıyla $x=0.0, 0.01, 0.05, 0.10$ ve 0.25 Ce katkı örneklerine karşılık gelmektedir.



Şekil 2.6. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Ce}_x\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin 10 K’deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi (Kaya ve ark., 2013).

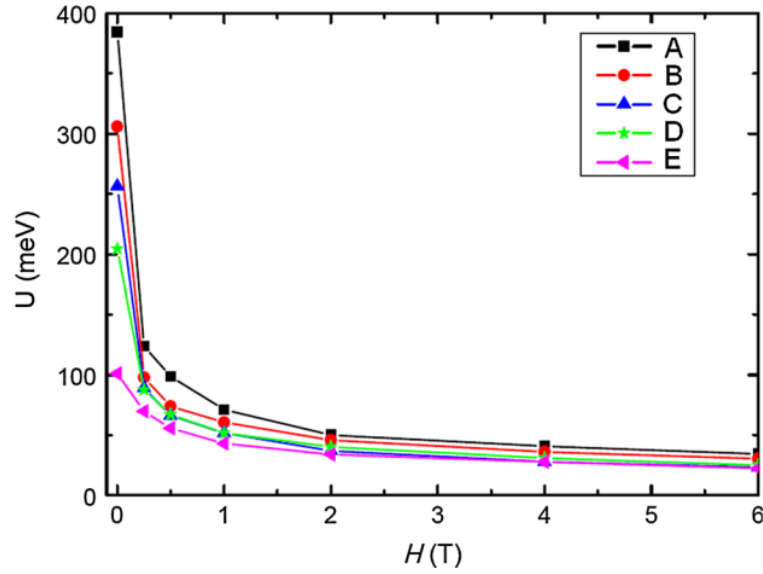
Gündoğmuş ve ark. (2013), *LFZ* yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_{2-x}\text{Yb}_x\text{O}_{8+\delta}$ sisteminde Cu tarafına $x=0.0, 0.01, 0.05, 0.10$ ve 0.25 oranlarında Yb katkılmasının sisteminin süperiletkenlik özelliklerine olan etkisini *XRD*, *SEM*, elektriksel öz direnç ve *DC* manyetik ölçümleri yoluyla incelemişlerdir. Elektriksel öz direnç ölçümlerinden T_c değerlerinin azaldığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca *M-H* eğrilerinin Yb içeriğiyle birlikte daraldığını raporlamışlardır. Şekil 2.7’ de hazırladıkları örneklerin 10 K’deki *M-H* eğrileri verilmektedir.



Şekil 2.7. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_{2-x}\text{Yb}_x\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin 10 K'deki M - H eğrileri (Gündoğmuş ve ark., 2013).

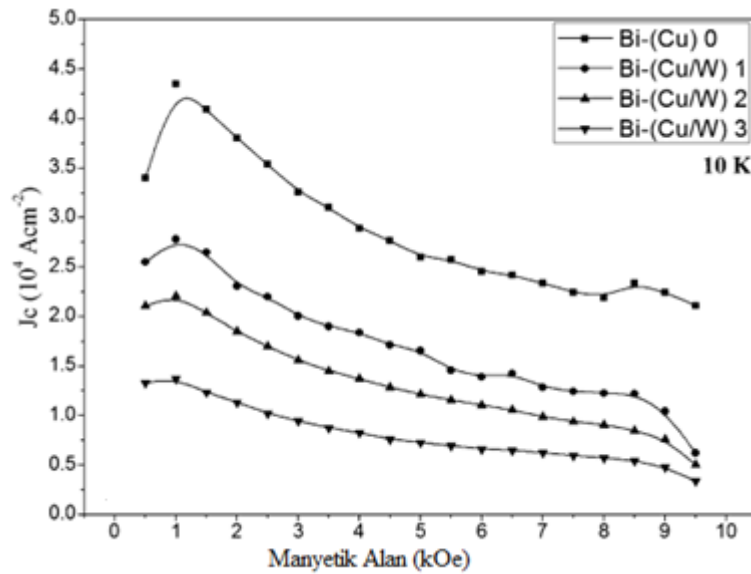
Özaslan ve ark. (2014), *LFZ* yöntemiyle ürettikleri $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_{2-x}\text{Co}_x\text{O}_y$ sisteminde Cu tarafına $x=0.0, 0.01, 0.05, 0.10$ ve 0.25 oranlarında Co katkılması yaparak bazı süperiletkenlik özelliklerini *XRD*, *SEM*, ρ - T ve M - H ölçümleri yoluyla incelemişlerdir. *XRD* analizinden tüm örneklerin Bi-2212 fazından oluştuğu görülmüştür. ρ - T ölçümlerinden T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin Co konsantrasyonu ile birlikte dramatik olarak düştüğünü gözlemleyen grup M - H eğrilerinin genişliğinin de Co ile daraldığını ifade etmişlerdir.

Özçelik ve ark. (2014), Ta ve Nb gibi yüksek değerlikli elementleri (Bi,Pb)-2223 sistemine ekleyerek sistemin süperiletkenlik özelliklerini incelemişlerdir. $(\text{BiPb})_2\text{Ta}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Nb}_y\text{O}_{12+\delta}$ ($x=0.1$ ve $y=0.0, 0.025, 0.05, 0.075$ ve 0.1) süperiletkenlerini klasik katıhal yöntemini kullanarak üreten grup, manyeto-direnç ölçümleri yaparak sistemin tersinmezlik alanı (H_{irr}) ve çivileme aktivasyon enerjilerini (U) belirlemişlerdir. Sistemin H_{irr} , Nb içeriğiyle birlikte düşük sıcaklıklara doğru kaydığını ve U değerlerininse azaldığını raporlamışlardır. Şekil 2.8 örneklerin U değerlerinin manyetik alanla değişimi verilmektedir. Şekilde A, B, C, D ve E örnekleri sırasıyla $x=0.1$ ve $y=0.0, 0.025, 0.05, 0.075$ ve 0.1 değerlerine karşılık gelmektedir.



Şekil 2.8. $(\text{BiPb})_2\text{Ta}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Nb}_y\text{O}_{12+\delta}$ U değerlerinin manyetik alanla değişimi (Özçelik ve ark., 2014)

Türk ve ark. (2014), W katkılı $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{W}_x\text{O}_{8+\delta}$ ($x = 0.0, 0.05, 0.10$ ve 0.15) süperiletkenlerini klasik katıhal yöntemiyle hazırlamış ve W'nin süperiletkenlik özelliklerine etkisini XRD, SEM, öz direnç-sıcaklık ve $M-H$ ölçümleri yoluyla incelemişlerdir. XRD analizinden örneklerin örgü parametrelerinin ve öz direnç-sıcaklık ölçümlerinden de T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerlerinin W içeriğiyle birlikte ifade etmişlerdir. Ayrıca, $M-H$ eğrilerinin de W ile daraldığını ve buna bağlı olarak J_c değerlerinin de düştüğünü belirlemişlerdir. Şekil 2.9' da $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{W}_x\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin J_c değerlerinin manyetik alanla değişimi verilmektedir. Şekilde Bi-(Cu)0, Bi-(Cu/W)1, Bi-(Cu/W)2 ve Bi-(Cu/W)3 örnekleri sırasıyla $x = 0.0, 0.05, 0.10$ ve 0.15 değerlerine karşılık gelmektedir.



Şekil 2.9. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{W}_x\text{O}_{8+\delta}$ örneklerinin J_c değerlerinin manyetik alanla değişimi (Türk ve ark., 2014).



3. MATERYAL VE METOT

3.1. Giriş

Süperiletken sistemlerin üretim aşamasında farklı metotlar kullanılmaktadır. Bu üretim metotları arasındaki farklılıklar, numunelerin manyetik ve fiziksel özelliklerini etkilemektedir. Bütün bu üretim metotlarında önemli olan nokta ise stokiometriye uygun bir biçimde numunelerin hazırlanmasıdır. Üretim metotları arasında yer alan bazı üretim metotları ise klasik katı hâl tepkime yöntemi, eritme döküm yöntemi, cam-seramik yöntemi, çözelti sol-jel yöntemi ve polimer yöntemidir. Bu bölümde bazı üretim metotları hakkında bilgilerden kısaca bahsedilecek, bu tez kapsamında üretilen örneklerin hazırlanma basamakları anlatılacak ve ölçümler için kullanılan yöntemler paylaşılacaktır.

3.2. Klasik katı hâl tepkime yöntemi

Klasik katı hal tepkime yöntemi, az maliyetli ve nispeten kolay olması sebebiyle en yaygın kullanılan yöntemler arasında yer almaktadır. Bu yöntem numunelerin kristalleşmesi için uzun sinterleme süreci içermesine rağmen temel olarak öğütme ve sinterleme işlemlerine dayalıdır. Oksitler, karbonatlar ve nitratlar bu yöntemde başlangıç malzemeleri olarak kullanılır. Örneğin BSCCO sistemi için kullanılan başlangıç malzemeleri, Bi_2O_3 , SrO , CaO ve CuO 'dur. Burada SrO ya da CaO yerine daha ucuz olması dolayısıyla Sr ve Ca 'nın karbonatlı bileşikler olan SrCO_3 ve CaCO_3 daha sıklıkla kullanılmaktadır. İstenilen özellikte malzeme üretebilmek için başlangıçta kullanılan malzemelerin saflığı önem arz etmektedir. İlk olarak bir elektronik terazi yardımıyla başlangıç malzemeleri molar oranlarıyla orantılı olacak şekilde tartılır. Sonrasında homojen bir karışım elde etmek ve parçacık boyutunu küçültmek için tartılan tozlar bir agat havana konularak öğütülür. Öğütme işleminde daha pratik olması açısından bilyalı değirmen de (ball milling) kullanılabilir. Öğütme işleminden sonra homojen ve küçük parçacıklar haline getirilen tozlar bir alumina kroze içerisine konularak yüksek sıcaklık fırınlarına kalsinasyon işlemi için yerleştirilir. Kalsinasyon işleminin amacı, numune içerisine öğütme ve karıştırma aşamasında girebilme ihtimali bulunan yabancı maddeleri ve başlangıç malzemesi olarak karbonatlar kullanılmışsa karbonatları sıcaklık yoluyla uzaklaştırmak ve sonraki ısı işlem için çekirdeklenme oluşmasını sağlamaktır. İlk kalsinasyon işlemi yapıldıktan sonra fırın içerisinden çıkarılan tozlar tekrar havanda öğütülüp 2. kez kalsine işlemine tabi tutulabilir. Kalsinasyon işlemi 750 ile 800°C arasında bir sıcaklığa ulaşabilir ve bu sıcaklık aralığı malzemenin yapısına göre değişiklik göstermektedir. Kalsinasyon işleminden sonra 2. adım olan sinterleme işlemidir fakat numunenin sinterleme aşamasına geçebilmesi için parçacıklar arasındaki mesafeyi azaltmak ve bu sayede atomlar arasındaki difüzyonu kolaylaştırmak için toz parçacıkları 3000 ile 5000 kg/cm^2 arasında basınç uygulayıp uygun kalıplarda pelet haline getirilmelidir. Sinterleme işleminde malzemenin erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklığa kadar belirli bir hızla yükseltilir ve bu sıcaklıkta

bekletilir. Buradaki beklemedeki amaç ise süperiletken fazların büyütülmesini sağlamak, atomların aralarında oluşturduğu bağları daha güçlü hale getirmek, malzemede oluşan bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmaktır. Daha sonrasında malzemeler oda sıcaklığına doğru yavaşça soğutularak fırından çıkartılır. Eğer bu soğutma işlemi kontrollü bir şekilde yapılmazsa malzemede deformasyon ve dislokasyonlar oluşabilir.

3.3. Eritme-Döküm Yöntemi

İlk olarak başlangıç tozları diğer yöntemlerde olduğu gibi elektronik terazi yardımıyla molar oranlarda tartılır. Daha sonrasında tartılan tozlar bir agat havan içerisinde konularak öğütülür. Öğütülen tozlar bir alümina kroze içerisinde konular ve kalsinasyon işlemi için fırına yerleştirilir. Kalsinasyon işlemi BSCCO sistemi için 2 kez yapılır. İlk olarak 700°C’de 12 saat bekletilen tozlar fırından çıkarılarak agat havana konur ve 30 dakikalık bir öğütme işlemine tabii tutulur. Sonrasında tozlar 2. kalsinasyon işlemi için tekrar fırına konularak 800°C’de 12 saat bekletilerek fırından çıkarılır. Kalsinasyon sonucu elde edilen tozlar bir platin içerisinde konularak ayarlanabilen bir yüksek sıcaklık fırınına yerleştirilir. Oda sıcaklığından itibaren belirli bir artış oranında malzemenin eriyebileceği yüksek bir sıcaklığa çıkılır (BSCCO için 1100-1200°C sıcaklığa çıkılabilir) ve belirli bir süre bekletilir. Bu sıcaklıkta eriyik haline gelen toz karışımları, başka bir fırında ısıtılmış olan bakır kalıplara dökülür. Burada dikkat edilmesi gereken husus döküm yapılan bakır kalıbın sıcaklığı ile eriyik halde bulunan örneğin sıcaklığının birbirine yakın değerde olmasıdır. Çünkü kalıp ile eriyik tozlar arasında aşırı bir sıcaklık farkı olduğunda kalıp çatlayabilir. Bu yöntemde kullanılan bakır kalıbın geometrik şekline göre örnekler elde edilir. Döküm işlemi sonucu elde edilen örnekler son kez bir ısıtma işlemi uygulanır. Tavlama olarak isimlendirilen bu aşamada örnekler erime noktasının altındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılıp belli bir süre bekletilerek süperiletken fazların elde edilmesi sağlanır.

3.4. Cam-Seramik Yöntemi

Bu yöntemin ilk aşamaları olan tartma öğütme ve kalsinasyon klasik katı-hal yöntemiyle aynıdır. Kalsinasyon işlemi sonucu elde edilen tozlar erime noktası çok yüksek olan bir pota içerisinde konular ve bu pota fırına yerleştirilir. Sonrasında oda sıcaklığından belirli bir artış oranıyla sıcaklık tozların eriyebileceği bir sıcaklığa çıkartılır ve bir süre bekletilir (BSCCO için 1100-1200°C sıcaklığa çıkılabilir). Bu süre sonunda eriyik haline gelen toz karışım hızlı bir şekilde soğuk bir plakaya dökülür ve ikinci bir plakayla hızlıca üzerine bastırılır. Böylece eriyik malzeme çok ince tabakalar şekline gelerek cam özelliği kazanmış olur. Bu cam özelliği kazanmış malzemeler öğütülerek toz getirilir ve bu tozlar preslenerek pelet haline getirilir. Sonrasında, peletler yüksek sıcaklık fırınlarına konularak süperiletken fazların oluşması için katıhal yönteminde uygulanan tarzda bir sinterleme işlemi gerçekleştirilir.

3.5. Çözelti-Jel Yöntemi

Bu yöntem katıhal yöntemi kadar çok yaygın kullanılsa da ince taneli homojen yapı elde etme ve kısa ısı işlem gibi avantajlarından dolayı tercih edilmektedir. Bu yöntemde bir beher içerisine başlangıç tozları, amonyum nitrat ve su eklenerek bir manyetik karıştırıcı yardımıyla bir mürekkep mavisi sıvı karışım elde edilene kadar karıştırılır. Sonrasında karışıma sitrik asit ve etilen glikol eklenir. Sonrasında beherdeki karışım bir potaya konulup 180-200°C arası bir sıcaklığa çıkartılır. Kısa bir süre sonra CO₂, NO₂ ve N₂O gibi zehirli gazlar salınır. Isıtma işlemi sonucu su, nitrat ve amonyum uzaklaştırıldıktan sonra jel olarak isimlendirilen siyah renkli bir çökelti oluşur. Oluşan bu çökelti öğütülür ve toz haline getirilir. Toz haline gelmiş karışım bir kroze içerisine yerleştirilerek katıhal yöntemine benzer bir kalsinasyon işlemine tutulur. Kalsine işleminden sonra elde edilen tozlardan presleme yoluyla peletler elde edilir. Sonrasında bu peletlere sinterleme işlemi uygulanarak süperiletken fazların büyütülmesi sağlanır.

3.6. Polimer Yöntemi

Bu yöntemde, bir beher içerisine başlangıç malzemelerin sulu asetatları, asetik asit ve damıtılmış su eklendikten sonra bir manyetik karıştırıcı yardımıyla mürekkep mavisi bir sıvı karışım elde edilene kadar karıştırılır. Sonrasında karışım içerisine uygun miktarda polietilen (PEI) eklenir ve karışımın rengi koyu mavi olana dek karıştırılır. Daha sonra bu mavi karışım dönen bir buharlaştırıcı sistemde ısıtılarak asetik asit ve suyun buharlaşması sağlanır. Bir miktar hacim kaybetmesinin ardından kalan karışım 180-200°C sıcaklıktaki plakalara konularak kuruması sağlanır. Kuruyan karışım klasik katıhal yöntemindekine benzer bir kalsinasyon işleminden geçirilir. Sonrasında elde edilen karışım preslenerek pelet haline getirilir ve bu peletlere süperiletken fazların elde edilesi için sinterleme işlemi uygulanır.

3.7. Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ örneklerinin hazırlanması

Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ (x= 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15 ve 0.20) örneklerinin hazırlanmasında kolay olması, tekrarlanabilir olması ve nispeten ucuz olması dolayısıyla klasik katıhal tepkime yöntemi kullanılmıştır. İlk olarak % 99 saflıktaki Bi₂O₃, PbO, SrCO₃, CaCO₃, Na₂CO₃, Nb₂O₅ ve CuO başlangıç malzemeleri elektronik terazi yardımıyla stokiometrik oranlarda tartılmıştır. Sonrasında bu başlangıç malzemeleri Şekil 3.1’de bir örneği verilen agat havana konulmuş ve bir tokmak yardımıyla yarım saat boyunca öğütülmüştür. İyice öğütülen tozlar alümine kroze (Şekil 3.2) içerisine konulduktan sonra yüksek sıcaklık kare fırınına (Şekil 3.3) yerleştirilmiştir. İlk olarak 750°C’de 12 saat süreyle 1.kalsinasyon işlemi uygulanmıştır. Fırından çıkarılan tozlar agat havana konarak yarım saat boyunca öğütülmüştür. Öğütme işleminden sonra alumina krozelere konan tozlar 2. kalsinasyon işlemi için 800°C’de 12 saat boyunca fırında bekletildikten sonra fırından çıkarılmıştır. Kalsinasyon işlemi sonucu elde edilen tozlar kalıp setine (Şekil 3.4) konduktan sonra kalıp seti pelet pres sistemine (Şekil 3.5) yerleştirilmiş ve 5000

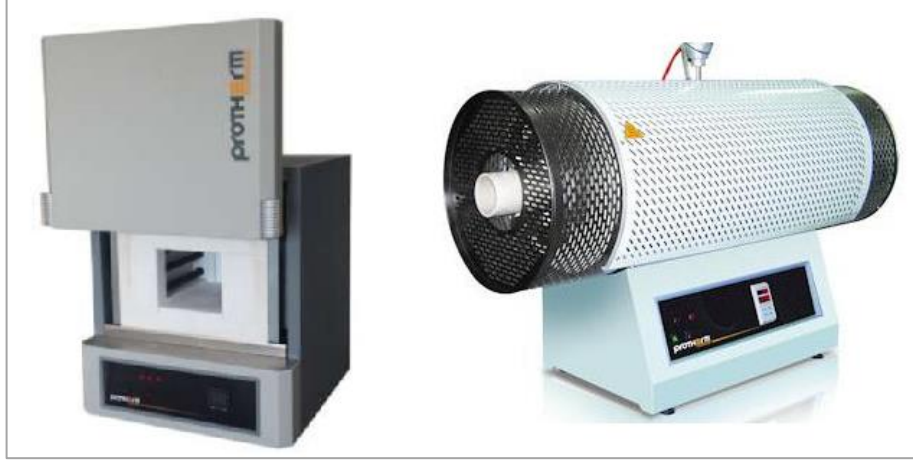
kg/cm²'lik basınç uygulanarak 1.3 cm çapında peletler haline getirilmiştir. Peletler haline getirilen örnekler alümina kroze içerisine konulmuş ve sinterleme işlemi için silindir fırına (Şekil 3.3) yerleştirilmiştir. Sinterleme işleminde peletler 860°C'de 60 saat bekletildikten sonra sıcaklık dakikada 1°C soğutularak 795°C'ye düşürülmüş ve bu sıcaklıkta da 12 saat beklenmiştir. Sonrasında peletler hızlıca fırından çıkarılarak sinterleme işlemi tamamlanmış ve örnekler ölçüm için hazır duruma gelmiştir.



Şekil 3.1. Agat havan ve tokmak (<https://www.nukleonlab.com.tr>).



Şekil 3.2. Alumina Krozeler (<https://turkish.alibaba.com>).



Şekil 3.3. Kare ve silindirik fırın (<https://www.alserteknik.com/>).



Şekil 3.4. Pelet yapımı için kalıp seti (<https://www.indiamart.com/proddetail/kbr-pellet-making-die-set-4359230955.html>).



Şekil 3.5. Pelet pres sistemi (<https://ru.vwr.com/store/product/8622474/pellet-press-pp-25#gallery>).

3.8. Deneysel Ölçümler

3.8.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA) Ölçümleri

Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ölçümleri ısıtma sırasında referans malzeme ve hazırlanan örnek arasındaki sıcaklık farkı ölçümüne dayanır. Ölçüm sırasında referans malzeme ile örnek aynı şartlarda ısıtılmaktadır. Ölçüm aralıklarında örnekte herhangi bir reaksiyon ya da faz değişimi oldukça örnek ile referans malzeme arasında bir sıcaklık farkı olacaktır. Endotermik faz değişiminde örneğin sıcaklığı referans malzemenin sıcaklığından küçük olur ve grafiklerde aşağı doğru çukur meydana gelir. Ekzotermik olaylarda ise örneğin sıcaklığı referans malzemenin sıcaklığından büyük olur ve grafiklerde tepe noktaları oluşur. Şekil 3.6'da Çukurova Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda (ÇÜMERLAB) bulunan DTA cihazının bir görseli verilmektedir.



Şekil 3.6. DTA cihazı (<https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/tga-dta>).

3.8.2. X-ışını kırınım diffraktometresi (XRD) Ölçümleri

X ışını kırınım diffraktometresi (XRD) analizleriyle birlikte hazırlanan örneğin kristal yapısı hakkında bazı bilgilere ulaşırız. XRD cihazı temel olarak bir X-ışını tüpü, dedektör ve örnek tutucudan oluşur. İlk olarak X-ışını tüpünde bulunan filament ısıtılarak elektronların yayılması sağlanır. Sonrasında bu yayılan elektronlar yüksek voltaj altında hızlandırılarak bakır, demir, krom ya da molibdenden oluşan bir hedefe çarptırılır. Yeterince enerjik olan bu elektronlar hedef malzemenin elektronlarını uyarak elektronların üst yörüngelere geçmelerini sağlarlar. Bu elektronlar tekrar eski yörüngelerine döndüklerinde karakteristik X-ışınları yayılır. Bu ışınlar çeşitli filtremeler kullanılarak birbirine paralel monokromatik hale getirilerek örnek tutucuda bulunan örneğe gönderilir. Örnek ve detektör dönmeye başladığında yansıyan X-ışınları kaydedilir. Eğer örneğe çarpan X-ışını Denklem 3.1'de verilen Bragg yasasını sağladığında yapıcı girişim meydana gelir ve ilgili açılarda pikler kaydedilir.

$$2d\sin\theta=n\lambda \quad (3.1)$$

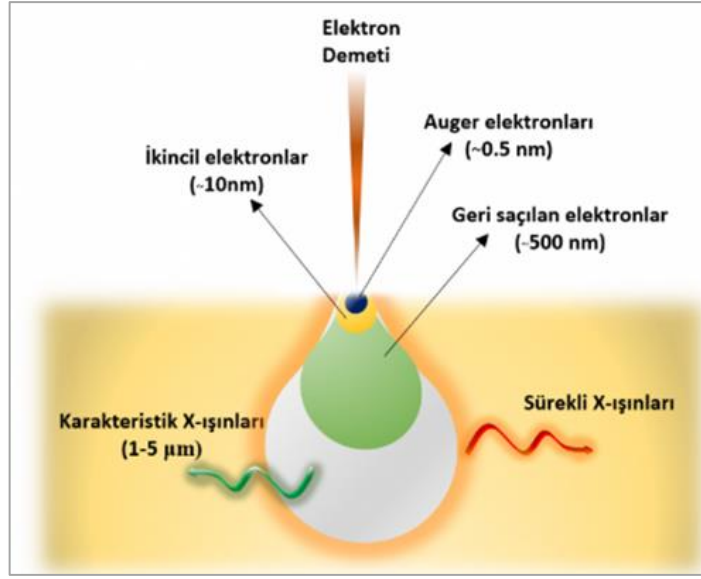
Burada θ =gelen ışının açısı, λ = X-ışını dalga boyu ve d 'de örneğin atomlarındaki düzlemler arası mesafe olarak verilir. Burada λ hedef malzemenin cinsine göre bilinen bir değerdir örneğin CuK_α için $\lambda=15418\text{\AA}$ 'dur. θ ise deney sırasında ölçülür ve Bragg yasası kullanılarak d mesafesi hesaplanır. Böylece XRD analizi sonucu, örneğin kristal yapısı, uzay grubu, örgü sabitleri, faz içerikleri gibi çeşitli bilgilere ulaşılır. XRD analizi için ÇÜMERLAB bünyesinde bulunan ve Şekil 3.7'de görseli verilen Panalytical Empyrean Difraktometresi kullanılmıştır.



Şekil 3.7. XRD sistemi (<https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/xrd>)

3.8.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu ya da kısaca SEM sisteminde elektron tabancısında üretilen elektron demeti yüksek voltaj altında hızlandırılarak hazırlanan örneğe çarptırılınca çeşitli fiziksel olaylar ortaya çıkar. Elektron-örnek etkileşimi sonucu Şekil 3.8'de verildiği gibi Auger elektronları, ikincil elektronlar, geri saçılan elektronlar, karakteristik X-ışınları ve sürekli X ışınları oluşur. Görüntülemede ikincil elektronlar ve geri saçılan elektronlar kullanılır. İkincil elektronlar 10 nm derinliklerinde gelen elektron demetinin örnekten kopardığı elektronlardır. Bu elektronlar yardımıyla örneğin yüzey yapısıyla ilgili topoğrafik görüntüler elde edilebilir. Daha yüksek enerjili geri saçılan elektronlar ise örneğin daha derin bölgelerinden (500 nm) saçılan elektronlardır. Bu elektronlar örneğin kompozisyonu hakkında bilgi sunarken ikincil elektronlara göre daha düşük çözünürlükte görüntüler sağlar.



Şekil 3.8. SEM’de elektron demeti-örnek etkileşimi sonucu ortaya çıkan çeşitli sinyaller (<http://nukbilimler.ankara.edu.tr/elektron-mikroskobu/>).

SEM analizi sonucu örneğin yüzey yapısı, örnek kompozisyonu, tane büyüklükleri ve yönelimleri, örnek yapısında oluşabilen boşluk ve çatlaklar hakkında bilgilere ulaşılır. SEM analizi için ÇÜMERLAB bünyesinde bulunan ve Şekil 3.9’da görseli verilen FEI-Quanta FEG 650 SEM sistemi kullanılmıştır.

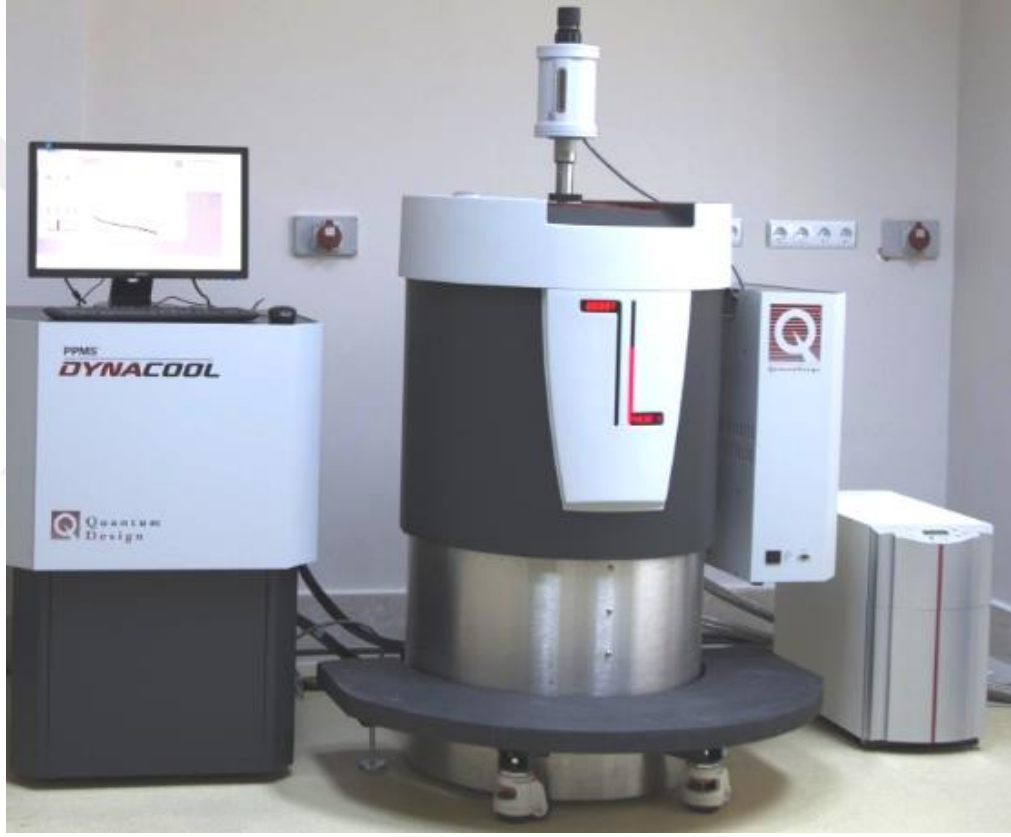


Şekil 3.9. SEM sistemi (<https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/sem>).

3.8.4. Manyetizasyon-Sıcaklık ($M-T$) ve Manyetizasyon-Manyetik Alan ($M-H$) Ölçümleri

Hazırlanmış olan örneklerin süperiletken özelliklerini belirlemek için manyetizasyon-sıcaklık ($M-T$) ve manyetizasyon-manyetik alan ($M-H$) ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler ÇÜMERLAB bünyesinde bulunan ve Şekil 3.10’da görseli verilen Quantum Design DynaCool-9

marka Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi'nin (PPMS) Titreşen Örnek Magnetometresi (VSM) opsiyonu ile yapılmıştır. Her iki ölçüm için örneklerin ağırlıkları belirlenerek manyetizasyon emu/g cinsinden elde edilmiştir. $M-T$ ölçümleri 130 K ile 10 K sıcaklıkları arasında ve 100 Oe manyetik alan altında alan soğutmalı (FC) modunda gerçekleştirilmiştir. $M-H$ ölçümleri 10, 20 ve 30 K olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta yapılmıştır. $M-H$ ölçümleri, ilk olarak manyetik alan 0'dan $2T$ 'ye 50Oe/sn hızla çıkartılmış daha sonra sıfıra düşürülerek zıt yönde $-2T$ 'ye çıkması sağlanmış ve ilk yönüne doğru sıfırdan geçip $2T$ 'ye yükseltilecek şekilde histeresis döngüsü tamamlanacak şekilde gerçekleştirilmiştir. $M-H$ eğrileri kullanılarak örneklerin kritik akım yoğunlukları (J_c) değerleri Bean formülü kullanılarak hesaplanmıştır.



Şekil 3. 10. $M-T$ ve $M-H$ ölçümleri için kullanılan PPMS (<https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/ppms-fiziksel-ozellikler-olcum-sistemi>).

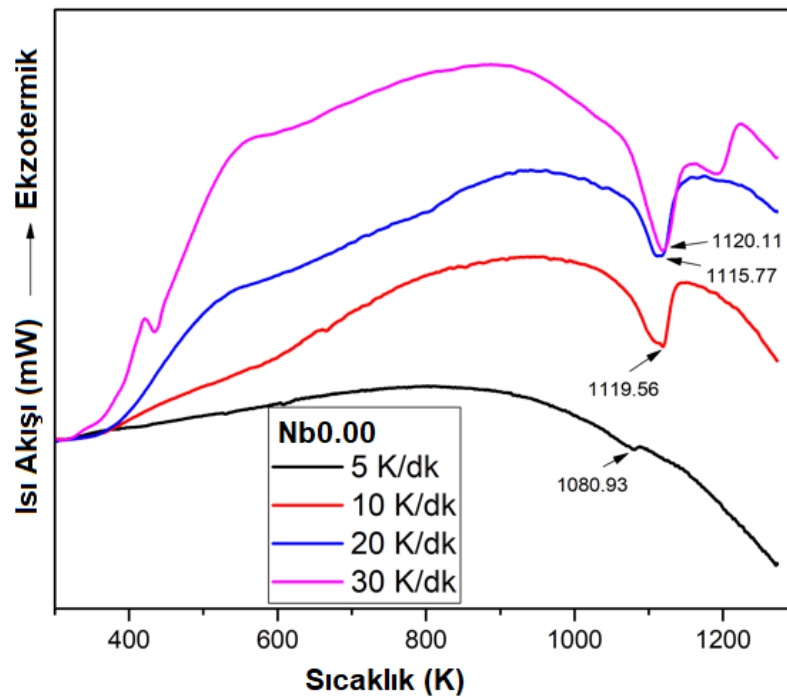


4. BULGULAR VE TARTIŞMA

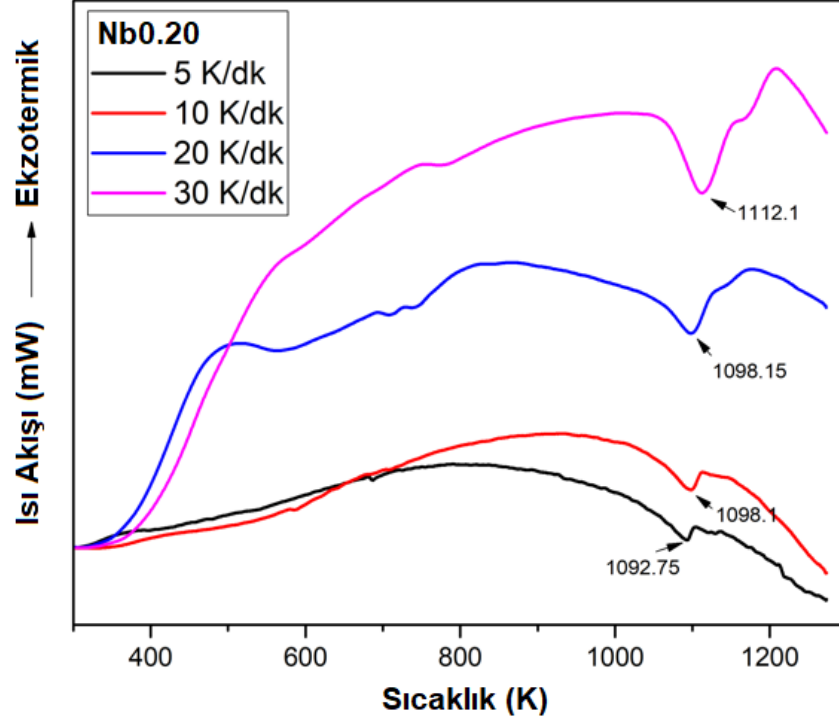
Bu bölümde, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_2\text{O}_8$ seramik süperiletkeninde bakır (Cu) tarafına yüksek değerlikli Nb gibi katkısının süperiletkenlik özelliklerine etkileri incelenmektedir. Bu doğrultuda, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ ($x = 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ ve 0.20) süperiletken malzemeleri klasik katıhal yöntemiyle hazırlanmış ve yapısal, morfolojik, termal, elektriksel ve manyetik özellikleri *DTA*, *XRD*, *SEM*, *M-T* ve *M-H* ölçümleri sonucu incelenmiştir. Bu ölçümler sonucunda hazırlanan malzemelerin, termal özellikleri, yapısal özellikleri, fiziksel özellikleri, kritik geçiş sıcaklıkları ve kritik akım yoğunluğu (J_c) gibi çeşitli özellikleri ortaya çıkarılmıştır. Metin boyunca, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örnekleri $x = 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ ve 0.20 sırasıyla Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 olarak isimlendirilmiştir.

4.1. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin DTA sonuçları

$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinde ekzotermik ve endotermik aktivitelerin izlenmesi, Bi-2201 ve Bi-2212 fazlarının kristalleşme sıcaklıklarının belirlenmesi ve buna göre sinterleme işlemini optimum sıcaklıklarda gerçekleştirmek için *DTA* analizleri yapılmıştır. Şekil 4.1-2’de Nb içermeyen Nb0.00 ve en yüksek Nb0.20 içerikli örneğin 5, 10, 20 ve 30 K/dk ısıtma hızlarında elde edilen DTA grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.1. Nb0.00 örneğinin DTA grafiği



Şekil 4.2. Nb0.20 örneğinin DTA grafiği

Şekil 4.1’de görüldüğü gibi Nb0.00 örneğinde ısıtma hızıyla bir miktar artan ve 1080.93 K ile 1120.17 K arasında değişen Bi-2212 fazının kristalleşme sıcaklığına denk gelen endotermik pikler gözlenmiştir. Aynı şekilde Şekil 4.2’de görüldüğü gibi Nb0.20 örneğinin Bi-2212 fazının kristalleşme sıcaklığı ısıtma hızına bağlı olarak 1092.75 K ile 1112.1 K arasında değişmektedir. Grafiklerdeki 30 K/dk ısıtma hızı dikkate alındığında 0.20 Nb içeriği Bi-2212 sisteminin kristalleşme sıcaklığını yaklaşık 8 K düşürmüştür. Daha önceki literatür sonuçları ve Çukurova Üniversitesi Fizik Bölümü’ndeki çalışmalar dikkate alınarak tüm örneklerin sinterleme sıcaklığı DTA analizlerinde gözlenen kristalleşme sıcaklığının biraz üzerine çıkılarak 1133 K (860°C) sıcaklığında yapılmıştır.

4.2. Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ örneklerinin XRD sonuçları

Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ örneklerine ait XRD ölçümleri oda sıcaklığında yapılmış olup ölçüm sonuçları 2θ=10° ile 2θ=70° aralıkları için Şekil 4.3’ de verilmiştir. Grafikten ilk göze çarpan durum, tüm örneklerin XRD desenlerinin birbirine oldukça benzer olduğudur. Tüm örneklerde, sırasıyla 1, 2 ve 3 ile gösterilen Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 fazına ait kırınım desenleri gözlenmiştir. Burada, Bi-2212 fazı tüm desenlerin çoğunluğunu oluşturmuş ve az miktarda Bi-2201 ve Bi-2223 fazları da gözlenmiştir. Bu durum katıhal yöntemiyle hazırlanan Bi-2212 sisteminde sıklıkla görülür (Güner ve ark., 2019). Ayrıca, tüm Nb katkılı örneklerde, Nb elementini içeren herhangi bir safsızlık pikine rastlanmamıştır. Buradan Nb elementinin Bi-2212 kristal yapısına girdiği söylenebilir (Vinu ve ark., 2008). XRD ölçümlerinde gözlenen pikler,

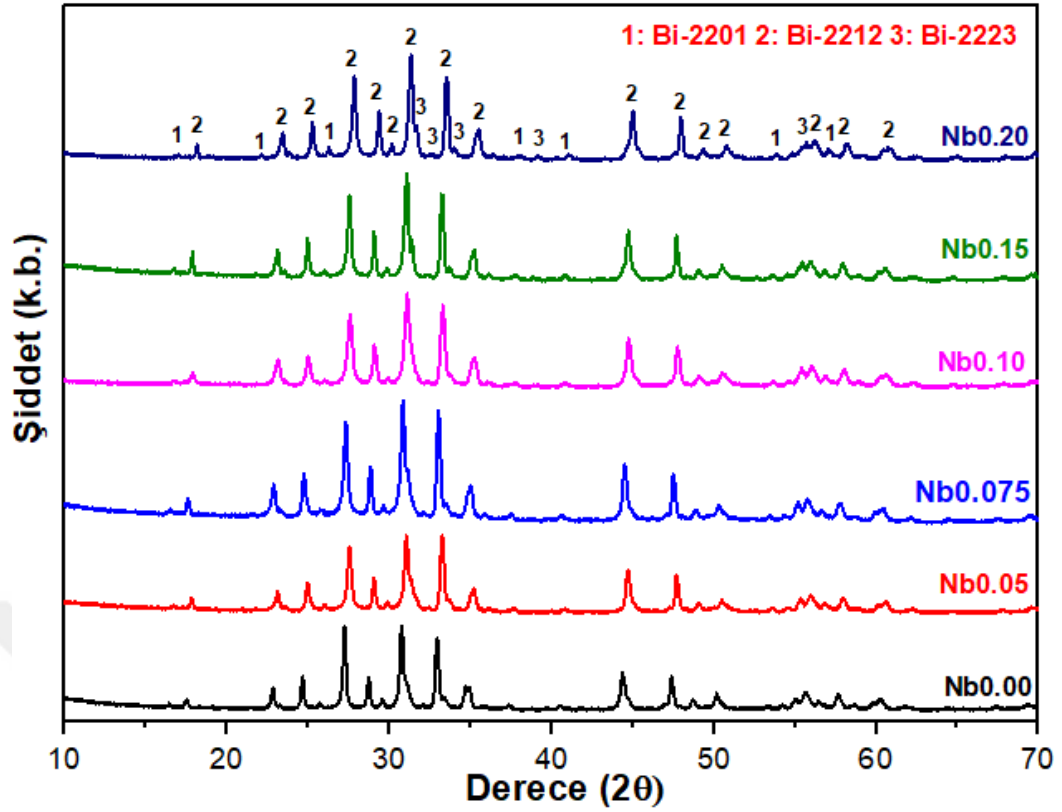
tetragonal yapıdaki $P_{4/mmm}$ uzay grubuna dâhil edilmiş ve örneklerin örgü parametreleri a , b ve c aşağıda verilen denklemle hesaplanmıştır (Kittel,1996).

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

Burada, h , k ve l Miller indisleri ve d düzlemler arası mesafedir. Denklem (4.1) yardımıyla elde edilen örgü parametreleri Tablo 4.1'de tüm örnekler için verilmiştir. Tablodaki verilere göre, örneklerin örgü parametreleri Nb katkısıyla birlikte bir miktar düşmüştür. Bu durum Nb⁺⁵'in iyonik yarıçapının (0.64 Å), Cu⁺²'nin iyonik yarıçapından (0.73 Å) küçük olmasıyla açıklanabilir. Öte yandan, hesaplanan örgü parametreleri Bi-2212 fazıyla uyumludur. Ayrıca örneklerin kristal boyutları (D), Denklem 4.2 ile verilen Debye-Scherrer formülü kullanılarak hesaplanabilir.

$$D = \frac{0.941 \lambda}{\beta \cos \theta_\beta} \quad (4.2)$$

Burada, λ kullanılan X-ışınının dalga boyu, β seçilen pik'in yarı genişliği ve θ_β 'de yansıma açısıdır. Hesaplama, $\theta=27.26^\circ$, $\theta=30.77^\circ$ ve $\theta=32.91^\circ$ açılarında gözlenen en şiddetli 3 pik seçilmiştir. Daha sonra bu piklere karşılık gelen D değerlerinin ortalaması alınarak örneklerin ortalama kristal boyutları hesaplanmış ve Çizelge 4.1'e yerleştirilmiştir. Çizelgeye göre hesaplanan kristal boyutları Nb içeriğiyle birlikte bir miktar düşmüş olup 31.25 nm ile 22.74 nm arasında değişmektedir.



Şekil 4.3. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin XRD sonuçları

Çizelge 4.1. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin hesaplanan örgü parametreleri ve ortalama kristal boyutları

Örnekler	$a \approx b$ (Å)	c (Å)	D (nm)
Nb0.00	5.4364	31.1388	31.25
Nb0.05	5.4215	31.0210	25.71
Nb0.075	5.3870	30.7240	24.65
Nb0.10	5.3818	30.7167	23.52
Nb0.15	5.3879	30.6838	22.96
Nb0.20	5.3810	30.3366	22.74

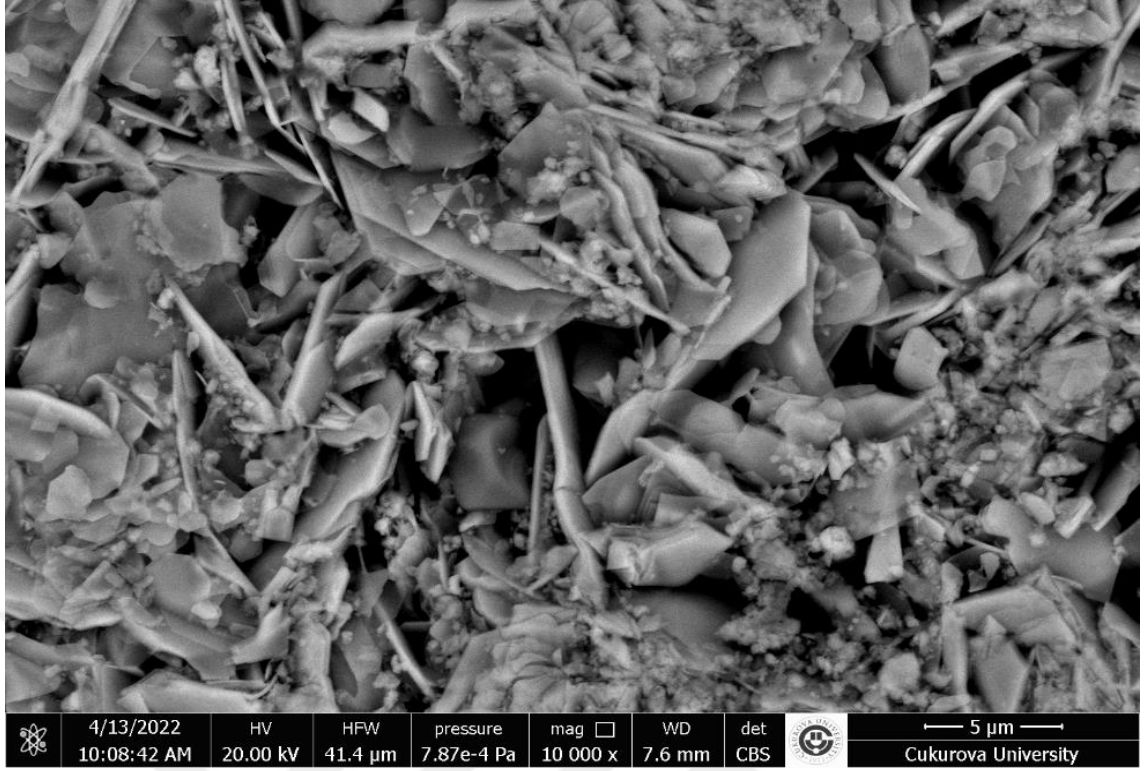
4.3. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin SEM sonuçları

Klasik katı hâl tepkime yöntemi kullanılarak üretilen $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin SEM fotoğrafları Şekil 4.4-9'da Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 örnekleri için sırasıyla verilmiştir. SEM fotoğrafları 20 kV yüksek voltaj altında ikincil elektron modunda (SE) ve 10000x büyütmede elde edilmiştir. SEM ölçümleriyle birlikte örneklerde tane dizilimlerinin şekli, gözeneklilik (porosity), mikro ölçekteki boşluklar (voids) ve tanecikler arası bağlantı özellikleri gibi birçok fiziksel özellikler belirlenmiştir. Fotoğraflara bakıldığında tüm örneklerin rastgele yönelmiş tanelerden oluştuğu görülmektedir. Bu taneler yer yer grain olarak, plaka benzeri (platelet-like) yapıda, yer yer iğnemsî yapıda olduğu görülmektedir. Nb katkılanmasıyla birlikte iğnemsî yapıda artış gözlenmiştir (özellikle Nb0.10). Ayrıca tüm örnekler

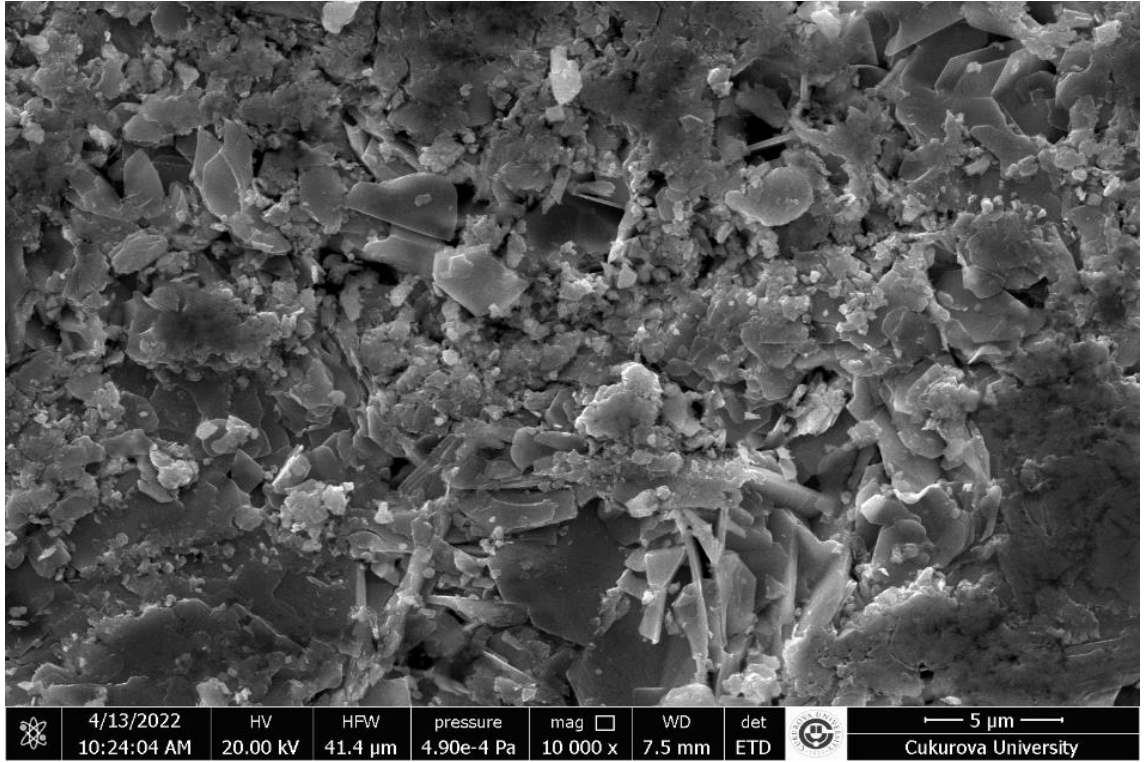
taneler arasında yer yer boşluklar da göze çarpmaktadır. Örneklerde görülen bu morfolojik yapı klasik katıhal tepkime yöntemiyle üretilen Bi-2212 fazının karakteristik bir özelliğidir (Cabassi ve ark.,2020).



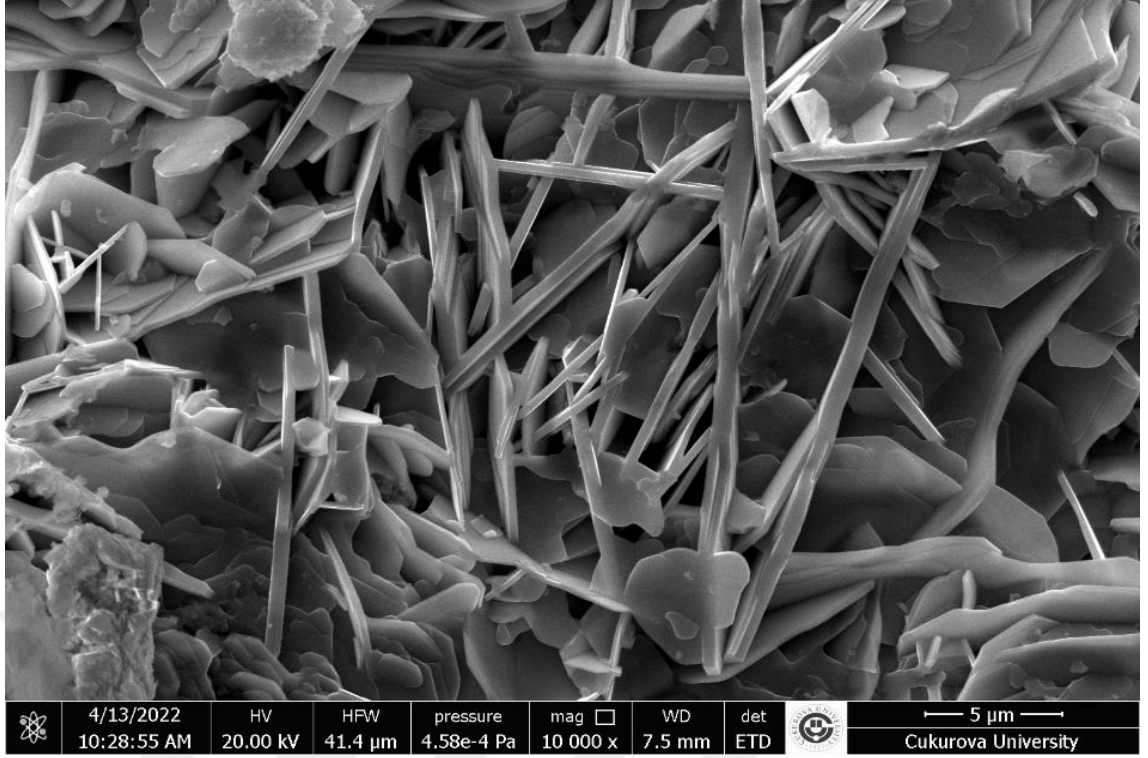
Şekil 4.4. Nb_{0.00} örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.



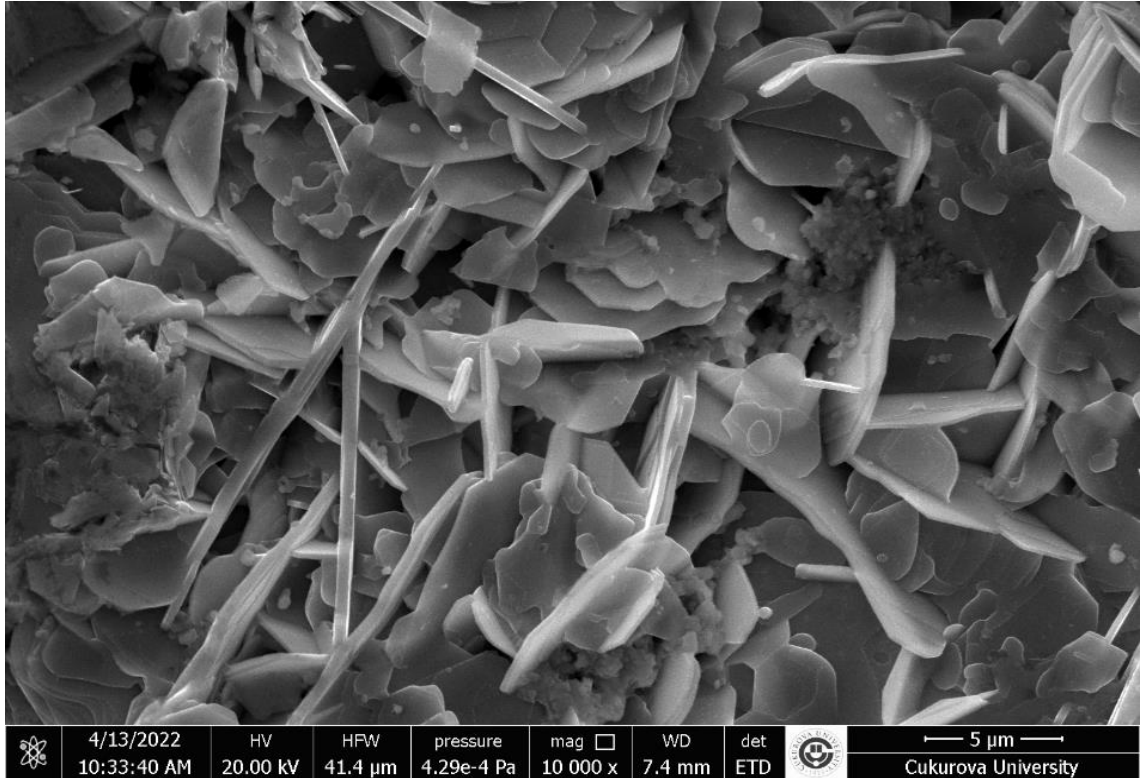
Şekil 4.5. Nb_{0.05} örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.



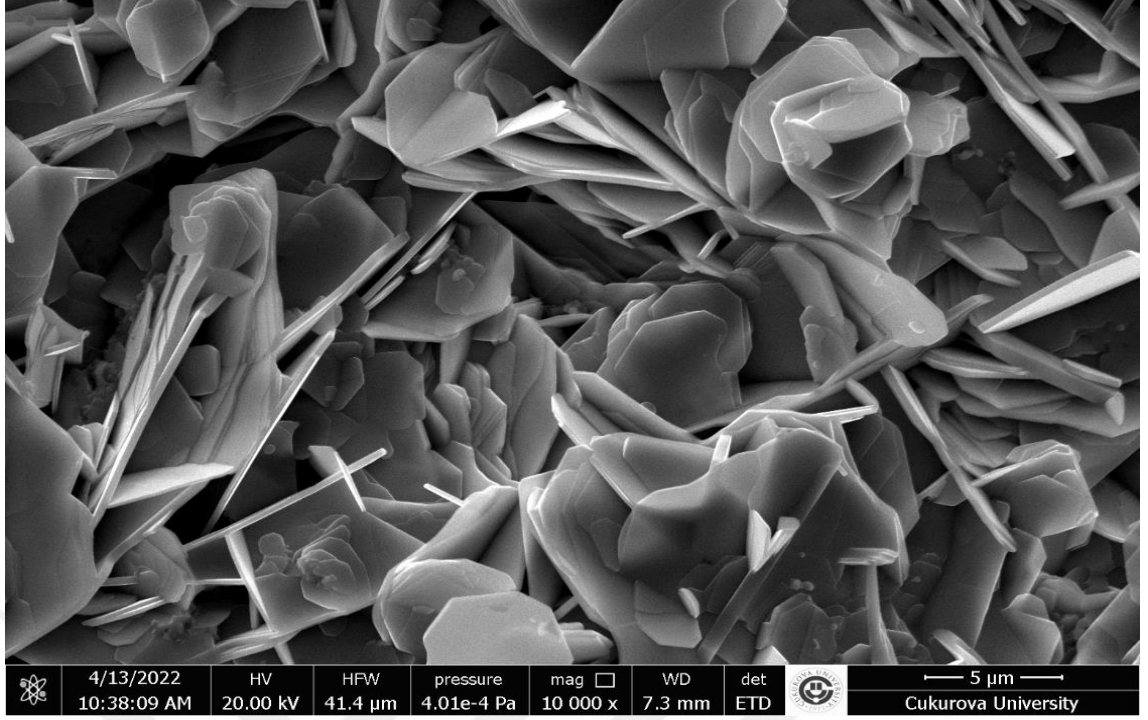
Şekil 4.6. Nb_{0.075} örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.



Şekil 4.7. Nb0.10 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.



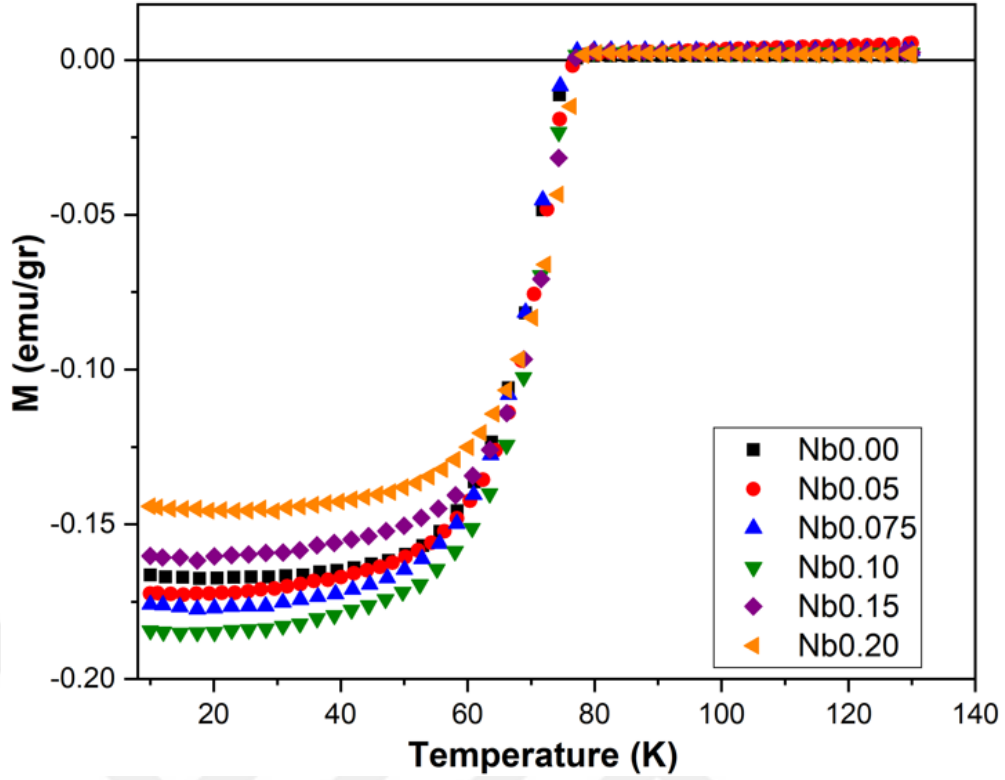
Şekil 4.8. Nb0.15 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.



Şekil 4.9. Nb0.20 örneğinin 10000x büyütmedeki SEM fotoğrafı.

4.4. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin manyetizasyon-sıcaklık ($M-T$) sonuçları

$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin kritik geçiş sıcaklıklarının belirlenmesi için manyetizasyon-sıcaklık ölçümleri ($M-T$) gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler için Çukurova Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda (ÇÜMERLAB) bulunan Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi'nin (PPMS) Titreşen Örnek Manyetometre (VSM) opsiyonu kullanılmıştır. $M-T$ ölçümleri 10 ile 130 K sıcaklık aralığında ve alan soğutmalı (FC) olarak 100 Oe manyetik alan uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Tüm örneklerin $M-T$ grafikleri Şekil 4.10'da verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi tüm örnekler yüksek sıcaklıklarda sıfıra yakın bir manyetizasyon sinyali verdikten sonra keskin bir şekilde diyamanyetik sinyal üretmeye başlamışlardır. Örneklerde görülen bu diyamanyetik faza net geçiş örneklerdeki yığın tipi (bulk) süperiletkenliğin varlığını gösterir (Gürsul ve ark.,2019). $M-T$ grafiklerinden örneklerin kritik geçiş sıcaklıkları (T_c) Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 için sırasıyla 77.7, 77.9, 77.5, 77.6, 78.1 ve 78.4 K olarak gözlenmiştir. Buradan, Nb katkısının örneklerin kritik geçiş sıcaklıkları üzerinde belirgin bir etkisinin olduğunu söylemek güçtür. Ayrıca 10 K'ya doğru örneklerin manyetizasyon değerleri doyuma (saturation) ulaşmıştır. Örneklerdeki manyetizasyon doyum değerleri Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 için sırasıyla -0.166, -0.172, -0.177, -0.184, -0.159 ve -0.145 emu/gr olarak bulunmuştur. Doyum mıknatıslanma değerleri örneklerdeki süperiletkenlik hacmiyle orantılı olduğundan Nb içeriğinin örneklerdeki süperiletkenlik hacmi olumsuz etkilemediğini ve $x=0.05$, 0.075 ve 0.10 katkılarları için bir miktar süperiletkenlik hacmi artırdığını söyleyebiliriz.

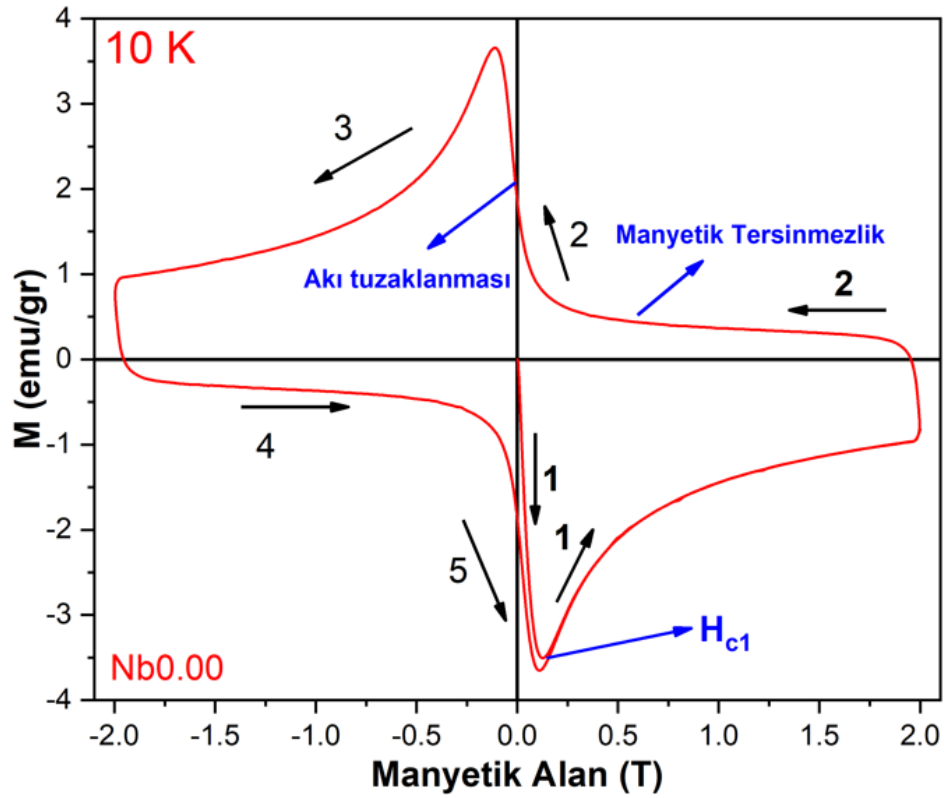


Şekil 4.10. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin M - T sonuçları.

4.5. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin manyetizasyon-manyetik alan (M - H) sonuçları

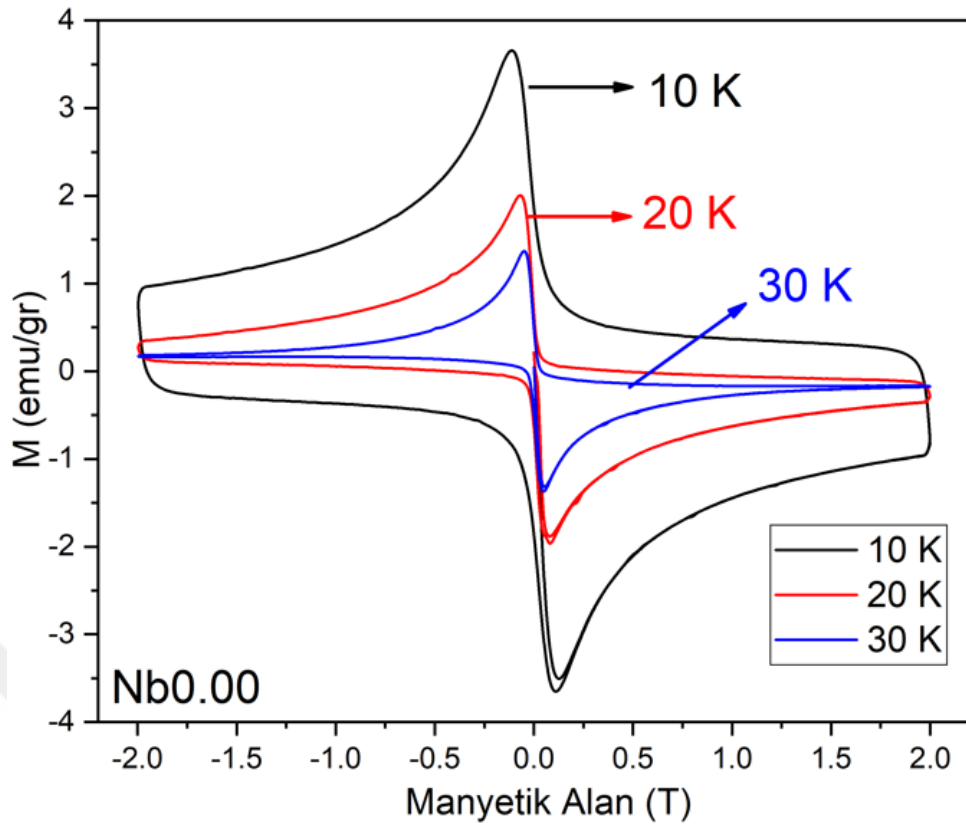
$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin manyetizasyon-manyetik alan (M - H) ölçümleri PPMS'nin VSM opsiyonu kullanılarak $\pm 2T$ manyetik alan aralıklarında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.11'de Nb0.00 örneğinin 10 K'de M - H grafiği verilmektedir. 0'dan 2 T'ye artış (1 nolu ok), 2T'den 0 T'ye düşüş (2 nolu ok), 0T'den -2T'ye düşüş (3 nolu ok), -2T'den 0 T'ye artış (4 nolu ok) ve 0T'den 2T'ye artış (5 nolu ok ve sonrasında 1 nolu ok) sonucu M - H grafiği elde edilmiştir. Öncelikle manyetik alan 0T'den itibaren 2T'ye doğru artırılarak M - H döngüsü başlatılır. Düşük manyetik alan değerlerinde malzeme Meissner etkisi göstererek yüksek diyamanyetik sinyal üretir. Buna bağlı olarak manyetizasyon eksi yönde doğrusal olarak artar. Daha sonra grafikte görüldüğü gibi manyetizasyon değeri doğrusallıktan saparak düşmeye başlar. İşte manyetizasyonun doğrusallıktan saptığı ve değerinin azalmaya başladığı alan değeri malzemenin alt kritik manyetik alan (H_{c1}) değeridir. Nb0.00 örneği için H_{c1} , 1235 Oe (0.1235 T) değerine karşılık gelir. Bu alan değeri aşıldığında manyetik alan vorteksler şeklinde malzemeye girdiğinden manyetizasyon değeri düşmeye başlar. Manyetizasyon değerinin sıfıra düştüğü andaki manyetik alan değeri, malzemenin üst kritik manyetik alan (H_{c2}) değeridir. Bu manyetik alan değerinde vorteksler malzemenin tümünü kaplar ve bu alan değeri aşıldığında malzemedeki süperiletkenlik fazı yok olur. Şekil 4.9'a bakıldığında H_{c1} değerinden sonra manyetik alanın artmasıyla manyetizasyon değerinin mutlak değerce düşmeye başladığı görülmektedir. Örneğin,

manyetik alan H_{c1} 'e ulaştığı anda manyetizasyon -3.50 emu/gr iken manyetik alan 2 T'ye artırıldığında manyetizasyon -0.95 emu/gr değerine kadar düşmektedir. Şekilde görüldüğü gibi manyetik alanın 2 T olduğu anda manyetizasyon sıfıra düşmediği için hazırladığımız örneğin H_{c2} değeri 2 T'den daha yüksek bir değerdedir. Manyetik alan 2 T'ye ulaştıktan sonra 0 T'ye doğru düşüşe geçmiştir. Bu durumda $M-H$ eğrisi 2 nolu ok yönünde hareket etmektedir. $M-H$ eğrisinin geldiği yönü takip etmeyip (1 nolu oku) 2 nolu oku takip etmesi manyetik tersinmezlik olarak bilinir (Sharma, 2021). Tersinmezliğin ortaya çıkmasının sebebi akı tuzaklanmasıdır. Eğer akı tuzaklanması ya akı çivilenmesi olmasaydı $M-H$ eğrisi geldiği yoldan geri dönecekti (1 nolu ok yönünde). Örneğin I. Tip süperiletkenlerde akı çivilenmesi olmadığı için $M-H$ eğrisi tersinir davranış gösterir (Sheahen, 2002). Bu tersinmezlik durumu sonucunda, manyetik alanın sıfır olduğu durumda örnekte pozitif bir manyetizasyon sinyali gözlenmiştir. Sıfır alandaki örnekte görülen bu manyetizasyon kalıcı (remnant) manyetizasyon (M_r) olarak bilinir ve manyetizasyonun büyüklüğü malzemenin akı çivileme gücüyle doğru orantılıdır (Albiss ve ark., 2010). Nb0.00 örneği için 10 K'de M_r değeri 1.86 emu/gr olarak gözlenmiştir.

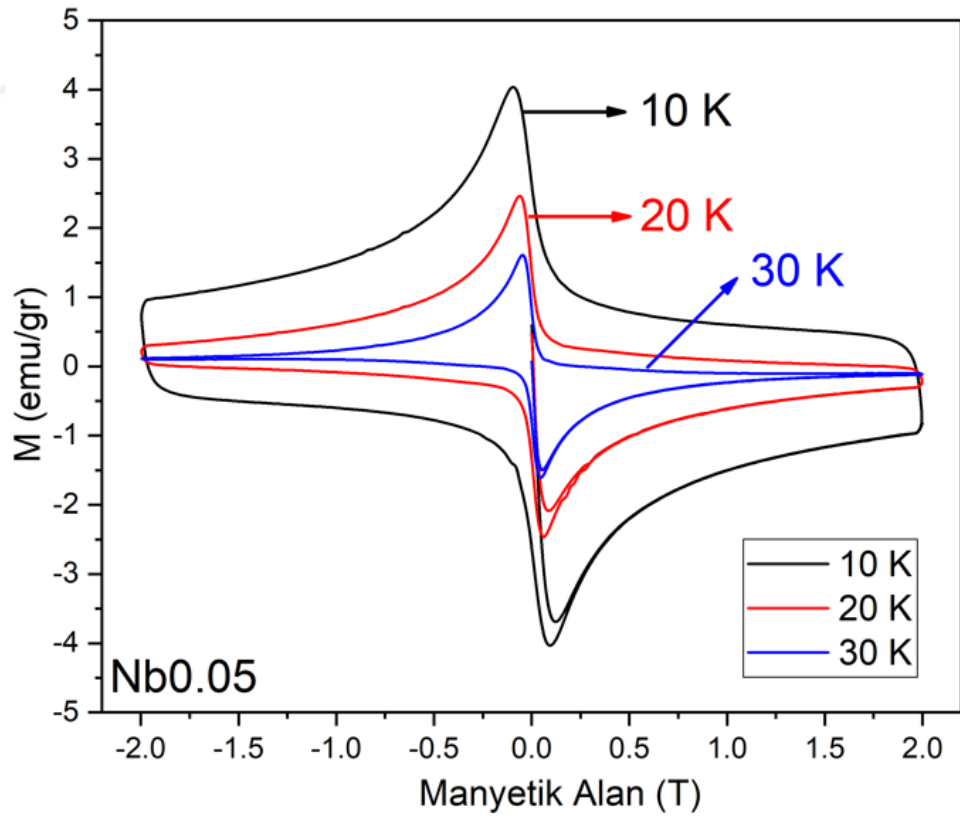


Şekil 4.11. Nb0.00 örneğinin 10 K'deki $M-H$ sonuçları.

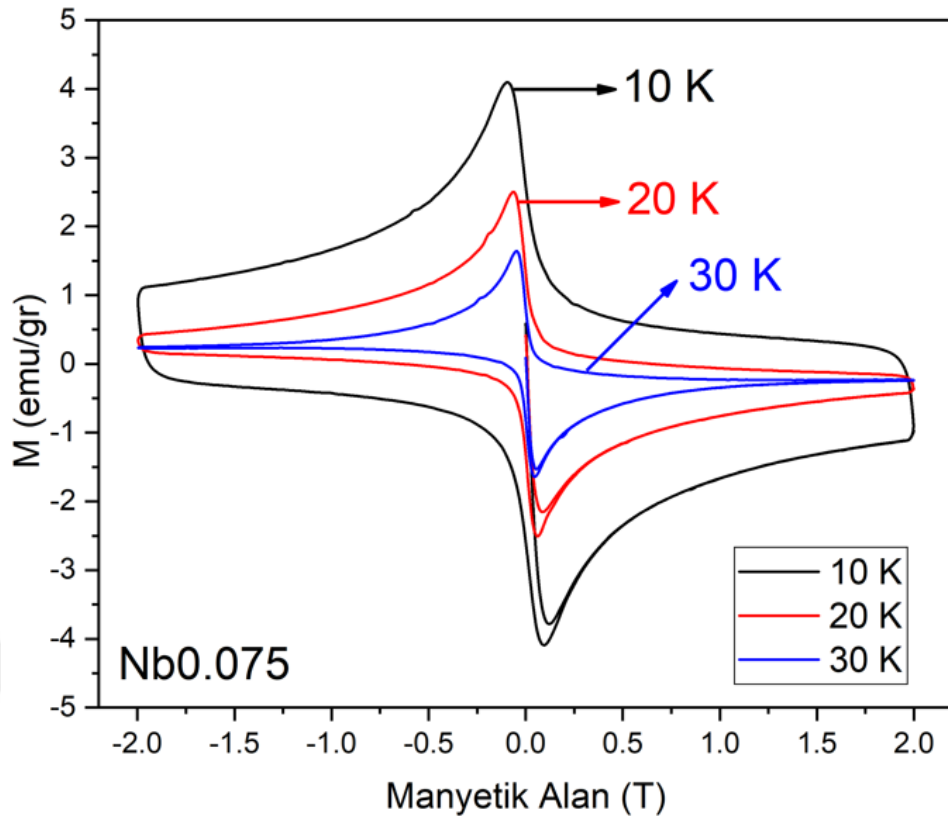
$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinde sıcaklığın da $M-H$ eğrisine olan etkilerinin incelenmesi için 10, 20 ve 30 K olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta ölçümler alınmış ve elde edilen $M-H$ sonuçları Şekil 4.12-17'de Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 için sırasıyla verilmiştir.



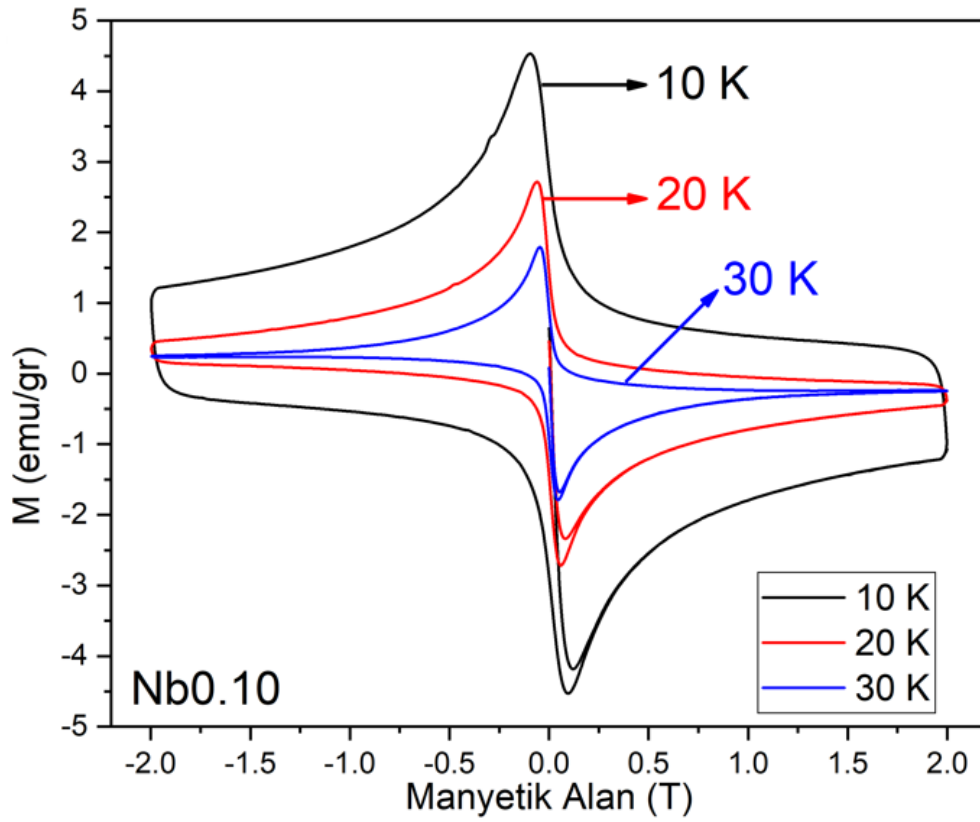
Şekil 4.12. $\text{Nb}_{0.00}$ örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.



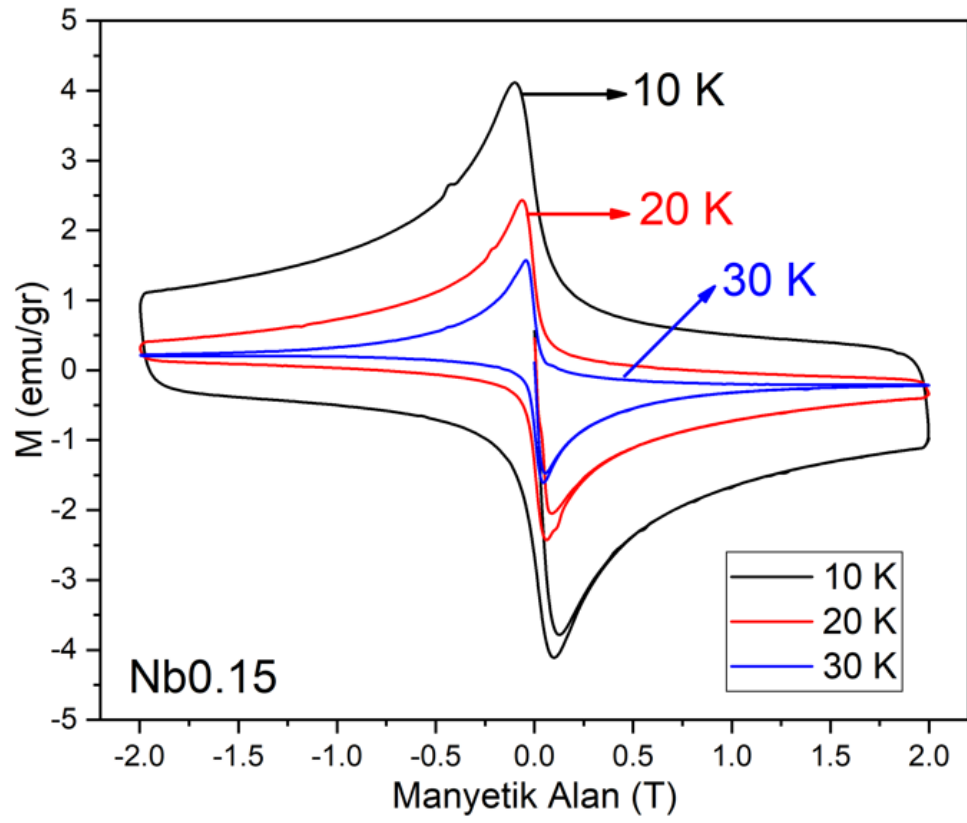
Şekil 4.13. $\text{Nb}_{0.05}$ örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.



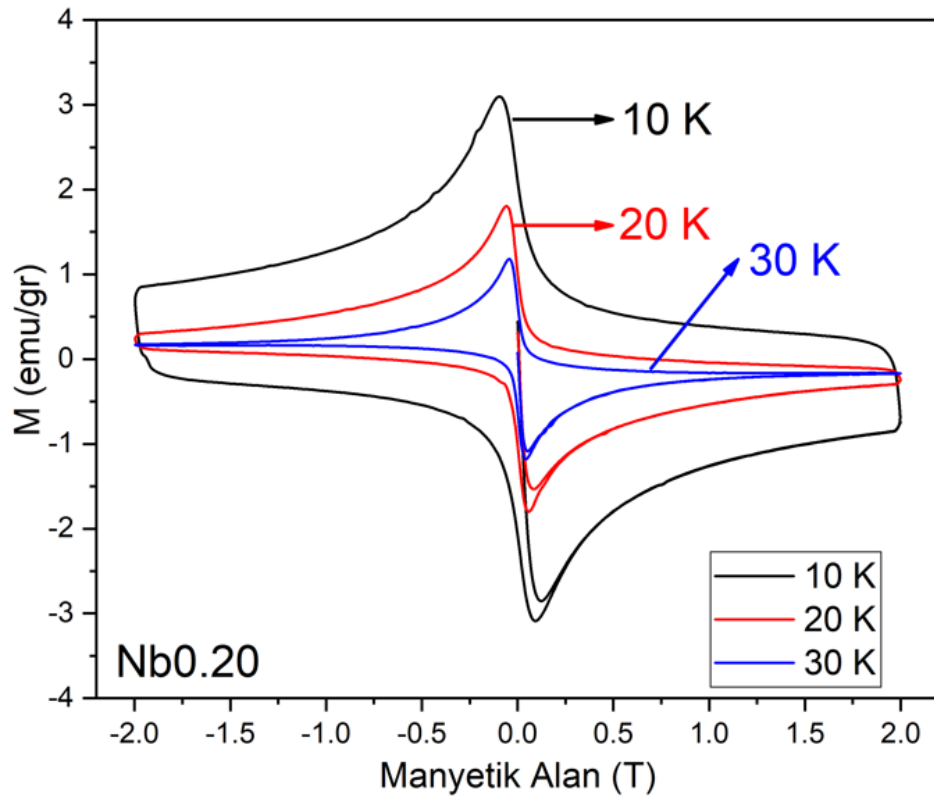
Şekil 4.14. $\text{Nb}_{0.075}$ örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.



Şekil 4.15. $\text{Nb}_{0.10}$ örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.



Şekil 4.16. Nb_{0.15} örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.



Şekil 4.17. Nb_{0.20} örneğinin 10, 20 ve 30 K'deki M - H sonuçları.

Şekil 4.12-17 incelendiğinde tüm örnekler 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarında tipik II. Tip süperiletken $M-H$ eğrilerine sahiptir. Tüm örneklerdeki simetrik yapıdaki $M-H$ eğrilerinin varlığı örneklerde yüzey tipi çivilemeden ziyade yığın (bulk) tipi çivilemenin hâkim olduğunu gösterir (Zhou ve ark., 2016). Ayrıca sıcaklığın artmasıyla birlikte $M-H$ eğrilerinin alanlarında daralma olmuştur. Bu durum, termal enerjiyle birlikte süperiletken bölgelerin azalması ve tanecikler arası bağlantıların zayıflaması sonucu oluşur. Ayrıca, sıcaklıkla birlikte tüm örneklerin çivileme kuvvetleri düştüğü için M_r değerleri de düşmüştür (Albiss ve ark., 2010). Tüm örneklerin her 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki H_{c1} ve M_r değerleri $M-H$ eğrilerinden belirlenmiş ve Çizelge 4.2'ye yerleştirilmiştir. Çizelge incelendiğinde sıcaklığın artmasıyla birlikte beklenildiği gibi H_{c1} ve M_r değerlerinde azalma meydana gelmiştir. Ancak burada önemli olan durum Nb içerikli örnekleri daha yüksek H_{c1} ve M_r değerlerine sahip olmasıdır. Özellikle çivileme yeteneklerinin bir ölçüsü olan M_r değerleri Nb içeriğiyle birlikte (özellikle Nb0.10 örneğinde) belirgin olarak artmıştır. Buradan Nb⁺⁵ katkılarının Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ süperiletkeninde etkili çivileme merkezleri oluşturduğunu söyleyebiliriz.

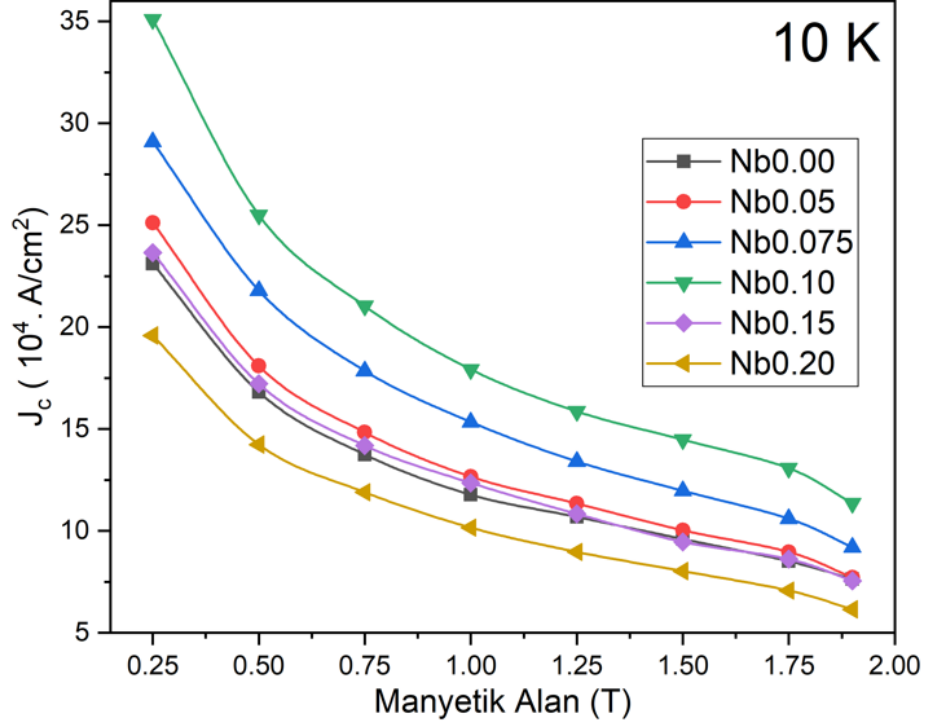
Çizelge 4.2. Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{0.925}Na_{0.075}Cu_{2-x}Nb_xO₈ örneklerinin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki H_{c1} ve M_r değerleri.

Örnekler	H_{c1} (Oe)			M_r (emu/gr)		
	10 K	20 K	30 K	10 K	20 K	30 K
Nb0.00	1235	752	483	2.07	0.82	0.64
Nb0.05	1293	790	508	2.63	1.34	0.81
Nb0.075	1303	871	523	2.71	1.41	0.86
Nb0.10	1337	889	569	2.87	1.47	0.93
Nb0.15	1276	778	505	2.65	1.35	0.83
Nb0.20	1243	760	502	2.04	0.71	0.61

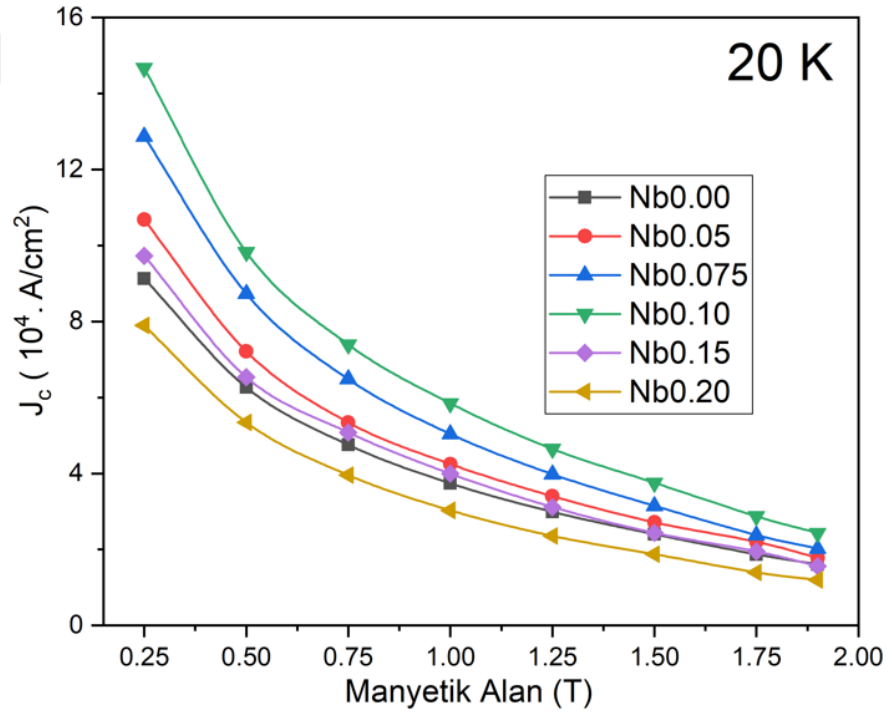
Örneklerin kritik akım yoğunlukları (J_c), Bean modeli (Bean, 1962) kullanılarak $M-H$ eğrilerinden Denklem 4.3 ile hesaplanabilir.

$$J_c = \frac{\Delta M}{d} \quad (4.3)$$

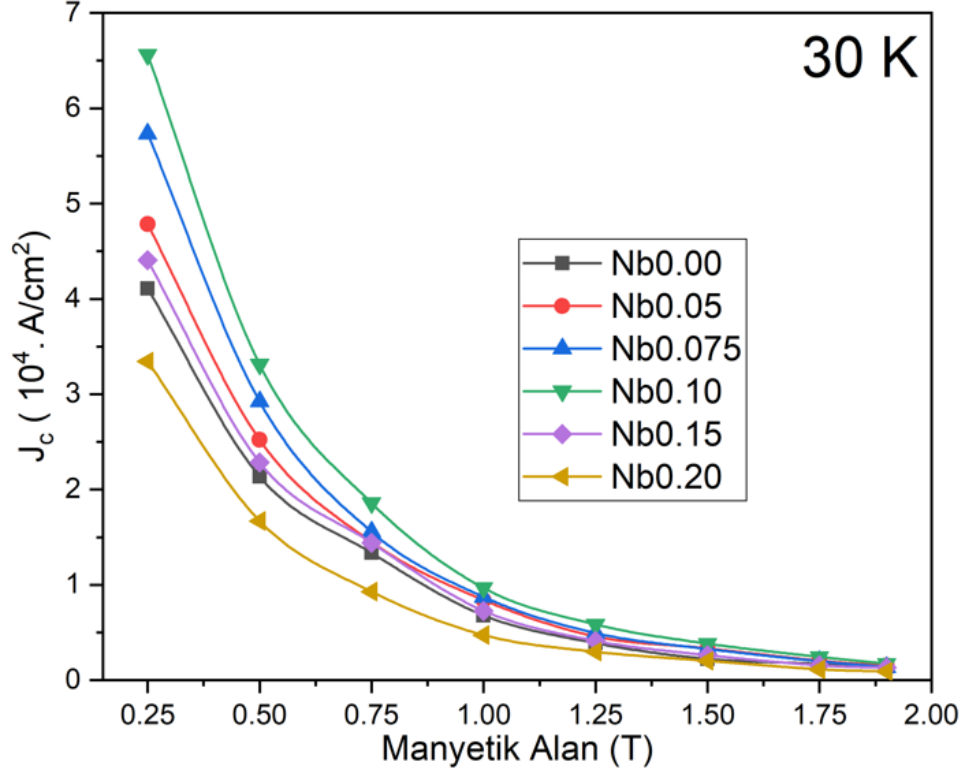
Burada J_c , A/cm² cinsinden kritik akım yoğunlukları, ΔM pozitif manyetizasyon ile negatif manyetizasyonun farkı ($\Delta M = M^+ - M^-$) ve d 'de örneklerin kalınlıklarıdır. Tüm örneklerin hesaplanan kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarında Şekil 4.18-20'de sırasıyla verilmiştir.



Şekil 4.18. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 10 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.



Şekil 4.19. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 20 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.



Şekil 4.20. $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin 30 K'deki kritik akım yoğunluklarının manyetik alanla değişimi.

Şekillerden görüldüğü gibi, örneklerin J_c değerleri manyetik alanla ve sıcaklıkla düşmüştür. Sıcaklığın ve manyetik alanın artmasıyla birlikte Cooper çiftlerinin sayısı azalacağından J_c değerlerinin azalması beklenen bir durumdur. Ancak örneklerin J_c değerleri Nb katkısıyla birlikte artış göstermiştir. Örneklerin $H = 0.25, 0.5$ ve 1 T alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri Çizelge 4.3-5 sırasıyla verilmiştir. Çizelgelere göre, Nb0.20 dışındaki tüm Nb içerikli örneklerin J_c değerleri Nb içermeyen Nb0.00 örneğine göre daha yüksek bulunmuştur. Sisteme Nb eklenmesi çivileme merkezlerinin akı tuzaklama miktarlarını artırarak $M-H$ eğrilerinin genişlemesine ve malzemelerin akım taşıma kapasitelerinin artmasını sağlamıştır.

Çizelge 4.3. Örneklerin $H= 0.25 \text{ T}$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri

Örnekler	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 10 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 20 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 30 K
Nb0.00	23.03	9.11	4.11
Nb0.05	25.12	10.65	4.79
Nb0.075	29.07	12.84	5.68
Nb0.10	35.11	14.77	6.56
Nb0.15	23.55	9.69	4.39
Nb0.20	19.67	7.92	3.31

Çizelge 4.4. Örneklerin $H= 0.5 \text{ T}$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri

	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 10 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 20 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 30 K
Nb0.00	16.73	6.25	2.11
Nb0.05	18.11	7.26	2.52
Nb0.075	21.78	8.70	2.94
Nb0.10	25.52	9.82	3.29
Nb0.15	17.22	6.53	2.26
Nb0.20	14.15	5.32	1.66

Çizelge 4.5. Örneklerin $H= 1 \text{ T}$ alan altında ve 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki J_c değerleri

Örnekler	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 10 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 20 K	$J_c (10^4 \times A/cm^2)$ 30 K
Nb0.00	11.69	3.74	0.68
Nb0.05	12.64	4.21	0.84
Nb0.075	15.33	5.03	0.88
Nb0.10	18.03	5.85	0.97
Nb0.15	12.32	4.01	0.73
Nb0.20	10.19	3.06	0.47



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez kapsamında, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ ($x= 0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15$ ve 0.20) süperiletken malzemeleri klasik katıhal yöntemiyle hazırlanmış ve yapısal, fiziksel, termal, elektriksel ve manyetik özellikleri *XRD*, *SEM*, *M-T* ve *M-H* ölçümleri sonucu incelenmiştir. Bu ölçümler neticesinde aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- *XRD* ölçümlerinde tüm örneklerde Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 fazının yansımaları gözlenmiştir. Ancak Bi-2212 fazı ana faz olarak tüm örneklerde gözlenmiş Bi-2212 ve Bi-2223 fazları ikincil fazlar olarak yer almıştır.
- Örneklerin örgü parametreleri Nb^{+5} 'in iyonik yarıçapının ($0.64 \text{ \AA}$) Cu^{+2} 'nin iyonik yarıçapından ($0.73 \text{ \AA}$) küçük olmasına bağlı olarak Nb içeriğiyle birlikte azalmıştır. Örneğin, *c* parametresi Nb içermeyen Nb0.00 örneğinde $31.1388 \text{ \AA}$ iken en yüksek Nb içerikli Nb0.20 örneğinde $30.3366 \text{ \AA}$ değerine kadar düşmüştür.
- Örneklerin kristal boyutları (*D*), $\theta=27.26^\circ$, $\theta=30.77^\circ$ ve $\theta=32.91^\circ$ açılarında gözlenen en şiddetli 3 pik seçilip Debye-Scherrer formülü kullanılarak hesaplanmıştır. Yapılan hesaplamalara göre örneklerin kristal boyutları Nb katkılanmasıyla azalmakta olup 31.25 nm ile 22.52 nm arasında değişmektedir.
- SEM fotoğraflarında tüm örneklerde Bi-2212 fazının karakteristik fiziksel özelliği olan gelişigüzel yönelmiş yer yer plaka benzeri taneler yer yer de iğnemi taneler gözlenmiştir. Nb içeriğinin artmasıyla birlikte iğnemi tanelerin sayısında artış olmuştur.
- Örneklerin T_c değerlerinin belirlenmesi için *M-T* ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Ölçüm sonucu Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 örneklerinin T_c değerleri sırasıyla 77.7 , 77.9 , 77.5 , 77.6 , 78.1 ve 78.4 K olarak belirlenmiştir.
- Örneklerdeki süperiletkenlik hacim ile orantılı olan manyetizasyon doyumu değerleri Nb0.00, Nb0.05, Nb0.075, Nb0.10, Nb0.15 ve Nb0.20 örnekleri için sırasıyla -0.166 , -0.172 , -0.177 , -0.184 , -0.159 ve -0.145 emu/gr olarak bulunmuştur. Buna göre, Nb içeriği $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ sisteminin süperiletkenlik hacmini bir miktar artırmıştır.
- Örneklerin *M-H* ölçümleri 10 , 20 ve 30 K sıcaklıklarında alınmıştır. Tüm örneklerde ölçülen sıcaklıklarda II. Tip süperiletkenlere özgü simetrik *M-H* eğrileri elde edilmiştir. Sıcaklığın artmasıyla birlikte *M-H* eğrilerinin genişliği azalmıştır.
- Çivileme yeteneklerinin bir ölçüsü olan kalıcı manyetizasyon değerleri (M_r) Nb katkılanmasıyla birlikte artmıştır. Örneğin 10 K 'de Nb0.00 örneğinin M_r değeri 2.07 emu/gr iken Nb0.10 örneğinde 2.87 emu/gr değerine yükselmiştir. Buradan Nb içeriği

$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ sisteminin akı tuzaklama yeteneğini artırdığını söyleyebiliriz.

- Örneklerin J_c değerleri Bean Modeli kullanılarak 10, 20 ve 30 K sıcaklıkları için hesaplanmıştır. Tüm örneklerin J_c değerleri manyetik alanın ve sıcaklığın artmasıyla birlikte azalmıştır. Ancak hesaplanan tüm sıcaklık ve manyetik alan değerlerinde Nb içerikli örneklerin (Nb0.20 hariç) J_c değerleri Nb içermeyen Nb0.00 örneğinden yüksek bulunmuştur. Örneğin 10 K sıcaklığında ve 0.5 T manyetik alan altında Nb0.00 örneğinin J_c değeri $16.7 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ iken Nb0.10 örneğinde $25.6 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ değerine kadar yükselmiştir.
- Tüm bu sonuçlara göre, $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ sisteminin süperiletken özelliklerinin iyileştirilmesi için bir miktar Nb eklenmesi (özellikle $x=0.10$ miktarında) kullanışlı bir yöntem olduğu söylenebilir.

Bu sonuçlara ek olarak bundan sonraki çalışmalar için aşağıdaki öneriler verilebilir.

- $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin aktivasyon (çivileme) enerjilerinin belirlenmesi için değişik manyetik alanlarda magneto-direnç ölçümleri yapılabilir.
- Magneto-direnç ölçümleri sonucu $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin tersinmezlik alan değeri (H_{irr}) ve üst kritik manyetik alan değeri (H_{c2}) hesaplanabilir.
- Tane yönelimlerinin sağlanması için $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örnekleri lazer yüzen bölge (LFZ) yöntemi kullanılarak hazırlanabilir.
- Bu tez kapsamında $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin J_c değerleri Bean Modeli kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplama yerine deneysel ölçüm yapılarak J_c değerleri belirlenebilir.
- $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_{2-x}\text{Nb}_x\text{O}_8$ örneklerinin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için mikro-sertlik ölçümleri yapılabilir.

KAYNAKLAR

- Abrikosov, A. A., 1957. On the magnetic properties of superconductors of the second group. Soviet Physics JETP., 32: 1442-1452.
- Albiss, B. A., Obaidat, I. M., Gharaibeh, M., Ghamlouch, H., Obeidat, S. M., 2010. Impact of addition of magnetic nanoparticles on vortex pinning and microstructure properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor, Solid State Commun., 150:1542.
- Anonim 1: <https://www.nukleonlab.com.tr> [Son erişim tarihi: 01.07.2023]
- Anonim 2: <https://www.alserteknik.com> [Son erişim tarihi: 14.06.2023]
- Anonim 3: (<https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/tga-dta>) [Son erişim tarihi: 01.06.2023]
- Anonim 4: <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/xrd> [Son erişim tarihi: 02.07.2023]
- Anonim 5: <http://nukbilimler.ankara.edu.tr/elektron-mikroskobu> [Son erişim tarihi: 01.06.2021]
- Anonim 6: <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/sem> [Son erişim tarihi: 21.06.2023]
- Anonim 7: <https://cumerlab.cu.edu.tr/cu/laboratuvarlar/cihazlar-listesi/ppms-fiziksel-ozellikler-olcum-sistemi> [Son erişim tarihi: 12.07.2023]
- Anonymous 1: <https://www.e-sciencecentral.org/articles/Table.php?xn=asct/asct-27-030&id=> [Son erişim tarihi: 13.07.2023]
- Anonymous 10: <https://arxiv.org/pdf/1807.08954.pdf> [Son erişim tarihi: 11.07.2023]
- Anonymous 11: https://www.wikiwand.com/en/High-temperature_superconductivity [Son erişim tarihi: 11.06.2023]
- Anonymous 12: <https://turkish.alibaba.com> [Son erişim tarihi: 05.06.2023]
- Anonymous 13: <https://www.indiamart.com/proddetail/kbr-pellet-making-die-set-4359230955.html> [Son erişim tarihi: 05.06.2023]
- Anonymous 14: <https://ru.vwr.com/store/product/8622474/pellet-press-pp-25#gallery> [Son erişim tarihi: 01.06.2023]
- Anonymous 2: <http://www.superconductors.org/Type1.htm> [Son erişim tarihi: 10.07.2023]
- Anonymous 3: <https://astarmathsandphysics.com/> [Son erişim tarihi: 01.07.2023]
- Anonymous 4: (<http://www.futurescience.com>). [Son erişim tarihi: 01.07.2023]
- Anonymous 5 <https://slideplayer.com/slide/10118345> [Son erişim tarihi: 11.07.2023]
- Anonymous 6: <http://www.chm.bris.ac.uk> [Son erişim tarihi: 17.06.2023]
- Anonymous 7: <http://hoffman.physics.harvard.edu/materials/CuprateIntro.php> [Son erişim tarihi: 01.06.2023]
- Anonymous 8: <http://hoffman.physics.harvard.edu> [Son erişim tarihi: 01.06.2023]

- Anonymous 9 https://en.wikipedia.org/wiki/Thallium_barium_calcium_copper_oxide [Son erişim tarihi: 21.05.2023]
- Asghari, R., Sedghi, H., Arsalan, L.Ç., Naghsara, H., 2017. Investigation of Niobium (Nb) Substitution on Structural and Superconducting Properties of (Bi, Pb)-Based Superconductors, *Advances in Materials Physics and Chemistry*, 7:277-293.
- Atilla, B., 2020. Değişik oranlarda gümüş (Ag) eklenmiş $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{0.925}\text{Na}_{0.075}\text{Cu}_2\text{O}_y$ süperiletkenlerin magnetodirenç özelliklerinin belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Adana, 101s.
- Bardeen, J., Cooper, L. N., Schrieffer, J. R., 1957. Theory of superconductivity. *Phys. Rev.*, 108, 5:1175-1204
- Bean, C. P., 1962. Magnetization of hard superconductors, *Phys. Rev. Lett.* 8:250.
- Bednorz, J.G., Muller, K.A., 1986. Possible high T_c superconductivity in the BaLa-Cu-O system. *Z. Phys. B*, 64 (2):189–193.
- Bouzerar, R., Mettout, B., Savary, H., Schneck, J. ve Toledano, J.C., 1994. Influence of lead substitution on the magnetic irreversibility line of 2212 superconducting single crystals. *Physica C: Superconductivity*, 223:259-266.
- Buckel, W., Kleiner, R., 2004. Superconductivity. 2nd Edition. Wiley-Vch Verlag. Weinheim, Germany, 461s.
- C. Michel, M. Hervieu, M.M. Borel, A. Grandin, F. Deslandes, J. Provost, B. Raveau, Superconductivity in the Bi–Sr–Cu–O System, *Z. Phys. B* 68 (1987) 421–423
- Cabassi, R., Delmonte, D., Abbas, M.M., Abdulridha, A.R., ve Gilioli, E., 2020. The Role of Chemical Substitutions on Bi-2212 Superconductors, *Crystals*, 10:462.
- Chu, C. W., Gao, L., Chen, F., Huang, Z. J., Meng, R. L., Xue, Y.Y., 1994, *Nature* 355, 323-325.
- Coşkun, A., 2004. BSCCO süperiletken sistemine farklı konsantrasyonlarda godalanyum katkılmasının malzemenin yapısal, elektriksel ve manyetiksel özellikleri üzerindeki etkisi. Doktora Tezi, Adana, 201s.
- Fallah-Arani, H., Baghshahi, S., Sedghi, A., Stornaiuolo, D., Tafuri, F. ve Riahi-Noori, N., 2018. Enhancement in superconducting properties of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+\theta}$ (Bi-2212) by means of boron oxide additive. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 548:31-39.
- Ford, P.J., Saunders, G.A., 2004. The Rise of Superconductivity. CRC Press, Boca Raton, London, New York, Washington DC, 227s.
- Fossheim, K., Sudbo, A., 2004. Superconductivity Physics and Applications. John Wiley & Sons Ltd. England, 427s.
- Gau, L., Xue, Y. Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R. L., Ramirez, D., Chu, C. V., Eggert, J. H., Mao, H.K., 1994. *Physical Review B*, 50: 4260-4263

- Guner, S.B., Zalaoglu, Y., Turgay, T., Ozyurt, O., Ulgen, A.T., Dogruer, M., ve Yildirim, G., 2019. A detailed research for determination of Bi/Ga partial substitution effect in Bi-2212 superconducting matrix on crucial characteristic features, *Journal of Alloys and Compounds*, 772: 388-398.
- Gündoğmuş, H., 2013. Lazer tekniği ile üretilen katkılı BSCCO süperiletkenlerin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana, 134s.
- Gündoğmuş, H., Özçelik, B., Özkurt, B., Sotelo, A., Madre, M. A., 2013. Physical, Mechanical and Magnetic Properties of the Yb-Substituted $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ Textured Superconductor. *J. Supercond Nov Magn.*, 26:111–115.
- Gündoğmuş, Hakan, 2013. <http://libratez.cu.edu.tr/tezler/8864.pdf> [Son erişim tarihi: 12.07.2023]
- Gürsul, M. 2019. FeSe tabanlı kristallerin üretimi, karakterizasyonu ve fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana, 225s
- Gürsul, M., 2013. Na katkılı BSCCO süperiletkeninin aktivasyon enerjisine sinterleme sıcaklığı etkisinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Adana, 135s.
- Gürsul, M., Özçelik, B., Liu, M., Boltalin, A.I., ve Morozov, I.V., 2019. Structural and physical properties of Na-substituted $\text{K}_{0.8}\text{Fe}_{2-y}\text{Se}_2$ single crystal, *Journal of Alloys and Compounds*, 777:1074-1079.
- Gürsul, Mehmet, 2013. <http://libratez.cu.edu.tr/tezler/9772.pdf> [Son erişim tarihi: 12.07.2023]
- Kaya, C., Özçelik, B., Özkurt, B., Sotelo, A., Madre, M. A., 2013. Effect of Ce substitution on structural and superconducting properties of Bi-2212 system. *J Mater Sci: Mater Electron.*, 24:1580–1586.
- Kittel, C. (1996) *Introduction to Solid State Physics*. 7th Edition, Wiley, New York, 55-66.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T., Togano, K., Kumakura, H., Uehara, M., Ikeda, S., Ogawa, K., Horiuchi, S., Matsui, Y., 1988. New high-Tc superconductors without rare earth element. *Physica C* 153: 602–607.
- Meissner, W., Ochsenfeld, R., 1933. Ein neuer Effekt bei eintritt der Supraleitfähigkeit. *Naturwissenschaften*, 21, 787-788.
- Mourachkine, A., 2004. *Room-Temperature Superconductivity*, First Edition, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, UK, 310s
- Nane Karaçora, F., Özçelik B., 2019. Structural, superconducting and vortex pinning properties of Nb-substituted Bi-2212 ceramic superconductor. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30:12783–12789.
- Nane, O., 2013. Atımlı lazer yığılımı (PLD) tekniği kullanılarak üretilen BSCCO ince filmlerin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi.
- Nane, O., Özçelik, B., 2016. Effect of V substitution on vortex pinning and superconducting properties of Bi-2212 superconductor, *J Mater Sci: Mater Electron*, 27:7633–7639.

- Nane, O., Özçelik, B., Amaveda, H., Sotelo, A. ve Madre, M.A., 2016. Improvement of structural and superconducting properties of Bi-2212 textured rods by substituting sodium. *Ceramics International*, 42:8473-8477s.
- Onnes, H. K., 1911. The superconductivity of Mercury. *Leiden Comm.*, 120b, 122b, 124c
- Özaslan, A., Özçelik, B., Özkurt, B., Sotelo, A., Madre, M.A., 2014. Structural, Electrical, and Magnetic Properties of the Co-Substituted Bi-2212 System Textured by Laser Floating Zone Technique, *J. Supercond Nov Magn.*, 27:53–59
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A., Madre, M. A., 2014. Effect of K substitution on Structural, Electrical and Magnetic Properties of Bi-2212 system, *J Mater Sci: Mater Electron*, 25:4476–4482.
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A., Madre, M. A., 2015. Improvement of the intergranular pinning energy in the Na-doped Bi-2212 superconductors, *J Mater Sci: Mater Electron.*, 26:2830–2837.
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A., Madre, M. A., 2015. Improvement of superconducting properties in Na-doped BSCCO superconductor, *J Mater Sci: Mater Electron*, 26:441–447.
- Özçelik, B., Nane, O., Sotelo, A. ve Madre, M.A., 2016. Effect of Yttrium substitution on superconductivity in Bi-2212 textured rods prepared by a LFZ technique. *Ceramics International* 42(B):3418-3423s.
- Özçelik, B., Nane, O., Sotelo, A., Amaveda, H. ve Madre, M.A., 2017. Effect of Na substitution and Ag addition on the superconducting properties of Bi-2212 textured materials. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28:6278-6283s.
- Özkurt, B., Özçelik, B., Madre, M.A., Sotelo, A. ve Diez, J.C., 2015. Effect of Yb substitution in Bi-2212 ceramics prepared by laser floating zone technique. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26:5761-5766s.
- Rentschler, T., Kemmler-Sack, S., Hartman, M., Hübener, R.P., Kessler, P. ve Lichte, H., 1992. Influence of Nd substitution on the superconducting properties of ceramics in the 2212 system $\text{Bi}_{2-w}\text{Pb}_w\text{Sr}_{2-x}\text{Ca}_{1-y}\text{Nd}_{x+y}\text{Cu}_2\text{O}_{8+z}$. *Physica C: Superconductivity*, 200:287-295s.
- Saxena, A. K., 2010. *High-Temperature Superconductors*, First Edition, SpringerVerlag Berlin Heidelberg, 218s.
- Schilling, A., Cantoni, M., Guo, J. D., Ott, H. R., 1993. *Nature* 363, 56 – 58 (06 May 1993).
- Sharma, R.G., 2021. *Superconductivity Basics and Applications to Magnets*, Springer Series in Materials Science, 214.
- Sheahen, T.P., 2002. *Introduction to High-Temperature Superconductivity*. Kluwer Academic Publishers, 580s.
- Sheng, Z.Z., Hermann, A. M., 1987. Bulk superconductivity at 120 K in the Tl–Ca/Ba–Cu–O system, *Appl. Phys. Lett.* 51:1854-1856.

- Sotelo, A., Rasekh, Sh., Constantinescu, G., Amaveda, H., Torres, M.A., Madre, M.A., Diez, J.C., 2014. Effect of Pb doping on the electrical properties of textured Bi-2212 superconductors, *Journal of the European Ceramic Society*, 34:2977-2982.
- Türk, N., 2012. Tungsten katkılı BSCCO süperiletken malzeme üretimi ve üretilen malzemenin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Adana, 110s.
- Türk, N., Gündoğmuş, H., Akyol, M., Yakıncı, Z.D., Ekicibil, A., Özçelik, B., 2013. Effect of Tungsten (W) Substitution on the Physical Properties of Bi-(2223) Superconductors. *J. Supercond Nov Magn.*, 27:711–716
- Vinu, S., Sarun, P.M., Biju, A., Shabna, R., Guruswamy, P., Syamaprasad, U., 2008. The effect of substitution of Eu on the critical current density and flux pinning properties of (Bi, Pb)-2212 superconductor. *Superconductor Science and Technology*, 21(4): 045001-045005.
- Wang, X.L., Liu, H.K., Dou, S.X., Horvat, J. ve Millikon, D., 2001. Superconductivity and flux pinning in Y and heavily Pb codoped Bi-2212 single crystals. *Journal of Applied Physics*, 89:7669.
- Wu, M.K., Ashburn, J.R., Torng, C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z.J., Wang, Y.Q., Chu, C.W., 1987. Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. *Phys. Rev. Lett.* 58:908–910.
- Yazıcı, D., 2010. Tek fazlı BSCCO süperiletken malzeme üretimi ve malzemenin fiziksel özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi, Adana, 156s.
- Zhou, W., Xing, X., Wu, W., Zhao, H., ve Shi, Z., 2016. Second magnetization peak effect, vortex dynamics and flux pinning in 112-type superconductor $\text{Ca}_{0.8}\text{La}_{0.2}\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x\text{As}_2$, *Sci. Rep.* 6:22278.



ÖZGEÇMİŞ

Fatma ARLI, İlkokul, Ortaokul, Lise eğitimimi Antalya’da tamamladıktan sonra, 2012 yılında Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünü kazanıp, 2017 yılında bu bölümden mezun oldu. Karabük Kardemir Demir Çelik Fabrikasında kısa süreliğine olsa mühendis olarak tecrübe edindikten sonra 2019 yılında kendi kurmuş olduğu Steam Eğitim Kurumları Sanayi Dış Ticaret ve Anonim Şirketine Yönetim Kurulu Başkanı olarak çalışmalarını sürdürüp, aynı zamanda fiziğe olan saygı ve ilgisinden dolayı Çukurova Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde yüksek lisansa başladı.

