

T.C.
BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



Bİ TABANLI SÜPERİLETKEN AİLESİNİN KRİSTAL YAPISINA
İTRİYUM KATKISI İLE TERMAL, MEKANİK VE
MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİN DEĞİŞİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TOLGAHAN YILMAZ

TEZ DANIŞMANI

Prof. Dr. GÜRCAN YILDIRIM

İKİNCİ TEZ DANIŞMANI

Dr. Öğr. Üyesi Ali MERCAN

BOLU, OCAK - 2024

KABUL VE ONAY SAYFASI

Tolgahan YILMAZ tarafından hazırlanan **Bİ TABANLI SÜPERİLETKEN AİLESİNİN KRİSTAL YAPISINA İTRİYUM KATKISI İLE TERMAL, MEKANİK VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİN DEĞİŞİMİ** adlı tez çalışması jürimiz tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliği kabul edilmiştir. 24/01/2024

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman
Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

.....

Üye
Prof. Dr. Yahya ALTUNPAK
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi

.....

Üye
Doç. Dr. Ümit ERDEM
Kırıkkale Üniversitesi

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Onayı

Prof. Dr. İbrahim KÜRTÜL

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

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

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

Teze ilişkin Turnitin adlı programında enstitü müdürlüğünce belirlenen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan benzerlik raporuna göre, tezin benzerlik oranı %30'u geçmemektedir.

.....
TOLGAHAN YILMAZ

ÖZET

Bİ TABANLI SÜPERİLETKEN AİLESİNİN KRİSTAL YAPISINA İTRİYUM KATKISI İLE TERMAL, MEKANİK VE MORFOLOJİK ÖZELLİKLERİN DEĞİŞİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TOLGAHAN YILMAZ

BOLU ABANT İZZET BAYSAL ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. GÜRÇAN YILDIRIM)

(İKİNCİ DANIŞMAN: Dr. Öğr. Üyesi Ali MERCAN)

BOLU, OCAK 2023

XI + 61

Standart katı-hal yöntemi ile üretilen $\text{Bi}_{2,0}\text{Sr}_{2,0}\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_{2,0}\text{O}_y$ (Bi-2212) kristal yapısında farklı mol oranlarında itriyum/bizmut yer değiştirmesiyle yeni oluşan matrislerin temel mekanik performans parametrelerinin, dayanıklı tetragonal fazın, yüzey morfoloji görünümünün ve mekanik karakteristik özelliklerindeki değişimler Vickers sertlik (Hv) ve taramalı elektron mikroskop (SEM) ölçümleri ile belirlenmiştir. Enerji-ayırımı X-ray (EDX) spektrometresi sonuçları itriyum iyonlarının sisteme istenildiği stokiometrik oranlarda başarılı bir şekilde katıldığını göstermiştir. Verilere göre, tartışılan tüm özellikler itriyum (Y) katkı oranının $x=0,01$ 'e kadar artması ile iyileşirken bu değer üstünde parametrelerde azalma bulunmuştur. Böylece, Bi-2212 seramik sistemde optimum Y iyonları bulunması durumunda, kristal yapıda yeni kimyasal/iyonik bağların, yüzey bası artık gerilme bölgelerinin ve kafes gerilme alanlarının oluştuğu belirlenmiştir. Yine, optimum Y katkısı Bi-2212 seramik malzemenin tetragonal fazını stabilize ederek kristal örgüdeki çatlak büyüme hızını kontrol altına alır. Böylece, kristal örgüsü $x=0,01$ itriyum katkılı numune uygulanan kuvvete karşı daha az hassasiyet gösterdiğini gösterir. Ek olarak, SEM analizlerinden Bi-2212 genel morfoloji görüntüsü olan istiflenmiş katmanlar daha büyük kristal büyüklükleriyle oluşmuş ve bu katmaların çok daha sağlam bağlantıya ve daha doğru yönelimde olduğu görülmüştür.

ANAHTAR KELİMELER: Bi-2212, Vickers Sertliği, Tetragonal Faz

ABSTRACT

CHANGE OF THERMAL, MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL PROPERTIES WITH YTRIUM ADDITION TO THE CRYSTAL STRUCTURE OF THE BI-BASED SUPERCONDUCTOR PARENTS

MSc THESIS

TOLGAHAN YILMAZ

BOLU ABANT IZZET BAYSAL UNIVERSITY

INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES

DEPARTMENT OF MACHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: PROF. DR. GURCAN YILDIRIM)

(SECOND SUPERVISOR: ASST. PROF. DR. ALI MERCAN)

BOLU, NOVEMBER 2023

XI + 61

In the crystal structure of $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ (Bi-2212) produced by the standard solid-state method, the basic mechanical performance parameters, durable tetragonal phase, surface morphology appearances and mechanical characteristics of the newly formed matrices by substituting yttrium/bismuth at different molar ratios were determined. The changes were determined by Vickers hardness (Hv) and scanning electron microscope (SEM) measurements. Energy-dispersive X-ray (EDX) spectrometry results showed that yttrium ions were successfully added to the system at the desired stoichiometric ratios. According to the data, all the discussed properties improved with the increase of yttrium (Y) doping ratio up to $x = 0.01$, while a decrease was found in the parameters above this value. Thus, it has been determined that if optimum Y ions are present in the Bi-2212 ceramic system, new chemical/ionic bonds, surface compressive residual stress regions and lattice stress fields are formed in the crystal structure. Again, the optimum Y additive stabilizes the tetragonal phase of the Bi-2212 ceramic material and controls the crack growth rate in the crystal lattice. Thus, the crystal lattice $x = 0.01$ indicates that the yttrium-doped sample is less sensitive to the applied force. In addition, from SEM analysis, stacked layers, which are the general morphology image of Bi-2212, were formed with larger crystal sizes and it was observed that these layers had much stronger connections and more accurate orientation.

KEYWORDS: Bi-2212, Vickers Hardness, Tetragonal Phase

İÇİNDEKİLER

Sayfa

KABUL VE ONAY SAYFASI	ivii
ETİK BEYAN.....	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ŞEKİL LİSTESİ.....	viii
TABLO LİSTESİ	ix
KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ	x
TEŞEKKÜR	xi
1. GİRİŞ.....	1
2. DENEYSEL YÖNTEMLER	11
2.1 Materyal Ve Metot.....	11
2.2 Ölçüm Yöntemleri	16
2.2.1 Vickers Sertlik Ölçümü	16
2.2.2 Taramalı Elektron Mikroskop Ölçümleri	18
2.2.3 Enerji-Ayrımlı X-Ray Spektrometre Ölçümleri.....	19
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	21
3.1 SEM Elektron Mikroskopi Ölçüm Sonuçları	21
3.2 Kristalleşme Mekanizması	26
3.3 Enerji-Ayrımlı X-Ray Spektrometresi Araştırmaları	28
3.4 Kristal örgüde Y/Bi Yerdeğiştirmenin Bi-2212 Seramik Materyallerin Mekanik Performans Davranışları Üzerine Etkisi.....	31
3.5 Mikrosertlik ile Uygulanan Test Yüklerine Karşı Direnci	41
3.6 Bi _{2.0-x} Y _x Sr _{2.0} Ca _{1.1} Cu _{2.0} O _y Seramiklerinin Katkı Oranına Bağlı Granülerlik Derecesinin Değişimi	42
3.7 Vickers Mikro-indentasyon Sertlik Testlerinin Teorik Modellerle Analizi.....	44
3.7.1 Bi _{2.0-x} Y _x Sr _{2.0} Ca _{1.1} Cu _{2.0} O _y Seramiklerin Mekanik Karakteristik Özelliklerin Meyer Kanununa (MK) Dayalı İnceleme	454
3.7.2 Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Modeline Göre Bi _{2.0-x} Y _x Sr _{2.0} Ca _{1.1} Cu _{2.0} O _y Seramik Süperiletken Materyallerin Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi	47
3.7.3 Çalışılan Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Hays Kendall (HK) Yaklaşım ile İncelenmesi.....	49
3.7.4 Üretilen Numunelerin Çentik Kaynaklı Çatlak Modele (IIC) Dayalı Mekanik Karakteristiklerinin İnceleme	52
4. SONUÇLAR.....	55
5. KAYNAKLAR.....	57

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Süperiletken olan ve olmayan materyallerin sıcaklıkla direnç değişimi. [10].....	1
Şekil 1.2. Temel süperiletken elementler. [10].....	2
Şekil 1.3. Süper iletkenler için kritik sıcaklıkların (T_c) tarihsel gelişimi. [10]..	3
Şekil 1.4. Meissner etkisi. [11]	4
Şekil 1.5. Uygulanan manyetik Alan altında (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletkenin davranışları; c) I. tip ve d) II. tip materyallerin faz diyagramları. [12]	5
Şekil 1.6. Bi-tabanlı ailenin kristal yapıları a-) Bi-2201, b-) Bi-2212 ve c-) Bi-2223. [17]	6
Şekil 2.1. Precisa XRoyal 205SMDR Model Tartı.....	12
Şekil 2.2. Öğütme Makinesi	12
Şekil 2.3. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik materyal üretiminde kullanılan havan takımı.....	13
Şekil 2.4. Protherm-Model PTF 12/75/200 fırın.....	14
Şekil 2.5. TSEK TUMAS manuel hidrolik pres	15
Şekil 2.6. a) SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı ve b) arayüzü	17
Şekil 2.7. a) Vickers sertlik ölçümlerine ait elmas piramit uç, b) numune yüzeyinde oluşan d_1 ve d_2 girinti köşegen izleri (Nefrow, 2019).....	18
Şekil 2.8. Taramalı elektron mikroskobu.....	19
Şekil 2.9. IXRF System Model 550	20
Şekil 3.1. Tüm numunlerin (a- saf, b- Y-1, c- Y-2, d- Y-3, e- Y-4, f- Y-5 ve g-Y-6 seramik) SEM görüntüleri.....	25
Şekil 3.2. Y katkılı Bi-2212 seramiklerin yerel element bileşimlerinin dağılımları,	30
Şekil 3.3. Saf ve kristal örgüsünde Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik materyallerin Vickers (H_v) sertlik değerlerinin uygulanan girinti test yüküne göre değişmesi.	32
Şekil 3.4. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ numunelerin uygulanan test yükünün doğal logaritması $\ln(F)$ ile çentik boyunun doğal logaritması $\ln(d)$ ile değişim grafiği,	46
Şekil 3.5. Saf ve Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik materyallerin uygulanan çentik test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri	48
Şekil 3.6. Saf ve Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 materyallerin uygulanan çentik test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri	50
Şekil 3.7. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramiklerin mikrosertlik değerleri $\ln(H_v)$ ile girinti test yükleri $\ln(F^{5/3}/d^3)$ eğrilerinin değişimi.....	53

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1. Bazı elementlerin süperiletken geçiş sıcaklıkları. [10]	2
Tablo 3.1. Yerel element bileşimi dağılımları için elektronik X-ışını sonuçları	28
Tablo 3.2. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik materyallerin mekanik performans değerlerinin farklı Y/Bi yer değiştirme ile değişimi	35
Tablo 3.3. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ numunelerin mikrosertlik parametrelerinin uygulanan test yüklerine bağımlılığı	41
Tablo 3.4. Uygulanan test yüklerinde numunelerin gözeneklilik değişimi....	43
Tablo 3.5. Y katkılı Bi-2212 malzemelerin farklı modellerle hesaplanmış mikrosertlik parametreleri	47
Tablo 3.6. Plato limit bölgelerindeki Vickers mikrosertlik parametrelerinin H_{EPD} , H_{HK} ve H_{PSR} 'ye göre hesaplanması.....	49

KISALTMA VE SEMBOLLER LİSTESİ

B	: Kırılma indeksi
Bi-2212	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$
Bi-2201	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Cu}_{1.0}\text{O}_y$
Bi-2223	: $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{2.0}\text{Cu}_{3.0}\text{O}_y$
C₁₁	: Elastik sertlik katsayısı
D	: Süneklik
E	: Elastik modül
EDX	: Enerji-ayırımı X-ray spektrometresi
EPD	: Elastik/Plastik Deformasyon
G	: Sertlik kayma modülü
H_v	: Vickers mikrosertlik
HK	: Hays Kendall
IIC	: Girinti/çentik kaynaklı çatlak
K_{1c}	: Kırılma tokluğu
MPSR	: Modifiye Orantılı Numune Direnci
MY	: Meyer Yasası
PSR	: Orantılı Numune Direnci
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
U_r	: Esneklik modülü, Rezilyans
Y	: Akma dayanımı
Y⁺	: İtriyum

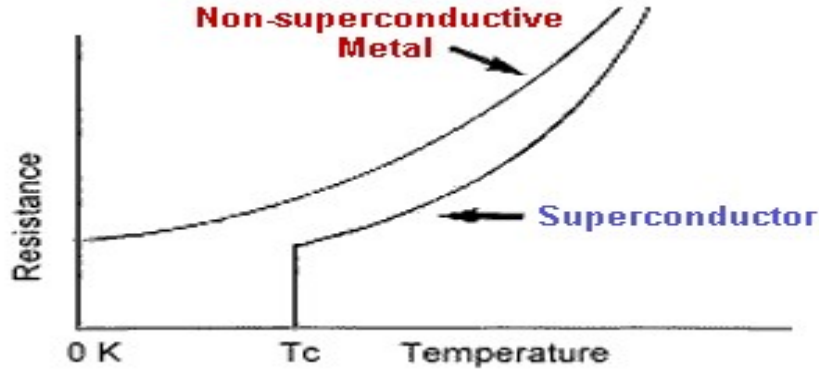
TEŐEKKÜR

Öncelikle tez danışmanın olan kıymetli hocam sayın Prof. Dr. Gürcan YILDIRIM'a tez boyunca bana olan rehberliđi, güveni ve bana verdiği değerli önerileri nedeniyle teşekkür ederim. Ayrıca, eğitimim sürecinde (özellikle de tez yazımı sürecinde) desteklerini benden esirgemeyen annem, eşim ve oğullarıma bana gösterdikleri sabır ve iyi niyetleri için sonsuz teşekkür ederim.

Tolgahan YILMAZ

1. GİRİŞ

Tez kapsamında Bi-2212 seramik malzemesinin kristal örgüsüne itriyum katkılayarak numunelerin karakteristik mekanik, termal ve morfolojik özelliklerin özelliklerinin geliştirilmesi üzerine çalışıldı. Bilindiği üzere Bi-tabanlı seramik materyaller elektrik iletkenliği bakımından belirli sıcaklıklar altında süperiletkenlik davranışı sergiler ve bu üstün özellik bu malzemelerin parçacık hızlandırıcılar, enerji depolama cihazları, levitasyon trenleri, nükleer manyetik rezonans, manyetik rezonans görüntüleme, motorlar, manyetik ayırma, yüksek alanlı daimî mıknatıslar, jeneratörler, manyetik bobin, transformatörler, elektro-optik, akım sınırlama cihazları, büyük ölçekli ve enerjiye dayalı endüstriyel uygulama alanlarında kendilerine kolaylıkla yer bulmalarına yardımcı olmaktadır [1–8]. Bu bağlamda süperiletken materyalleri tarihsel gelişimini bilmek, malzemeyi tanımak adına ve materyallerin kullanım alanlarına yön vermek için gereklidir. Bu bağlamda, süperiletkenlik olgusu, 1911 yılında Onnes tarafından cıva elementinin süperiletkenlik davranışının keşfiyle başlamıştır [9]. Süperiletken materyallerin sıcaklığa karşı direnç değişimi aşağıdaki şekilde (Şekil 1.1) verilmiştir.



Şekil 1.1. Süperiletken olan ve olmayan materyallerin sıcaklıkla direnç değişimi. [10]

Keşfin ardından süperiletken malzemeler, enerji alanı başta olmak üzere ağır sanayi teknolojileri, yenilikçi, ileri mühendislikle ilgili sektörler ve büyük ölçekli gibi birçok alanda önemli bir rol oynamıştır. Bilindiği üzere, süperiletken materyaller I. ve II. tip olmak üzere iki ana sınıfta incelenirler. I. tip süperiletkenler genellikle daha düşük geçiş sıcaklıklarına sahip yumuşak elementlerdir. Bu

kategoriyi oda sıcaklığında bir miktar iletkenlik gösteren metallere ve metaloidlere oluşmaktadır. Tablo 1.1’de bazı elementlerin süperiletken geçiş sıcaklıklarını göstermektedir. Tabloda en yüksek sıcaklık 7,196 K’ile kurşun elementine aittir.

Tablo 1.1. Bazı elementlerin süperiletken geçiş sıcaklıkları. [10]

Lead (Pb)	7.196 K
Lanthanum (La)	4.88 K
Tantalum (Ta)	4.47 K
Mercury (Hg)	4.15 K
Tin (Sn)	3.72 K
Indium (In)	3.41 K
Palladium (Pd)*	3.3 K
Chromium (Cr)*	3 K
Thallium (Tl)	2.38 K
Rhenium (Re)	1.697 K
Protactinium (Pa)	1.40 K
Thorium (Th)	1.38 K
Aluminum (Al)	1.175 K
Gallium (Ga)	1.083 K
Molybdenum (Mo)	0.915 K
Zinc (Zn)	0.85 K
Osmium (Os)	0.66 K
Zirconium (Zr)	0.61 K
Americium (Am)	0.60 K
Cadmium (Cd)	0.517 K
Ruthenium (Ru)	0.49 K
Titanium (Ti)	0.40 K
Uranium (U)	0.20 K
Hafnium (Hf)	0.128 K
Iridium (Ir)	0.1125 K
Beryllium (Be)	0.023 K (SRM 768)
Tungsten (W)	0.0154 K
Platinum (Pt)*	0.0019 K
Lithium (Li)	0.0004 K
Rhodium (Rh)	0.000325 K

Bunun yanı sıra bazı malzemeler yüksek basınç altında süperiletken özellik sergiler. BU kısma en güzel örnek 283 GPa’lık basınç altında skandiyum elementinin geçiş sıcaklığı 31K Tc’e kadar çıkar.

KNOWN SUPERCONDUCTIVE ELEMENTS

■ BLUE = AT AMBIENT PRESSURE
■ GREEN = ONLY UNDER HIGH PRESSURE

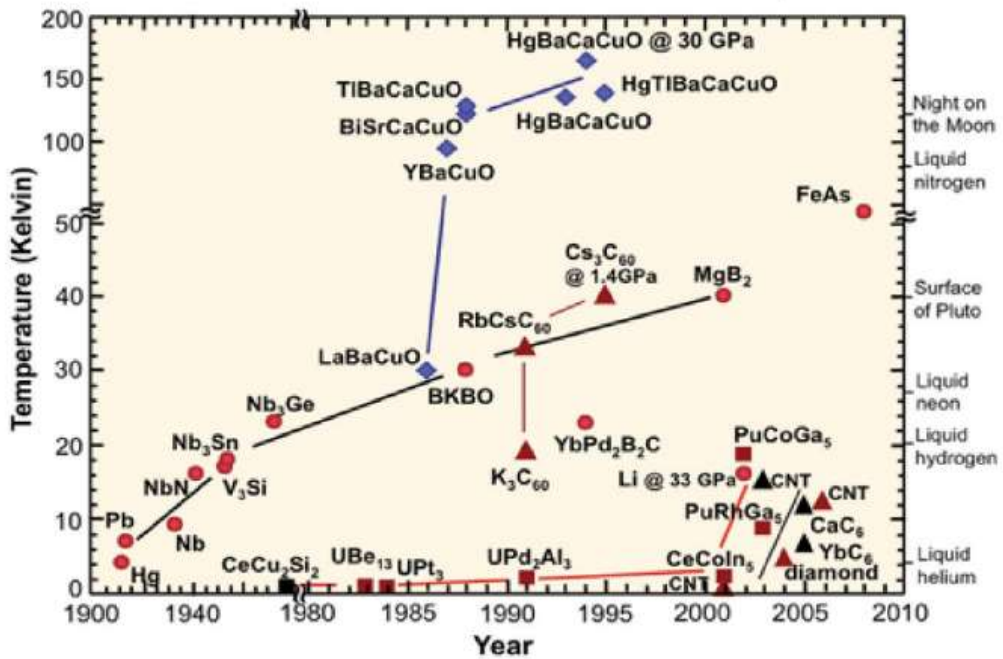
I A																												0																																																	
1	2																	10	11	12																	18	19	20																																						
1	2																	10	11	12																	18	19	20																																						
1	H																	10	Ne	11	Na	12	Mg																	18	Ar	19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr
3	Li	4	Be																	13	Al	14	Si	15	P	16	S	17	Cl	18	Ar	19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr										
5	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr	41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru	45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd	49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te	53	I	54	Xe																																										
6	Cs	56	Ba	57	*La	72	Hf	73	Ta	74	W	75	Re	76	Os	77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg	81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po	85	At	86	Rn																																										
7	Fr	88	Ra	89	+Ac	104	Rf	105	Ha	106	106	107	108	109	110	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112	111	112																																										

SUPERCONDUCTORS.ORG

* Lanthanide Series	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71
	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
+ Actinide Series	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103
	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

Şekil 1.2. Temel süperiletken elementler. [10]

Şekil 1.2’de temel süperiletken elementleri içeren elementleri göstermektedir. Tablodaki yeşil olarak gösterilen elementler normal şartlar altında üstün iletken özellik gösterirken, mavi ile gösterilen elementler yüksek basınç altında süperiletken özellik sergilerler. Ayrıca, Niobyum, Teknesyum ve Vanadyum elementleri de teknik olarak II. tip süperiletken materyaller arasında sayılmaktadır. Ayrıca, bu 3 elementin dışında metalik bileşikler ve alaşımlar bu tip altındaki süperiletkenlerdir. Bu materyallerin kritik sıcaklıkların (T_c) tarihsel gelişimi Şekil 1.3’te detaylı olarak verilmiştir.

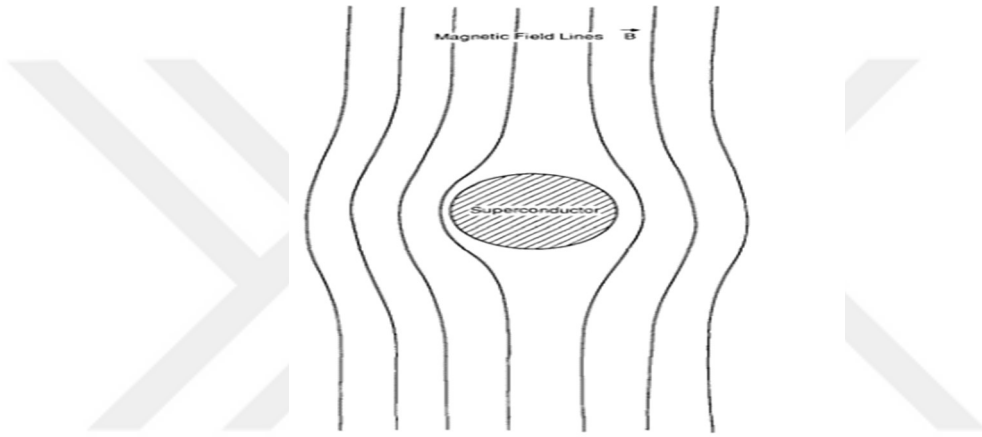


Şekil 1.3. Süper iletkenler için kritik sıcaklıkların (T_c) tarihsel gelişimi. [10]

Bilindiği üzere, II. tip süperiletkenler ise bazı üstün avantajlara sahip oldukları için özellikle teknoloji alanında daha fazla kullanım alanı bulmuşlardır. Ayrıca, bu tür malzemelerin yüksek manyetik alanlara karşı gösterdiği direnç, bilim insanlarını bu malzemeler üzerinde daha fazla çalışmaya teşvik etmiştir. 1980'lerin ortalarında, bilim insanları II. tip yüksek sıcaklık süperiletken seramik perovskitler (her 3 oksijen atomun başına 2 metal atomu düşen metal oksit malzemeler) ailesinden 92 K sıcaklıkta geçiş gösteren (Re)BCO sistemlerini keşfetmişlerdir. 77 K (Kelvin) sıcaklık değerinin üzerinde, süperiletken malzemelerin keşfiyle soğutma işlemi 10 kat daha ekonomik hale gelmiştir. Bu keşfin ardından bilim

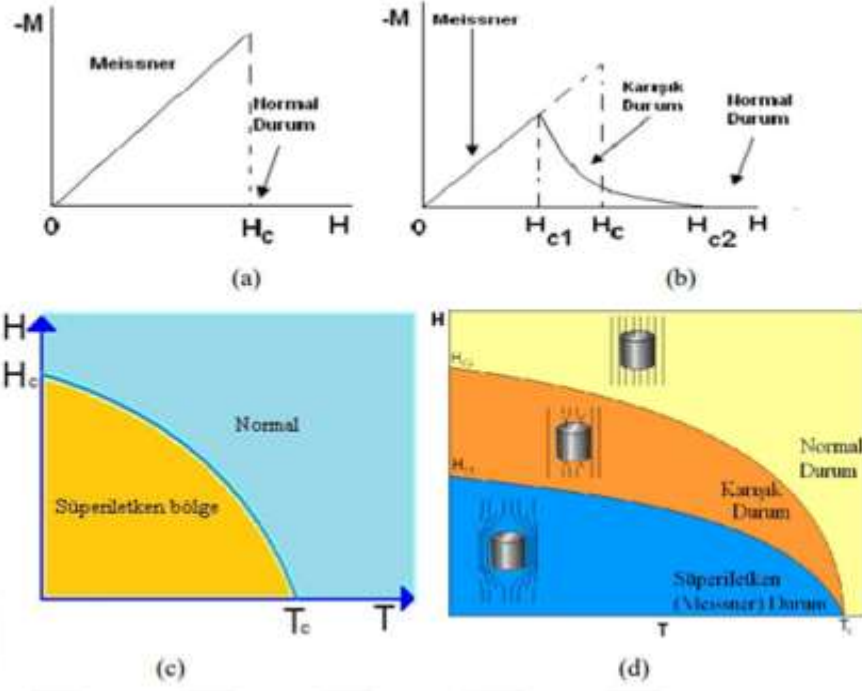
insanları bu tip malzemeler üstüne çalışıp geçiş sıcaklıklarını arttırmaya çalışmışlardır. Günümüzde stokiometrik olarak (doğrudan karıştırılarak) üretilen materyalin ortam koşul basıncında ulaşılan en yüksek kritik geçiş sıcaklığı değeri 147 K'dir.

Ayrıca, I. Ve II. Tip arasında uygulanan manyetik alana karşı gösterilen davranışlar arasında da fark vardır. Bilindiği üzere, süperiletken materyaller üzerine manyetik alan uygulanması durumunda materyaller manyetik alanları belli bir alan değere kadar dışlarlar. Bu etki Meissner etkisi olarak adlandırılmaktadır (Şekil 1.4).



Şekil 1.4. Meissner etkisi. [11]

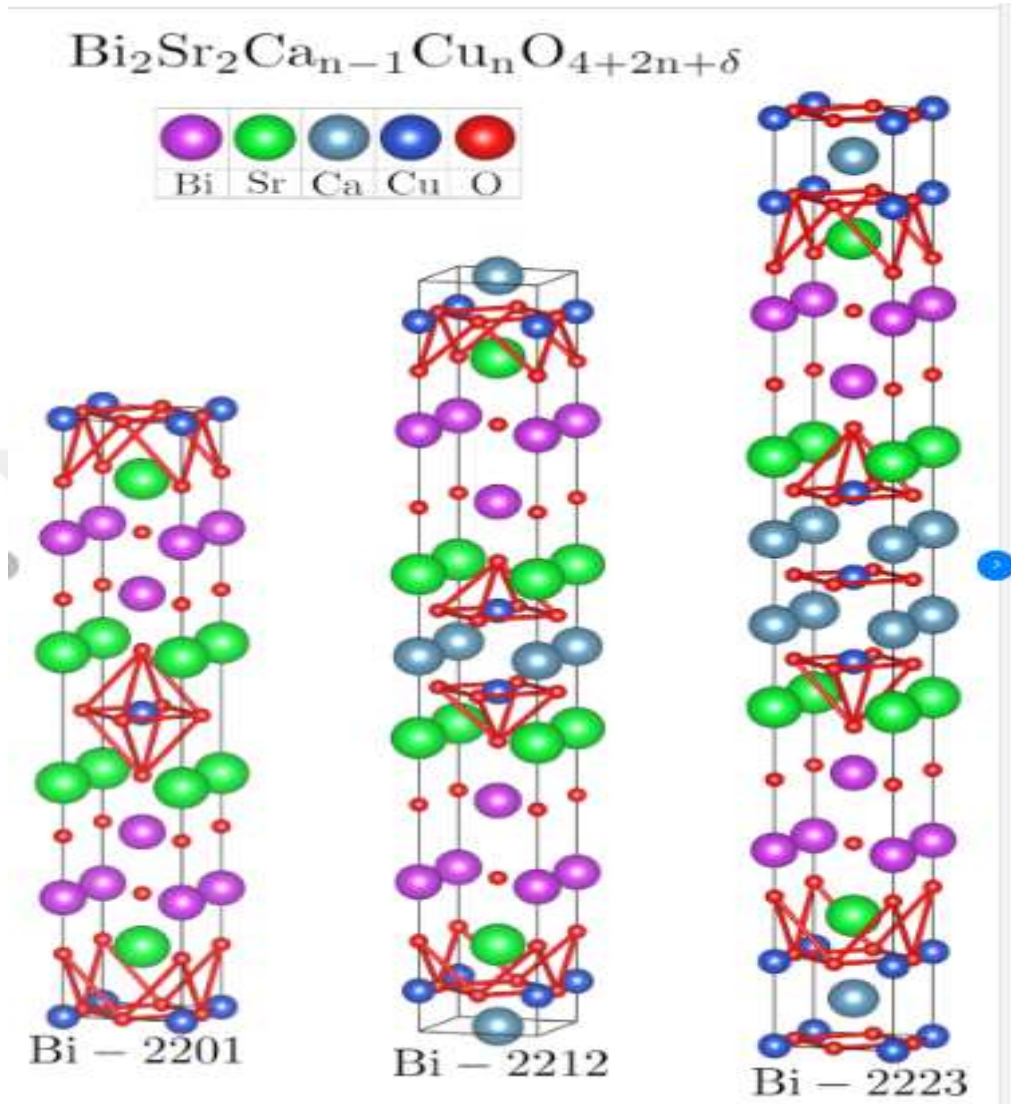
Ancak I. tipler uygulanan manyetik alanı kritik bir yere kadar dışlarken kritik alan değeri üstünde manyetik alan numune içinden girer ve materyal artık süperiletkenlik özelliği sergilemez. Bunun yanı sıra II. tip süperiletken materyaller belli bir alan değerine kadar manyetik alanı tamamen dışlarken bu kritik değer üzerinde uygulanan manyetik alan numune içine vorteksler şeklinde geçmeye başlar ve artık malzeme karışık hal durumundadır. Şekil 1.5'te bu durum detaylı olarak gösterilmektedir.



Şekil 1.5. Uygulanan manyetik Alan altında (a) I. tip ve (b) II. tip süperiletkenin davranışları; c) I. tip ve d) II. tip materyallerin faz diyagramları. [12]

Bu kupa grubu malzemelerin üzerine yapılan çalışmalar sonrasında keşfedilen Bi-tabanlı malzemeler endüstriyel uygulamalarında tercih edilmeye başlamıştır. Bu malzemelerin çeşitli uygulama alanları arasında manyetik bobinler, manyetik ayırma sistemleri, kablo ve şerit üretimi, kalıcı mıknatıslar, nükleer manyetik rezonans, manyetik rezonans görüntüleme, parçacık hızlandırıcılar, nükleer füzyon, enerji depolama cihazları, motorlar ve jeneratörler, manyetik levitasyon trenleri, transformatörler ve akım sınırlama cihazları bulunmaktadır [13]. Bi-tabanlı malzemeler, kimyasal bileşenlerine veya birim hücrelerindeki Cu-O₂ tabaka sayısına göre farklı üç süperiletken faz içerirler. Bu fazlar, süperiletkenlerin geçiş sıcaklıkları açısından Bi-2201 (çok düşük faz) için 20 K, Bi-2212 (düşük faz) için 85 K ve Bi-2223 (yüksek faz) için 110 K olarak belirtilmektedir [14, 15]. Her bir numunenin kristal yapıları Şekil 1.6'da verilmiştir. Şekilde verilen kristal örgüde mor renkli atom bizmut atomunu, yeşil renk stronsiyum atomunu, açık mavi kalsiyum atomunu, mavi renk bakır atomunu ve kırmızı renk ise oksijen atomunu göstermektedir. Kristal örgüde artan bakır ve

kalsiyum atom sayısı ile süperiletken materyalin kritik geçiş sıcaklığı artmaktadır [16].



Şekil 1.6. Bi-tabanlı ailenin kristal yapıları a-) Bi-2201, b-) Bi-2212 ve c-) Bi-2223. [17]

Bu ailenin üyeleri arasında, Bi-2212 olarak adlandırılan "düşük faz," morfoloji ve yapısal özellikleri, yük taşıma kapasitesi, elektriksel özellikleri ve süperiletkenlik özelliği açısından diğer iki faza göre daha üstün özelliklere sahiptir [18-20]. Ancak, bu tip seramik malzemelerin tabakalı yapısı yüzünden yüksek kırılma davranışı sergilerler. Ayrıca, II. tip seramiklerin büyük boşluklu, tabakalı kristal yapıları, anizotropik doğaları, kristal yapıda çok fazlı bileşimleri, yük taşıyıcı yoğunluğu sorunu, küçük uyum uzunluğu, taneler arası büyük sınır bölgeleri ve zayıf etkileşimleri, bitişik katmanlar arasında bağlantı problemleri,

büyük tanecikli yapısı, büyük nüfuz derinliği, hareketli taşıyıcıların karakteristiği, mekanik stabilizasyonu, gevrekliği, mikrokristal yönelim sorunları ve yapısal bozukluklar gibi özellikleri, bu malzemelerin günümüz teknolojisi, endüstri, mühendislik ve sürdürülebilir enerji alanında kullanımını kısıtlayan faktörler arasında yer almaktadır [21-24]. Bu olumsuz özellikler seramik materyallerin mühendislik, büyük ölçekli, enerjiye dayalı endüstriyel uygulama alanlarında ve hizmet sektöründeki uygulanmasını zorlaştırmaktadır [24]. Bunun yanı sıra, bu sorunların (özellikle kırılma özelliklerinin iyileştirilmesi veya mukavemetinin göreceli olarak artırılması) çözülmesi, II. tip süperiletken kuprat malzemelerinin daha çok uygulama alanlarında daha etkili bir şekilde kullanılmasının önünü açacaktır. Yukarıdaki bahsedilen temel problemler materyallerin uygun hazırlama yöntemleriyle (kristal örgüye anyon/kasyon katkılama mekanizması, metalik arayüzey, kristal yapıdaki kasyon veya anyonların ikamesi, geçiş bağlamda metalik iyonların kristal yapıya katılanması veya örgüdeki iyonlarla yer değiştirmesi gibi) üstesinden gelinebilir. Bu bağlamda, uygun prosedürle üretilen seramik matrisin kristal yapısında problemlerinin, çatlak başlatıcı kusurların ve geri kazanılamayan gerilim yoğunlaşma bölgelerinin azalmasına bağlı olarak kristallik kalitesini ve taneler arasındaki bağlantıyı geliştirmeyi sağlar [25-30]. İşte tam da bu yüzden, uygun üretim yöntemi ile hazırlanan seramik malzemelerin kristal yapı kalitesi, akı çivileme, iletkenlik, termodinamik, yüzey morfoloji ve taneler arası bağlantılar gibi genel karakteristik özelliklerinin iyileştirilmesi ile bu materyaller uygulama alanlarında kendilerine daha çok yer bulurlar. Son yıllarda özellikle temel matris kasyon veya anyonların ikame şeklinde temel özelliklerin iyileştirilmeye çalışılması hedeflenmektedir.

Yapılan bilimsel araştırmalar, kuprat ailesinin elektriksel, termal, termodinamik, kristal yapı kalitesi, tanecikler arası bağlantılar, akı çivileme, yüzey morfolojisi ve süperiletken özelliklerinde artış gözlemlemiştir. Ancak aynı araştırmalar, elastik modül, rijitlik, kırılma dayanıklılığı, akma mukavemeti, kırılma endeksi, eğilme dayanımı ve elastik sertlik katsayısı gibi mekanik performans ve karakterizasyon alanlarında büyük bir ilerleme kaydedilmediğini ortaya koymuştur. Ancak birçok çalışmada seramik süperiletken malzemelerin elektrik ve süperiletken özelliklerine ciddi zararlar vermekle kalmamış, aynı zamanda kırılma dayanımlarını artırmış ve malzemeleri daha hassas hale geldiği görülmüştür. Başka bir deyişle, üzerine uygulanan kuvvete karşı gösterdiği

dayanıklılığın azalmasına ve malzemenin deformasyona uğramasına yol açmıştır. Özellikle seramik malzemelerde, üretim süreçlerinden kaynaklanan iç hataların varlığı ve tane sınırlarındaki dislokasyonların hızla artmasının önemli faktörler olduğu görülmüştür. Bi-tabanlı süperiletkenlerin sert, kırılmalı bir yapıya sahip olmalarına rağmen yüksek kırılma mukavemeti, kristal yapısındaki birçok tane tarafından sağlanır. Bunun nedeni, malzemenin kristal yapısında bir dizi aktif kayma sisteminin bulunmasıdır. Bu sistemler, herhangi bir uygulanan kuvvet altında birden fazla düzlem ailesinde kaymayı mümkün kılar ve böylece malzemenin dayanıklılığını önemli ölçüde artırır. Bu nedenle, malzemelerin doğru şekilde hazırlanması ve kristal yapısına katkı maddeleri eklenmesi, malzemenin uygulanan kuvvete karşı dayanıklılığını önemli ölçüde artırabilir. Bu şekilde, temel kristal yapının içindeki dislokasyonları harekete geçirmek için gereken gerilme artar. Bunun neticesinde, doğru seviyede katkı maddeleri eklenmesi, dislokasyonların tanecik sınırlarını aşmasını engellerken aynı zamanda dislokasyonların tanecik sınırlarına birikmesini sağlar ve kristal yapının içinde oluşan gerilme birikimini azaltır. Bu bağlamda bu çalışmada Bi-tabanlı seramik süperiletken ailesinden olan Bi-2212 fazlı materyallerin teknoloji uygulama alanında kendine daha fazla bulması için temel mekanik dayanım özelliklerin (mekanik mukavemet, sertlik, esneklik, dayanıklılık, mikrosertlik, elastisite/kayma modülü, kritik stres, süneklik, sertlik, kırılma tokluğu, Young modülü, kırılmalılık indeksi, çatlak ilerlemesine karşı direnç, dayanıklı tetragonal faz, mekanik verim ve çekme/akma/eğilme/kırılma mukavemetleri) iyileştirilmesi gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca üretilen numunelerin, kristal örgüde itriyum iyonları varlığında mekanik karakteristik (tersinir/tersinir olmayan deformasyon) davranış özelliklerin nasıl değiştiği de belirlenmiştir. Yine son olarak, Bi-2212 materyalinin örgüde itriyum atomları varlığı ile yüzey morfolojisindeki (homojen yüzey görünümü, parçacık büyüklük dağılımları, mikrokristal birleşme yönelimleri, kısmi erime bölgeleri, dislokasyonları/çatlakları, katmanlı yapı görünümü, içyapı bozuklukları-kusurları/boşlukları, tane hizalama dağılımları, mikro gözenekleri ve tane sınırları birleşme-bağlantılarında) değişimler detaylı olarak incelenmiştir. Keza, bu güncel konu üzerinde (Bi-2112 seramik materyallerin özellikle mekanik performans özelliklerini iyileştirme üzerine) dünya çapında birçok bilimsel grup tarafından hala kristal örgüye anyon/katyon katkılama, yer değiştirme ve metal difüzyonu da olmakla birlikte birçok çalışma yapılmıştır.

Bu tez kapsamında, Bi-tabanlı seramik malzemenin temel matrisine farklı mol oranlarda (0, 0,005, 0,01; 0,02, 0,04, 0,08 ve 0,12) itriyum atomları ikame edilerek Y/Bi deęişimli $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ malzemeleri incelenmiştir. Bu çalışmada, numunelerin iç kusurları, tane sınırı bağlama problemleri, mikro kristal birleşme oryantasyonları, gözeneklilik ve parçacık büyüme dağılımları, mikroskobik yapısal sorunları, kısmi erime yüzeyleri, mikro boşluklar, iç kusurların deęişimi, çatlaklar, yüzey morfolojisi ve kristal kaliteleri ile tane hizalama dağılımları, tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri kullanılarak analiz edilmiştir. Ayrıca oluşan malzemenin teknoloji, endüstri ve mühendislik çalışmalarında kullanılabilirliği mikrosertlik (Vickers sertlik) ölçümleriyle araştırılmıştır. Deneysel bulguların yardımıyla Y iyonlarının Bi-tabanlı malzemelerin mekanik performanslarına (mekanik mukavemet, sertlik, esneklik, dayanıklılık, mikrosertlik, elastisite/kayma modülü, süneklik, kritik stres, süneklik, sertlik, kırılma tokluğu, Young modülü, kırılma indeksi, çatlak ilerlemesine karşı direnç, dayanıklı tetragonal faz, mekanik verim ve çekme/akma/esneme/eğilme/kırılma mukavemetleri) ve mekanik karakteristiklerine (çentik boyut etkisi, ISE ve ters çentik boyut etkisi, RISE) etkileri deneysel çalışmalarla tespit edilip yarı-deneysel yöntemlerle incelenmiştir. Tüm sonuçlar ele alındığında, kristal örgüde bizmut atomlarının itriyum atomlarıyla deęiştirildięi $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ malzemelerin kristal yapılarında yeni aktif kayma sistemleri oluşmuştur. Böylece, yeni matrislerin mekanik performans davranışları arasındaki temel ilişkilerin kurulması, mikrosertlik bulguları arasındaki ilişkinin geliştirilmesi, uygulanan test yüklerinin, ikame mekanizmasının kritik çatlak yayılma hızı üzerindeki etkisi ve elastikiyete dayalı gözeneklilik parametrelerinin araştırılması gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca, optimum düzeyde Y/Bi yer deęiştirmesinin Bi-2212 kristal sisteminin çekirdeklenme mekanizmasının ve kristalleşme aktivasyon enerjisinin deęişmesine neden olduęu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak, süperiletken malzemesine itriyum ikamesi optimum seviyede iken ($x=0,01$), kristal örgüdeki itriyum iyonları çekirdeklenme kinetiğine etki eden aktivasyon enerjisini ciddi bir oranda düşürüp, kristal örgüdeki safsızlık fazların çekirdeklenme sıcaklığını daha yüksek değerlere taşımış ve bunun neticesinde yeni oluşan sistemdeki Bi-2212 temel faz oluşumunu desteklemiştir. Böylece, Bi-2212 sistemindeki optimum

itriyum ikamesi çekirdeklenmeyi ve kristal büyümesini yavaşlatmış olup çekirdeklenme hızını önemli ölçüde arttırmıştır.

Bu bağlamda bu tez çalışmasında üretilen materyallerin kristal yapısında Y/Bi yer değiştirmesinin Bi-2212 malzemelerin yüzey morfoloji değişimleri, kristalleşme mekanizması, genel mekanik performans ve mekanik karakteristik özelliklerine etkileri detaylı biçimde irdelenmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre, Y/Bi yer değiştirme oranının belli bir değere kadar ($x=0,01$) yeni üretilen malzemenin temel performans özelliklerinin ciddi oranda artmasına yardımcı olduğu tespit edilmiştir. Benzer olarak, Bi-2212 seramik malzemesinin karakteristik mekanik davranışları incelendiğinde, bu çalışma kapsamında üretilen tüm numunelerin tipik çentik boyut etkisi (ISE) davranışı gösterdiği (malzeme üzerine uygulanan kuvvetin artması ile sertlik değerinde düşme) ve optimum Y/Bi yer değiştirme durumunda ($x=0,01$) Bi-2212 materyalinin ISE karakteristiğinde ciddi bir iyileşme olduğu saptanmıştır. Deneylelerden elde edilen tüm bu mekanik değişimler ayrıca literatürde var olan farklı yarı-deneysel mekanik yaklaşım yöntemleri ile modellenmesi yapıp bilimsel açıdan yorumlanmıştır. Sonuç olarak, bu çalışma kapsamında elde edilen yeni bilimsel bulgular ışında literatüre esaslı bir katkı sağlaması amaçlanmıştır.

2. DENEYSEL YÖNTEMLER

2.1 Materyal Ve Metot

Tez kapsamında üretilecek olan seramik malzemelerin üretiminde kullanılacak olan yüksek saflıktaki kimyasal tozlar ($BaCO_3$, Bi_2O_3 , $SrCO_3$, $CaCO_3$, Y_2O_3 ve CuO) Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Bi-tabanlı süperiletken malzemenin standart katı-hal reaksiyon yöntemi ile üretimi gerçekleştirilmiştir. Bilindiği üzere II. tip seramik süperiletken materyal üretimi için literatürde farklı üretim metotları vardır. Bu üretim teknikleri arasında tüp içi toz, mikro emülsiyon temelli, ıslak, spreycaplama, çözelti-jel, ardışık-çökeltme, klasik sol-jel, cam seramik, polyethylenimine, daldırma, eritme-döküm, birlikte çöktürme ve klasik katı-hal tepkime gibi klasik yöntemler kullanılır [31-35]. Klasik katı-hal tepkime üretim yönteminin güvenilirlik, düşük maliyet, basitlik, yeniden üretilebilme kolaylığı (boyut, şekil ve kalite üzerinde hassas kontrol) ve istenen stokiometrik oranda büyük ölçekli üretim yapabilme gibi bazı temel avantajlar yüzünden tercih edilmesi doğaldır. Yine bu klasik katı-hal tepkime üretim yöntemi yüksek saflıkta ve yüksek kristal yapıda kaliteli malzemelerin üretimine de olanak sağlar. Bu tez çalışmasında klasik katı-hal tepkime metodunun üstünlükleri yüzünden Y/Bi değişimli $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ ($0,00 \leq x \leq 0,12$) materyaller üretiminde bu yöntem kullanılmıştır. Bu çalışmada stokiometrik oranda hazırlanan $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramikler, saf ve Y/Bi (0, 0.005, 0.01, 0.02, 0.04, 0.08 ve 0.12) değiştirme oranlarına göre sırasıyla saf (ya da katkısız), Y-1, Y-2, Y-3, Y-4, Y-5 ve Y-6 olarak adlandırılmıştır. Bu bağlamda tezin ilerleyen kısımlarında bu kısaltmalar kullanılacaktır. Yüksek saflıkta kimyasallar öncelikle istenilen stokiometrik oranlarda tartılmış (Şekil 2.1) ve daha homojen bir karışım elde etmek amacıyla 6 saat boyunca öğütücüde karıştırılmıştır (Şekil 2.2).



Şekil 2.1. Precisa XRoyal 205SMDR Model Tartı



Şekil 2.2. Öğütme Makinesi

Homojen karışım seramik havana koyularak 30 dakika boyunca bir tokmak yardımı ile istenilen boyutlara kadar küçültmek, karışımı homojenleştirmek ve

parçacıklar arasında etkileşim temas yüzeyinin artması (bağ yapma kapasitesinin artırılması) amacı ile öğütüldü (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik materyal üretiminde kullanılan havan takımı

Karışım prosesi ardından, öğütülen karışık tozlar kül fırınında 800 °C sıcaklıkta 24 saat boyunca 5 °C/dk ısınma ve soğuma hızıyla ön ısıl işleme (kalsinasyona maruz bırakılmıştır) tabi tutulmuştur (Şekil 2.4). Var olan bilimsel yayınlar detaylı bir şekilde incelendiğinde Bi-2212 seramikler için kalsinasyon işlemi için en ideal sıcaklık değeri 800 °C iken ısıl işlem süre için optimum değer 24 saat olmasından dolayıdır [36].



Şekil 2.4. Protherm-Model PTF 12/75/200 fırın

Daha sonra kalsinasyon fırından çıkarılan tozlar, $1.5 \times 0.5 \times 0.2 \text{ cm}^3$ boyutlu dikdörtgen prizma şeklindeki kalıplarla şekillendirilerek katı formuna getirilmiştir. Presleme işleminde kullanılan hidrolik pres Şekil 2.5’te verilmiştir.



Şekil 2.5. TSEK TUMAS manuel hidrolik pres

Benzer olarak, yine literatürde de belirtildiği üzere optimum süperiletken fazın yakalanabilmesi için kristal örgüde Y/Bi değiştirilmiş $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ preslenmiş materyaller en ideal tavlama ortamı olan $840^{\circ}C$ 'de 24 saat boyunca tavlandı.

Üretilen tüm numunelerin temel mekanik performans özelliklerindeki değişim 0,245 N ile 2,940 N test yükü altında standart Vickers mikrosertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kuvvete karşı numune yüzeyinde oluşan çentik köşegen boy uzunluğuna bağlı numunelerin mikrosertlik değerleri belirlenmiştir. Her uygulanan kuvvete karşı belirlenen Vickers mikrosertlik değerleri bir grafikte toplanıp, üretilen numunelerde kristal örgüde itriyum iyonları varlığı ile sertlik değerleri değişimi tartışılmıştır. Daha sonra literatürde var olan hesaplama yöntemleri ile numunelerin temel örgüsünde itriyum iyonları varken Bi-2212 sistemin temel mekanik performanslarının nasıl değiştiği (detaylar bir alt bölümde detaylı olarak) tartışılmıştır. Ayrıca elde edilen grafikler yardımı ile saf ve yeni üretilen kristal örgüsünde Y iyonları var olan materyallerin genel mekanik karakteristik özellikleri tartışılmıştır.



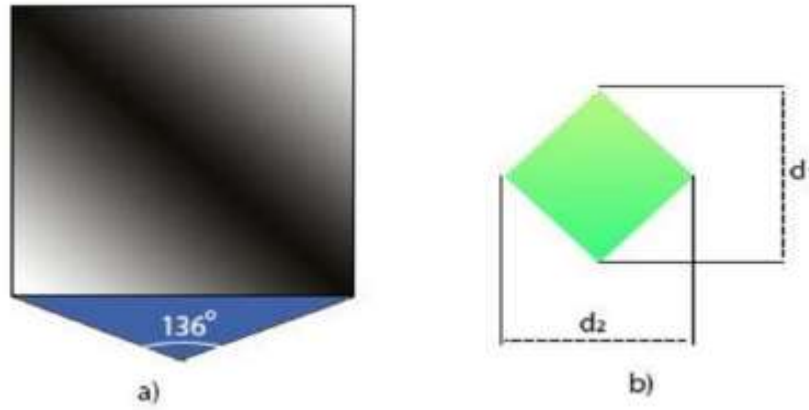
Şekil 2.6. a) SHIMADZU HVM-2 model dijital mikrosertlik cihazı ve b) arayüzü

Her yük için elde edilen çentik köşegen boy uzunluğu ile $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik örneklerinin Vickers mikrosertlik değerleri aşağıda verilen formül ile bulunmuştur.

$$H_v = 1854.4F/d^2 \quad (4)$$

Yukarıda formülde, d ile gösterilen değer numune yüzeyinde oluşan 2 girinti köşegen uzunluğunun ortalamasıdır ve aşağıdaki denklemlerle bulunur. d_1 ve d_2 'ye ait görsel Şekil 2.7'de verilmiştir

$$d_{\text{ortalama}} = (d_1 + d_2)/2 \quad (5)$$



Şekil 2.7. a) Vickers sertlik ölçümlerine ait elmas piramit uç, b) numune yüzeyinde oluşan d_1 ve d_2 girinti köşegen izleri (Nefrow, 2019)

Denklem 4'te gösterilen F , numune yüzeyine uygulanan çentik yükü gösterir. Dolayısı ile elde edilen mikrosertlik değerlerinden literatürde var olan formüller yardımıyla Y/Bi yer değiştirme mekanizması ile Bi-2212 kristal yapısının Young's modül (E), akma dayanımı (Y), sertlik kayma modülü (G), esneklik (U_r) kırılma indeksi (B), elastik sertlik katsayısı (C_{11}), kırılma tokluğu (KIC) ve süneklik (D) değerleri belirlendi. Elde edilen tüm bulgular ile malzemelerin mekanik mukavemet, çatlak ilerlemesine karşı direnç, kritik stres, çatlak yönelimi/geometrisi, yüzey bası artırı gerilme bölgeleri yorulma karşı direnç, stres konsantrasyonu bölge değişimi, yapısal sorunlar, kayma sistemler, granülasyon derecesi, yüke bağlı hassasiyet, yeni bağ oluşumları, çatlak büyümesi, çatlak ilerlemesi kontrol mekanizması, elastik yapısında iyileşme/kötüleşme, dayanıklı tetragonal faz stabilizasyonu veya stres kaynaklı faz dönüşümünün Y/Bi yer değiştirme mekanizması ile detaylı bir şekilde incelemesi sağlandı. Ayrıca, çentik boyut etkisi ve ters çentik boyut etkisi gibi mekanik davranışları da ayrıntılı bir şekilde incelemiştir.

2.2.2 Taramalı Elektron Mikroskop Ölçümleri

Saf ve kristal örgüde Y/Bi ile değiştirilmiş Bi-2212 seramiklerin yüzey morfolojilerine ait görüntüler, 20 kV hızlandırıcı gerilim kullanılarak ikincil elektron görüntüsü (SEI) modunda, 30000X büyütme ile taramalı elektron mikroskobu (FEI Quanta FE-SEM) fotomikrografları çekilmiştir (Şekil 2.8).



Şekil 2.8. Taramalı elektron mikroskobu

Elde edilen yüzey morfolojisi sonuçları ile kristal örgüde Y/Bi deęiminin Bi-2212 karistallenme kalitesine ve yüzey morfolojisine etkisi detaylı olarak incelenmiştir. Çekilen fotoęraflardan, itriyum ile Bi-2212 yapısının homojen yüzey görünümü, parçacık büyüklük daęılımları, düzgün yüzey görünümleri, mikrokristal birleşme yönelimleri, kısmi erime bölgeleri, parçacık büyüme durumları, tane yönelim, dislokasyonları/çatlakları, katmanlı yapı görünümü, içyapı bozuklukları-kusurları/boşlukları, mikro gözenekleri ve tane sınırları birleşme-baęlantılarındaki deęişimler kapsamlı bir şekilde analiz edilmiştir. Buna ek olarak, SEM görüntüleri, Vickers sertlik sonuçları ve literatürde var olan bilgiler yardımı ile itriyum atomlarının numunelerin kristalleşme mekanizmasına, reaksiyon kinetiğine, aktivasyon enerjisine ve termodinamik stabilitesine etkisi detaylı olarak çalışıldı.

2.2.3 Enerji-Ayrımlı X-Ray Spektrometre Ölçümleri

Çalışmada numunelerin Enerji-ayrımlı X-ray (EDX) spektrometre (Şekil 2.9) yardımı ile üretilen $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ nmalzemelerin istenilen stokiyometrilere üretilip üretilmedięi, kristal örgüde Y/Bi deęişiminin başarıyla gerçekleşip gerçekleşmedięi, itriyum atomlarının kristal sistem boyunca homojen

dağılıp dağılmadıkları incelendi. Bu bağlamda yüzeyden alınan sinyaller doğrultusunda saf ve itriyum katkılı numunelerin kristal yapılarında Bi, Pr, Sr, Co, Ca, Cu ve O element bileşimlerinin numune yüzeyindeki dağılımı Oxford X-ışını mikro probu ve IXRF System Model 550'i analizörü ile belirlenmiştir.



Şekil 2.9. IXRF System Model 550

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

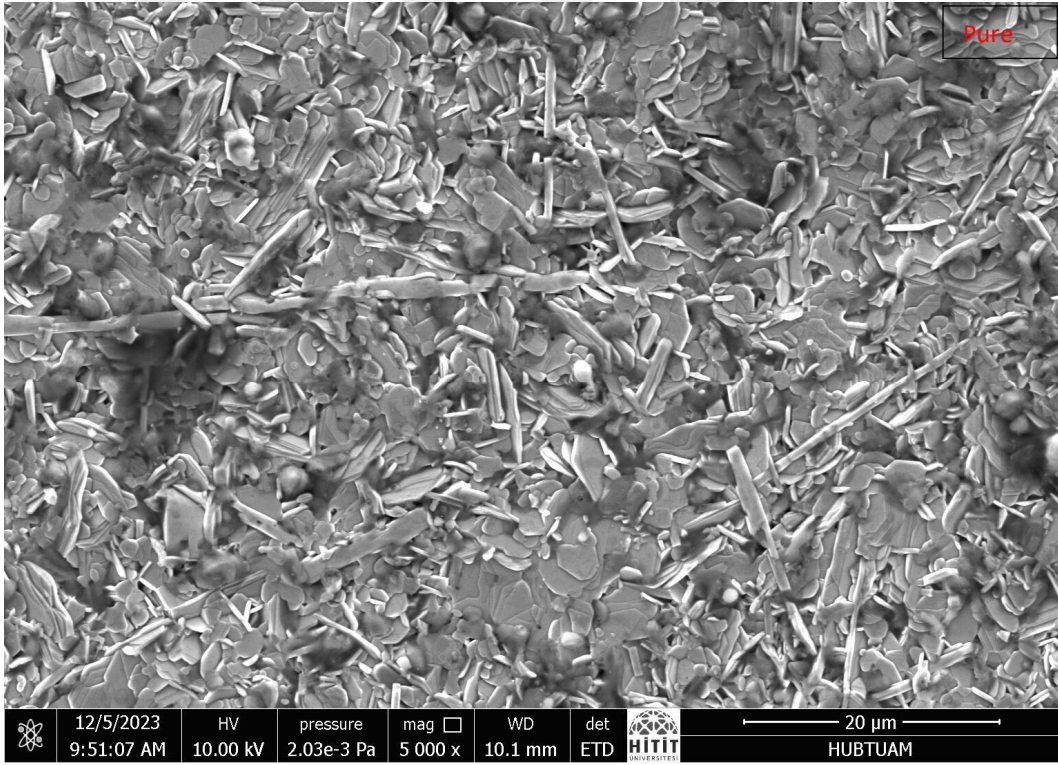
Kristal örgüde Y/Bi değişiminin Bi-2212 materyallerin genel karakteristik özelliklerine etkileri aşağıda farklı başlıklar altında çalışılmıştır.

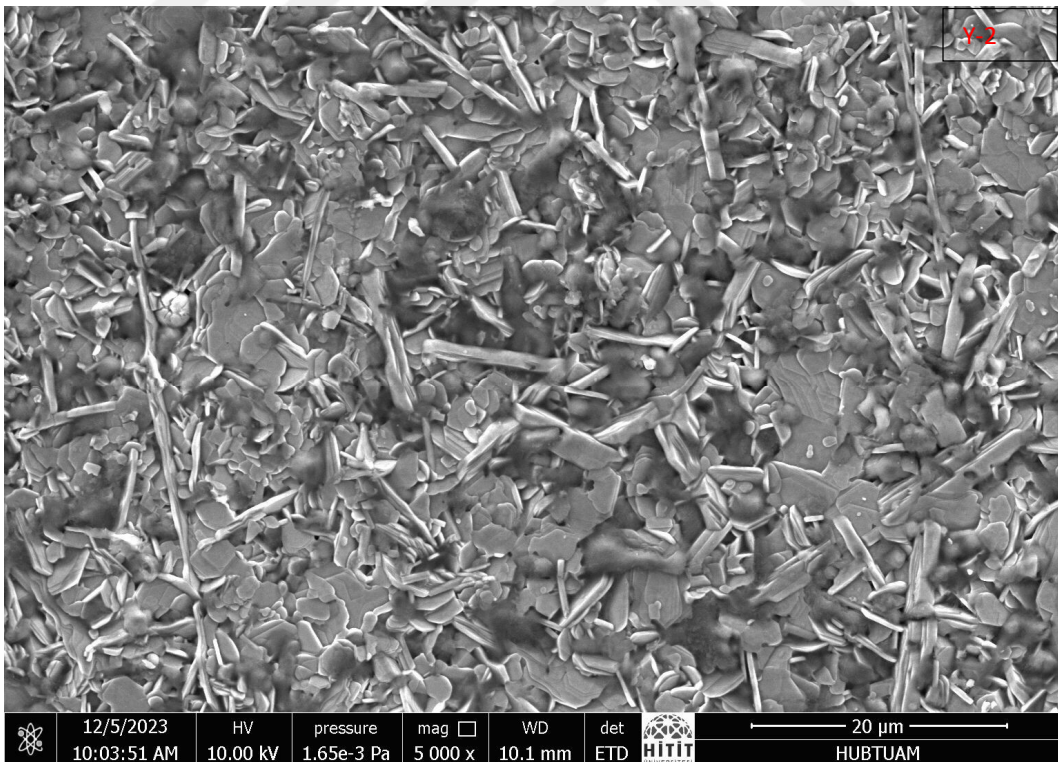
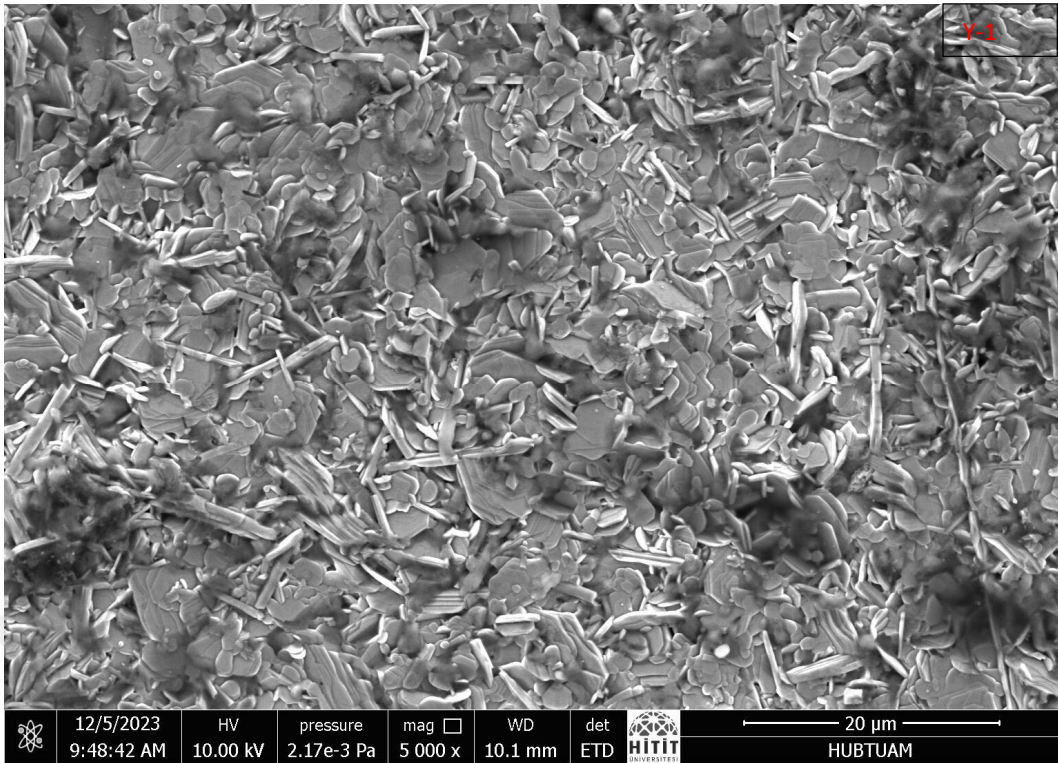
3.1 SEM Elektron Mikroskopi Ölçüm Sonuçları

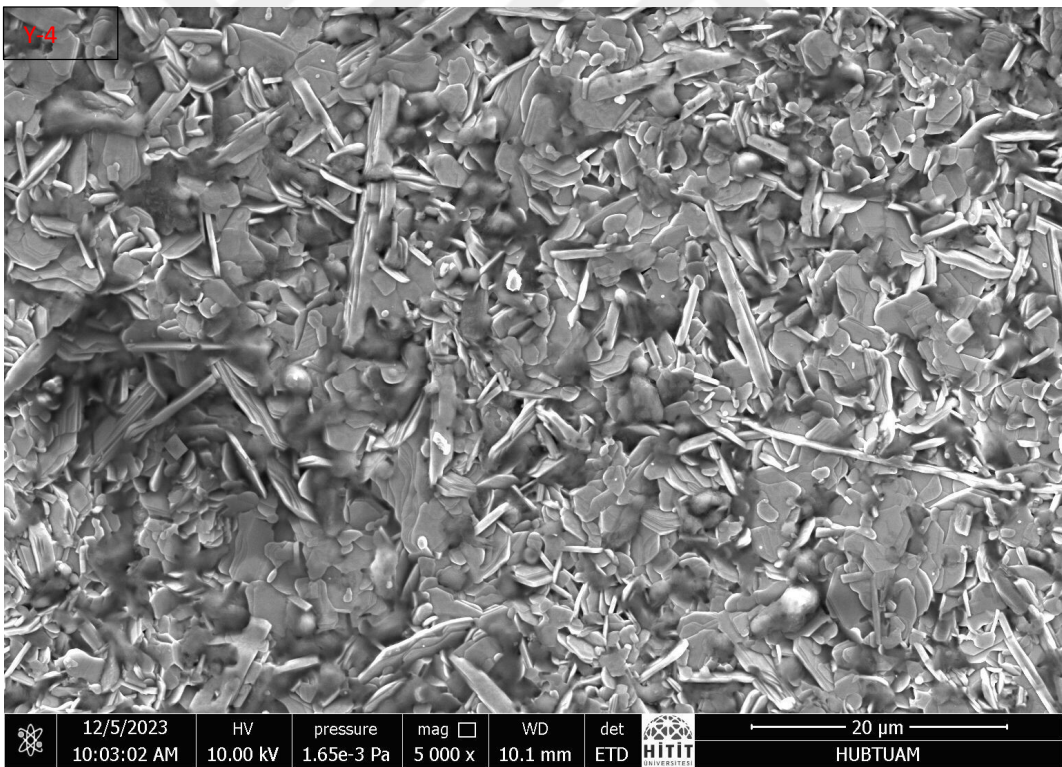
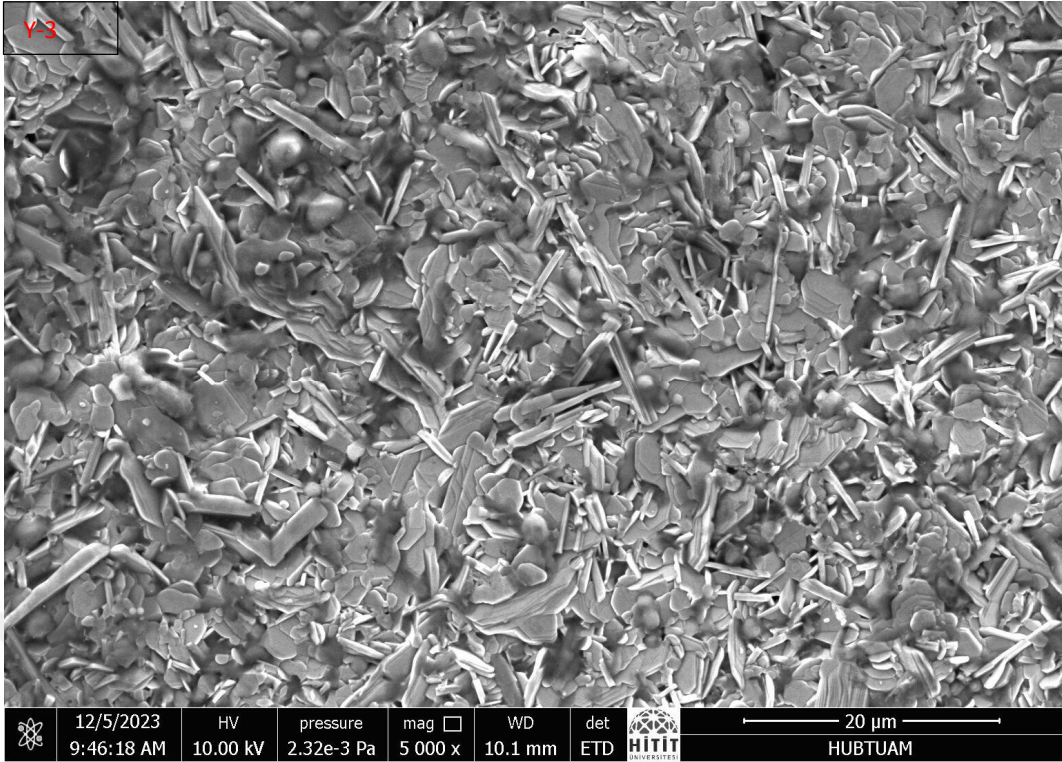
Bu bölümde, $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ materyalinde bizmut atomlarının itriyum atomları ile yer değiştirdiği durumda, materyal içi kusurlar, homojen yüzey görünümü, numunelerin tane sınır bağlama problemleri, mikrokristal birleşme oryantasyonları, gözeneklilik ve parçacık büyüme dağılımları, mikroskobik yapısal problemler, kısmi ergime yüzeyleri, mikro boşluklar, iç kusurların değişimi, çatlaklar, yüzey morfolojisinin kristallik kaliteleri ve tane hizalama dağılımları gibi konular, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinden elde edilen verilerle incelenmiştir. Bu bağlamda, SEM görüntüleme sonuçları, alt bölümde detaylı olarak anlatılacak deneysel Vickers mikrosertlik sonuçlarını desteklemek için kullanılmıştır. Saf ve kristal yapıda Y/Bi değiştirilen Bi-2212 seramik numunelere ait SEM fotomikrografları 20 kV hızlandırıcı geriliminde ikincil elektron görüntüsü (SEI) modunda 5000X büyütme ile çekilmiş fotoğrafları (Şekil 3.1a-f) sunulmuştur. Hazırlanan tüm numuneler, bizmut ailesinin karakteristik morfolojik özelliklerini (yapı plakalı istiflenmiş katmanlar, taneli kristal yapı, rastgele mikrokristal birleşme yönelimleri ve dağılımları) sergilemektedir. Bu özelliklere bakarak, üretilen tüm numunelerin karakteristik Bi-2212 fazını sergilediğini söylemek doğru olur.

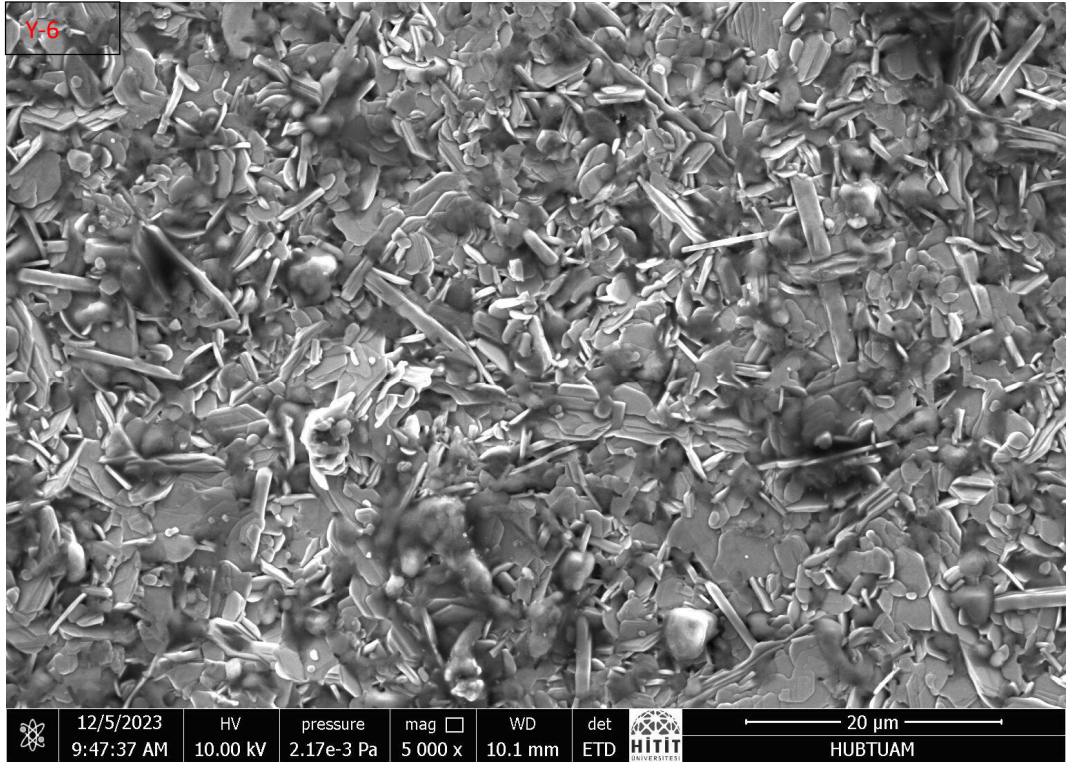
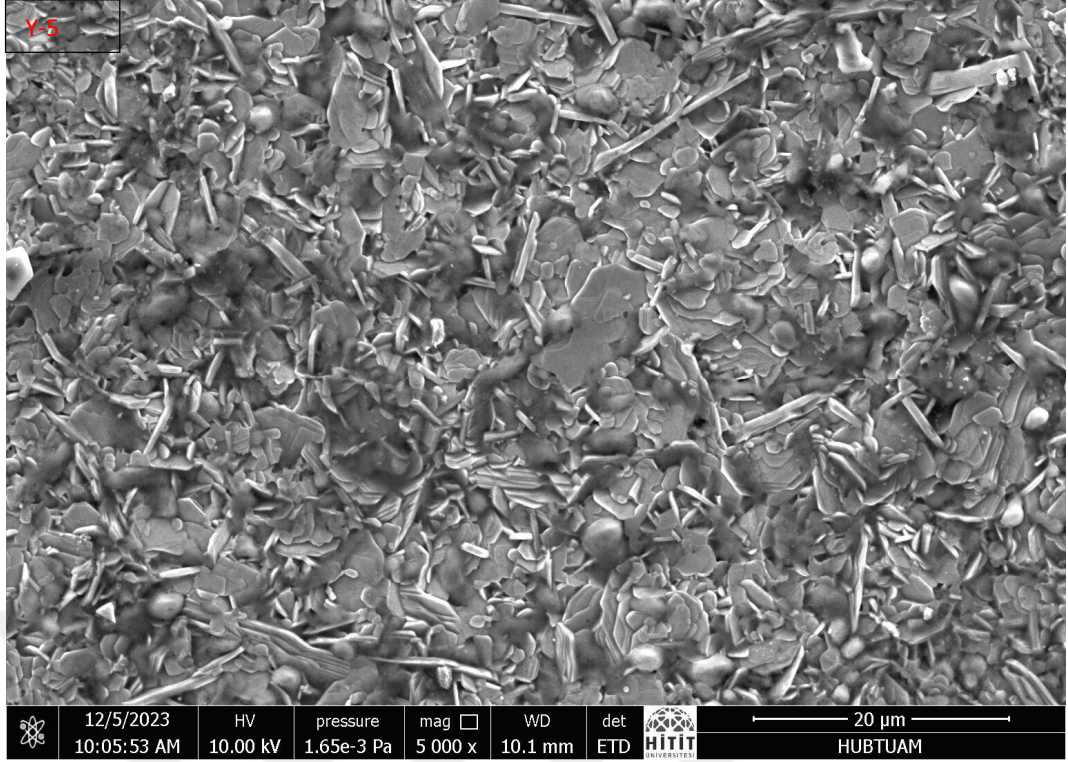
Tez kapsamında çalışılan $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ materyallerinin yüzey morfolojisi (Şekil 3.1b-f), istiflenmiş katmanların arasındaki bağ kuvvetinin, kristallik kalitesinin, mikrokristal birleşme yönelimlerinin ve dağılımlarının, Y/Bi yer değiştirme konsantrasyona önemli ölçüde bağlı olduğu gözlemlenmiştir. Benzer şekilde, safsızlık katkı iyonların uygun konsantrasyonları Bi-2212 klasik istiflenmiş tabakalı yapısında iyileşmelere ve düzenlemelere neden olmuştur. Bu bağlamda verilen SEM görüntülerinden Y/Bi yer değiştirme oranı $x=0,01$ 'e kadar artması ile yüzey morfoloji ve ona bağlı özelliklerde iyileşmeler görünürken bu kritik değer artması ile gerek yüzey morfolojisi gerek kristal kalitesi ciddi şekilde zarar görmektedir. Böylece kristal yapısında optimum Y/Bi yer değiştirme konsantrasyonu ($x=0,01$) varlığında Bi-2212 malzemenin yüzey morfolojisi ve

kristallik kalitesinde belirgin düzenlemeler gözlenmiştir. Bu bağlamda, kristal yapının optimum itriyum iyon safsızlığının artışıının, tane hizalama dağılımlarını ve yönelimlerini, tane sınır bölgelerini, tanecikler arasındaki etkileşim kalitesini ve temel yüzey morfoloji görünümünü (tek tip yüzey görünümü, safsızlık kalıntıları, mikroskobik yapısal problemler, iç kusurlar, gözeneklilik, parçacık büyüme dağılımı, kristal kalitesi, granüler yapı, mikro boşluklar, mikrokristal birleşme yönelimleri) önemli ölçüde iyileştirdiğini görüntülerden anlaşılmaktadır. Böylece, yüzey morfolojisi görünümü ve kristal yapı kalitesinin, Y-2 seramik materyalinin en yüksek kristallik kalitesine, en iyi şekilde istiflenmiş katmanlara, en pürüzsüz ve yoğun yüzeylere, tanecikler ve tane hizalama oryantasyonları arasındaki en sağlam bağlantıya ve en büyük parçacık büyüme boyutu (iyi bağlantılı) dağılımlarına, istiflenmiş katmanların arasındaki en iyi bağlantıya sahip olduğu gözlenmiştir.









Şekil 3.1. Tüm numunlerin (a- saf, b- Y-1, c- Y-2, d- Y-3, e- Y-4, f- Y-5 ve g-Y-6 seramik) SEM görüntüleri

3.2 Kristalleşme Mekanizması

Bizmut (Bi) atomları ile itriyum (Y) atomları yer değiştirmiş $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ numunelerin taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri, Bi-2212 materyallerinin kristal örgüsündeki itriyum iyonlarına bağlı olarak değişen kristalleşme mekanizması ve reaksiyon kinetiği hakkında teorik tabanlı inceleme imkanı sağlamıştır. Diğer taraftan, SEM görüntülerindeki farklılaşmanın temel nedenlerinden biri, üretilen numunelerin aktivasyon enerjisinin (E_a) itriyum iyonlarına bağlı olarak değişmesinden kaynaklanmaktadır. Yani, genel matrise eklenen itriyum iyonları, malzemelerin kimyasal içeriğinde değişime neden olmuş ve bu da numunelerin kristalleşme reaksiyonunu ciddi şekilde etkilemiştir [37]. Bilindiği üzere, kristallenme mekanizması, Bi-tabanlı süperiletkenlerin fiziksel ve mekanik performans özellikleri başta olmak üzere bir dizi materyal özelliğini etkileyen önemli faktördür. Bu faktörler arasında tane sınır bağlama problemleri, mikro boşluklar, mikroyapısal ve iç kusurlar, mikrokristal birleşme oryantasyonları, kayma sistemleri, tane hizalama dağılımları, materyal içi kusurlar, çatlaklar, mikroskopik yapısal sorunlar, tane yönelimleri, eşleştirme mekanizmaları, yüzey morfolojisi, elektriksel düzen parametreleri, durum yoğunlukları, çekirdeklenme kararlılığı, akı sabitleme, kristal kalitesi, polaronik durumları ve kristalleşme sıcaklık özellikleri bulunmaktadır. Bu faktörler, üretilen malzemenin hangi uygulama alanlarına uygun olup olmadığını belirlemede etkili bir rol oynamaktadır. Bu tez kapsamı çalışmasında temel matrisine itriyum ilave edilmiş Bi-2212 seramik materyalinin kristallenme mekanizmasındaki değişimin, numunelerin kayma sistemi, morfolojik, fiziksel ve mekanik performans özellikleri üzerindeki detaylı etkilerini incelemiştir. Gözlemlenen sonuçlara göre, kristal matriste itriyum atomlarının varlığı ve Y/Bi yer değiştirme konsantrasyonunun belirli bir değere kadar artması, kristal sistemin aktivasyon enerjisini ciddi şekilde etkilemiştir. Bu değişimin temel sebepleri arasında, kristal örgüye itriyum iyonlarının girmesiyle birlikte matris içindeki katkı oranına bağlı olarak değişen iyonik yarıçap boyutları, valans elektron durumları, atomik doluluk oranları, katyon-oksijen değişimi, bağ mesafeleri ve açılarının yeniden düzenlenmesi, oksijen içeriği seviyesinin değişimi, yük rezervuar bölgelerine bağlı olarak yeni modüle edilmiş kristal yapı, kristal yapı modifikasyonu, kütle modülü, elektronegatiflik, elektron ilgisi, yoğunluk, valans elektron durumları, dış kabuğun elektronu, manyetik moment büyüklüğü, molar manyetik duyarlılık, yeni bağlar ve

orbital hibrit oluşumları bulunmaktadır. Zaten, çalışılan numunelerin SEM resimlerinden bu durum açıkça görülmektedir. Benzer değişikliklere literatürde de rastlanmaktadır [38-43].

Bi-2212 kristal sisteminin itriyum katkısıyla çekirdeklenme mekanizmasının daha detaylı bir şekilde incelenmesi durumunda, katkı oranına bağlı olarak kristalleşme aktivasyon enerjisinin (E_a) ciddi şekilde değiştiği gözlemlenmiştir. Özellikle, çekirdeklenme kinetiğinden sorumlu E_a değeri, üretilen numunenin kimyasal bileşimine bağlıdır ve örgüde herhangi bir safsızlık atomunun bulunması, bağ mesafelerinin değişmesine neden olarak E_a değerinde değişikliklere yol açar. Çalışmamızda, katkı oranının optimum değerinde olduğu durumda ($x=0,01$), kristal örgüdeki itriyum iyonlarının çekirdeklenme kinetiğinden sorumlu E_a değerini önemli ölçüde düşürdüğü sonucuna varılmıştır. Bu bağlamda, optimum itriyum katkısı, kristal örgüdeki safsızlık fazlarının çekirdeklenme sıcaklığını artırarak Bi-2212 süperiletken fazının oluşumunu destekler. Ancak, örgüdeki itriyum iyonu fazlalığı durumunda, yukarıda açıklanan mekanizma tam tersine işler ve yapı içindeki diğer fazların çekirdeklenme sıcaklığını düşürür. Böylece kristal yapıda safsızlık fazları ortaya çıkmış olur. Ayrıca, çekirdeklenme sürecinde örgüdeki atomlar, komşu atomlara bağlanmak için gerekli enerjiyi elde ederler ve böylece kafes pozisyonunu yeniden düzenleme mekanizmasını gerçekleştirirler [44-46]. Bundan dolayı, çekirdeklenme mekanizması için gerekli olan (aktivasyon) enerji, atomlar arasındaki etkileşimle (itme/çekme) ilişkilidir. Bu bağlamda, bir materyalin aktivasyon enerjisi, atomlar arası çekici etkileşimden kaynaklanmaktadır. Böylece, malzeme daha yüksek kararlılık göstermiş olur (maksimum düzen-minimum enerji ilkesi) [47]. Tez çalışmasında üretilen numunelere gelindiğinde, optimum itriyum ile değiştirilmiş Y-2 Bi-2212 örneğinin termodinamik olarak en düşük kararsızlığı (en yüksek kararlı) sergilediği sonucuna varılmıştır. Aynı zamanda, en fazla itriyum katkısına ($x=0,12$) sahip Y-5 numunesi de en yüksek kararsızlık (en düşük kararlılık) sahiptir [47]. Bu durumun temel nedeni, Y-5 örneğinin çok daha düşük sıcaklıklarda kristal yapısında safsızlık fazlarının oluşmasındandır. Ek olarak, yüksek E_a değerine sahip bir materyalde kristal örgüye atomik difüzyon zorlaşır. Bu durumda, çekirdeklenme ve kristal büyüme yavaşlar. Bi-2212 kristal örgüsünde optimum itriyum varlığı durumunda E_a minimum değerine ulaşır ve kristal örgüye atomik difüzyon göreceli olarak daha

kolay olur. Sonuç olarak, temel matriste optimum miktarda itriyum iyonlarının bulunması, Bi-2212 yapısının çekirdeklenme hızını önemli ölçüde artırmıştır [48]. Anlatılan bu mekanizma, numunelere ait SEM görüntülerinde detaylı olarak görülmektedir.

3.3 Enerji-Ayrımlı X-Ray Spektrometresi Araştırmaları

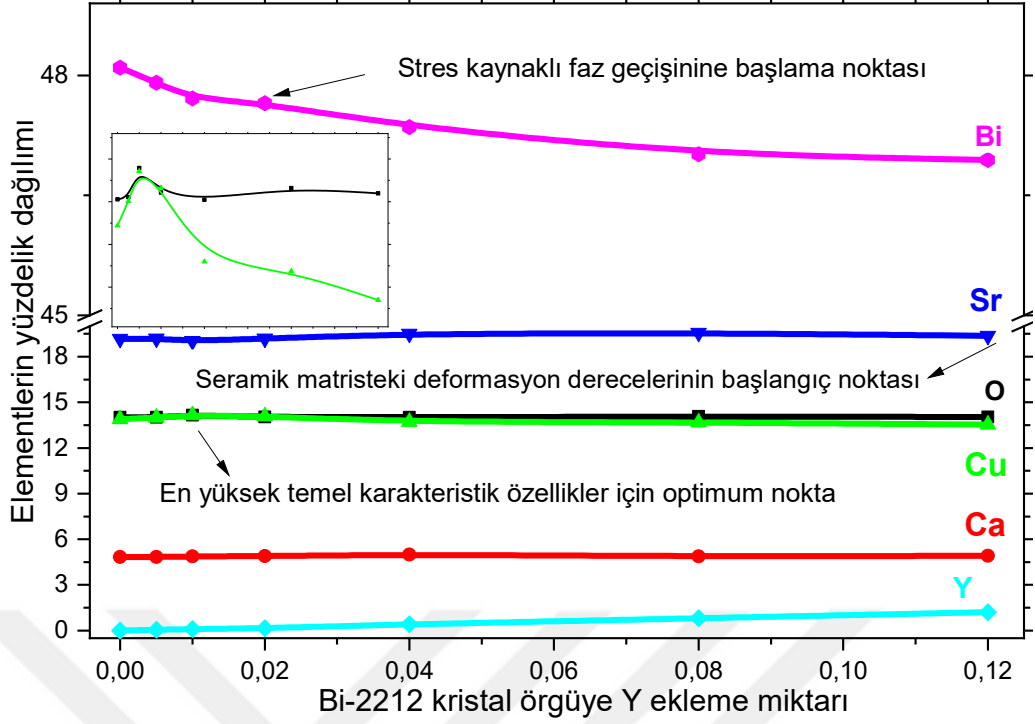
Saf ve kristal örgüde Y/Bi değiştirilmiş $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ malzemelerin üretim aşamasının (yer değiştirmenin gerçekleşmesi) başarılı olup olmadığını, itriyum atomlarının kristal örgü boyunca homojen dağılıp dağılmadıkları ve üretilen numunelerinin yerel element bileşimlerinin dağılımı Enerji-ayrımlı X-ray spektrometresi (EDX) yöntemi vasıtasıyla nicel olarak inceledik. Elde edilen sonuçlar Tablo 3.1’de detaylı olarak verilmektedir. Tablodan görüleceği üzere malzeme kompozisyon dağılımlarının numuneden numuneye değişmesi, kristal örgüde Y/Bi yer değişiminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermiştir [49].

Tablo 3.1. Yerel element bileşimi dağılımları için eleiktron dağıtıcı X-ışını sonuçları

İçeri k	Yansıya n Dalga Boyu	İçeriğin Dağılımı (ağırlıkça %)						
		Saf	Y-1	Y-2	Y-3	Y-4	Y-5	Y-6
		48,09	47,90	47,71	47,65	47,35	47,01	46,94
Bi	L_{α}	6	7	1	1	4	3	4
		19,17	19,19	19,02	19,19	19,51	19,56	19,37
Sr	L_{α}	8		2	4	6	2	7
Ca	K_{α}	4,827	4,828	4,871	4,886	4,993	4,879	4,905
		13,88	14,00	14,14	14,06	13,71	13,67	13,53
Cu	K_{α}	8	2	3	5	9	5	9

		14,01	14,02	14,15	14,04	14,00	14,06	14,03
O	K_{α}	1	1	8	3	9	4	9
Y	K_{α}	0	0,052	0,095	0,161	0,409	0,807	1,196

Ayrıca, tablodaki verilen element yerel dağılımlardan görüleceği üzere itriyum katkı molar oranının artmasıyla elde edilen verilerin de paralel olarak arttığı bulunmuştur. Bu durum, itriyum iyonlarının istenildiği gibi molar oranın artması ile kristal yapıda daha fazla yer aldığını göstermektedir. Tablodaki verileri daha görsel yapmak için, kristal örgüdeki tüm var olan elementlerin katkı oranına bağlı değişimi grafiği Şekil 3.2’de verilmiştir. Bu bağlamda nicel olarak, saf numunede Y bulunmazken, katkı oranı arttıkça Y içerik oranı 0,052 %’dan 1,196% değerine doğru artmaktadır. Diğer elementlerin değişimine gelinecek olursa, Sr, Ca ve O elementler için belli bir artış azalış trendi sergilemediği bulunmuştur. Buna karşın, sistemde Y miktarının artmasına bağlı olarak Bi elementinin, beklendiği gibi, (48,096 %’ten 46,944%) sürekli olarak azaldığı bulunmuştur. Bu durum bize, sisteme katılanan itriyum safsızlık atomlarının genel olarak kristal sistemde bizmut atomları ile yer değiştirdiğini göstermektedir.

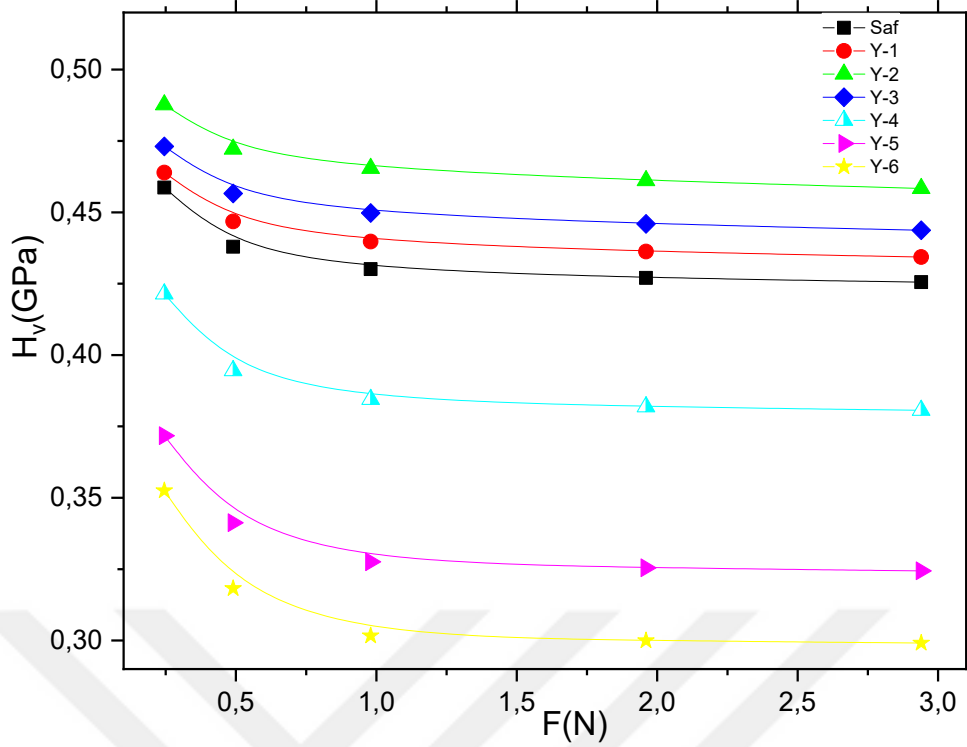


Şekil 3.2. Y katkılı Bi-2212 seramiklerin yerel element bileşimlerinin dağılımları,

Bakır elementleri ise ilginç bir şekilde, katkı oranı $x=0,12$ e kadar itriyum katkısı ile paralel bir artış serilerken bu katkı değerinden sonra lokal dağılımda bir azalma olduğu görülmüştür. Numerik olarak Y katkı oranı $x=0,01$ 'e kadar artması ile bu oran 13,888 %'den 14,143% arttığı bulunmuştur. Bu katkı oranından sonra bakıra elementin dağılımı Y-3 için 14,065%, Y-4 için 13,719%, Y-5 için 13,675% ve Y-6 için 13,539% olduğu bulunmuştur. Açık bir şekilde, mekanik özelliklerin sistemdeki bakır elementi ile ilişkili olduğu belirlenmiştir. Bu durum, SEM ve Vickers sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar ile birleştirilirse, malzemenin kristal yapısında ve genel mekanik performans özelliklerinde iyileşme ile kristal yapıda bakır atomları varlığından kaynaklanabilir. Yani, kristal örgüde Cu varlığı yüzey morfoloji ve mekanik performans özellikleri arasında lineer bir ilişki vardı ve bu özelliklerin iyileşmesini desteklemiştir. Benzer sonuçlar literatürde de karşılaşılmaktadır [50].

3.4 Kristal örgüde Y/Bi Yerdeğiřtirmenin Bi-2212 Seramik Materyallerin Mekanik Performans Davranışları Üzerine Etkisi

Saf ve kristal örgüsünde $0,00 \leq x \leq 0,12$ molar oranda Y/Bi ile deęiřtirilmiř $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ materyallerin mikrosertlik sonuçları, Őekil 3.3'te detaylı olarak sunulmuřtur. 0,245 N-2,940 N arasında gerçekteřtirilen Vickers sertlik ölçümlerinden girinti köřegen uzunlukları ile uygulanan kuvvet arasındaki iliřkiden malzemenin uygulanan kuvvet deęerine karřı gösterdięi mikrosertlik (Hv) deęerlerinin nasıl hesaplandıęını daha önceki kısımda anlatmıřtık. Tüm Hv deęerlerini malzemeye yüzeyine uygulanan yük ile nasıl deęiřtięini Őekil 3.3'te gösterdik. Grafiklerden görüleceęi üzere hem uygulanan test yüküne hem de kristal örgüde itriyum iyonları miktarına baęlı olarak Hv deęerleri deęiřmektedir. Bu durum itriyum atomlarının Bi-2212 kristal örgüsüne girdięini göstermektedir. Aynı zamanda kristal örgüde itriyum bulunması ile Bi-2212 seramiklerin çatlak ilerlemesine karřı direnç, mekanik mukavemet, yüzey bası artık gerilme bölgelerinin, kritik stres, çatlak yönelimi/geometrisi, stres konsantrasyon bölgelerinin, yorulma karřı direncinin, yapısal sorunların, kayma sistemlerinin, granülasyon derecelerinin, yüke baęlı hassasiyetlerinin, yeni baę oluřumlarının, çatlak büyümelerinin, çatlak ilerleme kontrol mekanizmasının, elastik yapısında iyileřme ve kötüleřmelerinin, dayanıklı tetragonal faz stabilizasyonun veya stres kaynaklı faz dönüřümünün Y/Bi yer deęiřtirme mekanizması ile nasıl bir deęiřim sergiledięi belirlenmiřtir. Ayrıca elde edilen grafikler bize Bi-2212 kristal örgüde itriyuma baęlı hangi mekanizmaların deęiřtięini sunmaktadır. Yine Hv deęerlerinden faydalanarak Bi-2212 materyallerin uygulanan her kuvvete karřı Young's modül (E), akma dayanımı (Y), sertlik kayma modülü (G), esneklik (Ur) kırılganlık indeksi (B), elastik sertlik katsayısı (C11), kırılma tokluęu (KIC) ve süneklik (D) deęerleri belirlendi. Ayrıca, Hv deęerlerindeki deęiřmelerden hangi uygulanan kuvvet aralıęında materyallerin mekanik davranışların yükten baęımsız oldukları deęerleri de belirlememize yardımcı oldu.



Şekil 3.3. Saf ve kristal örgüsünde Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik materyallerin Vickers (H_v) sertlik değerlerinin uygulanan girinti test yüküne göre değişmesi.

Uygulanan kuvvetle değişen H_v grafiklerinden görüleceği üzere, katkı oranının $x=0,01$ değerine kadar artması (Y-2 numunesi için), Bi-2212 kristal sisteminin mekanik performans davranışlarını geliştirmiştir. Mekanik performansta bu artışın temel nedeni itriyum katkılama ile Bi-2212 kristal örgüde yeni kayma sistemleri oluşmuştur. Sisteme dâhil olan yeni kayma sistemleri kuvvet bariyeri bölgesi olarak hareket edip dislokasyonların, kusurların ve çatlakların hareketliliğini azaltmıştır. Diğer bir deyişle, kristal örgüde optimum itriyum atomlarının varlığı, H_v grafiğinde deformasyon derecesinde dramatik bir değişiklik meydana getirerek örgüdeki çatlak büyüklüğünü ve dolayısı ile çatlak büyüme hızını kontrol etmiştir. Benzer olarak, SEM incelemelerinde de görüleceği üzere optimum katılama durumunda kristal yapıdaki iyileşmeler ve bazı sorunların ortadan kalkması (bir önceki bölümde detaylı olarak tartışıldı), Bi-2212 seramiklerin genel mekanik performans özelliklerinde artış sağlamıştır. Bu bağlamda, kristal yapıda optimum Y iyonlarının varlığı, Bi-2212 ana matrisinde yeni yüzey bası artık gerilme bölgeleri oluşturarak malzemenin dayanıklı tetragonal

fazını geliřtirmiřtir. Bi-2212 sistemine eklenen optimum miktarda itriyum iyonları, ana atomlar ile arasında gçl kimyasal baę oluřumlarına (taneler arası etkileřim artması) neden olması da materyallerin uygulanan kuvvete karřı mekanik zelliklerini iyileřtirmiřtir [51-53]. Uygulanan yke karřı daha dirençli bir seramik malzeme retimine yardımcı olmuřtur. Yine numuneler arasında uygulanan yke en az tepkiyi veren Y-2 numunesi olarak tespit edilmiřtir. Bunu tersine, kristal yapıya $x=0,01$ 'den daha yksek itriyum iyonlarının katkılanması, rgde kristallik hatalarının artmasına yol amıřtır. Bu durum, seramik sistemde deformasyon derecelerinin ve taneler arası baęlantının azalmasına neden olarak kristallik kalitesini olumsuz etkilemiřtir. Bu bulgular SEM fotoęraflarında detaylı olarak verilmiřtir.

Sonuç olarak, optimum itriyum katkısı Bi-2212 seramik malzemelerinin ana mekanik performans parametrelerini artırırken, rgde ařırı itriyum iyonlarının varlıęı, seramik malzemelerin kristallik kalitesini bozarak malzemenin mekanik performans zelliklerini olumsuz etkilemiřtir. Bu durum, numunelerin uygulanan test yklerine hassasiyetini artırarak malzemenin daha kolay kırılmasına neden olmuřtur. Tm bunlar gz nne alındıęında Bi-2212 seramik materyaline optimum itriyum atomlarının katkılanması, rgdeki farklı ynlerdeki (gerilme alanları ve ilgili kuvvetler olarak hareket eden) dislokasyonları birbiriyle etkileřime girmesini saęlamamıřtır. Bunun neticesinde, kristal rgde itriyum safsızlıęının oluřumu, Bi-2212 seramik materyallerin çatlak ilerlemesine karřı direncin artması nedeniyle mekanik mukavemeti, kritik stresi, sertlięi ve dayanıklılıęı (dayanıklı tetragonal faz ile iliřkili) iyileřtirmiřtir. Ancak, Bi-2212 kristal yapısına eklenen optimum itriyum safsızlıęının, materyallerin tanelere uygulanan geometrik kısıtlamalar nedeniyle kaymaları bařlatmak iin daha byk bir kuvvet gerektirdięi belirtilmiřtir. Yani, optimum Y atomları, kristal tanelerin uygun řekilde ynlendirilmesine neden olabilecek yzey artık sıkıřtırma gerilmelerini uygulamaktadır. Numunelere ait farklı kuvvet altında deęiřen mikrosertlik sonularının numerik deęerleri Tablo 1'de detaylı olarak verilmiřtir. Bu baęlamda, uygulanan her ykte en byk deęerler Y-2 numunesi iin gzlemlenmiřtir. 0,245 N uygulanan yk altında Y-2 materyali 0,48764 GPa Vickers deęerine sahipken, bu deęer uygulanan ykn artması ile srekli olarak azalarak 2,940 N yk altında (0,45834 GPa) minimum deęerine gerilemiřtir. Daha sonra, aynı yk altında

katkılama miktarlarının artması ile H_V parametresi Y-3, Y-4, Y-5 ve Y-6 malzemeleri için 0,245 N ve 2,940 N yük altında sırasıyla 0,47310-0,44371 GPa, 0,42143-0,38062 GPa, 0,37172-0,32441 GPa ve 0,35252-0,29913 GPa olarak hesaplanmıştır. Ayrıca, süperiletken malzemelerin endüstriyel uygulamalar için gerekli olan Vickers sertlik değeri (H_V), elastik modülü (E), kayma modülü (G), kırılma tokluğu (K_{IC}), akma dayanımı (Y), elastik sertlik katsayısı (C_{11}), kırılma indeksi (B), süneklik (D) ve rezilyans (U_r) parametrelerinin özellikleri [54] aşağıdaki formüllerinden hesaplanmış ve elde edilen değerler Tablo 3.2’de detaylı olarak verilmiştir.

$$H_V = 1854.4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \quad (1)$$

$$E = 81.9635 H_V \quad (2)$$

$$Y \approx \frac{H_V}{3} \quad (3)$$

$$K_{IC} = \sqrt{2E\alpha} \quad (\alpha \text{ yüzey enerjisi ile ilgili bir parametredir}) \quad (4)$$

$$B = \frac{H_V}{K_{IC}} \quad (5)$$

$$D = \frac{1}{B} \quad (6)$$

$$C_{11} = H_V^{7/4} \quad (7)$$

$$E = 2G \quad (8)$$

$$U_r = Y^2/2E \quad (9)$$

Saf ve kristal örgüde Y/Bi yer değiştirilmiş Bi-2212 kristal matrisler için hesaplanan tüm mekanik performans değerleri Tablo 3.2’de detaylı olarak verilmiştir. Tablodan, elde edilen tüm değerlerin, uygulanan yük ve itriyum konsantrasyon seviyesine duyarlı bir şekilde bağlı olduğu görülmektedir. Young modülü ve akma dayanımı değerlerinin tüm numuneler için tipik ISE karakteristik davranışı (uygulanan kuvvet ile Vickers mikrosertlik değerlerindeki doğrusal olmayan azalma davranışı sergileme) yüzünden uygulanan yük ile azaldığı

bulunmuştur. Benzer şekilde $x=0,01$ yer değiştirme oranında Vickers mikrosertlik, akma dayanımı ve Young's modülü büyüklüklerinin değerlerinin herhangi bir uygulanan kuvvet altında maksimum değerlerde olduğu görülmektedir. Katkı oranı bu değerden arttırıldıkça Vickers mikrosertlik, akma dayanımı ve Young's modülü değerlerinin azaldığı bulunmuştur. Bu durum, tane büyüklüğündeki değişim ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. Bunun yanı sıra, kırılma tokluğu ve kırılma indeksi özelliklerinin tüm numuneler için (yüzey enerji değerlerine bağlı olarak) pozitif olduğu (ISE davranış sergilenmesi yüzünden) belirlenmiştir.

Tablo 3.2. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik materyallerin mekanik performans değerlerimin farklı Y/Bi yer değiştirme ile değişimi

<i>Numuneler</i>	<i>F (N)</i>	<i>d (μm)</i>	<i>H_v (GPa)</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>Y (GPa)</i>	<i>K_{1c} (MPam^{1/2})</i>	<i>C₁₁ (GPa)^{7/4}</i>	<i>B (m^{1/2})</i>	<i>D (m^{1/2})</i>	<i>G(GPa)</i>	<i>U_r (MPa)</i>
<i>Saf</i>	0,245	31,47309	0,45866	37,5938	0,15289	0,22124	0,25563	2,07313	0,48236	15,03735	0,31090
	0,49	45,55043	0,43794	35,89510	0,14598	0,21618	0,23576	2,02581	0,49363	14,35804	0,29680
	0,98	65,00174	0,43011	35,25332	0,14337	0,21424	0,22844	2,00761	0,49810	14,10133	0,29150
	1,96	92,25726	0,42703	35,00087	0,14234	0,21347	0,22558	2,00042	0,49990	14,00035	0,28940
	2,94	113,18925	0,42554	34,87875	0,14185	0,21310	0,22421	1,99690	0,50078	13,95150	0,28840
<i>Y-I</i>	0,245	31,29449	0,46391	38,02369	0,15464	0,21467	0,26077	2,16104	0,46274	15,20948	0,31450
	0,49	45,09552	0,44682	36,62293	0,14894	0,21068	0,24419	2,12085	0,47151	14,64917	0,30290
	0,98	64,28386	0,43977	36,04509	0,14659	0,20901	0,23749	2,10406	0,47527	14,41804	0,29810
	1,96	91,27923	0,43623	35,75494	0,14541	0,20817	0,23415	2,09555	0,47720	14,30198	0,29570
	2,94	112,03803	0,43433	35,59921	0,14478	0,20772	0,23237	2,09094	0,47825	14,23968	0,29440
0,245	30,52355	0,48764	39,96868	0,16255	0,22136	0,28456	2,20293	0,45394	15,98747	0,33050	

	0,49	43,8687 4	0,472 16	38,699 89	0,157 39	0,21782	0,2689 4	2,167 66	0,461 33	15,479 96	0,320 00
Y-2	0,98	62,4900 5	0,465 38	38,144 17	0,155 13	0,21625	0,2622 2	2,152 05	0,464 67	15,257 67	0,315 50
	1,96	88,7815 6	0,461 12	37,795 01	0,153 71	0,21526	0,2580 3	2,142 15	0,466 82	15,118 00	0,312 60
	2,94	109,064 02	0,458 34	37,567 15	0,152 78	0,21461	0,2553 2	2,135 69	0,468 23	15,026 86	0,310 70
	0,24	30,9890 5	0,473 1	38,776 93	0,157 70	0,21679	0,2698 8	2,182 30	0,458 23	15,510 77	0,320 70
	0,49	44,6104 4	0,456 59	37,423 71	0,152 20	0,21297	0,2536 1	2,143 92	0,466 44	14,969 48	0,309 50
Y-3	0,98	63,5659 2	0,449 76	36,863 90	0,149 92	0,21137	0,2470 1	2,127 83	0,469 96	14,745 56	0,304 90
	1,96	90,2769 6	0,445 97	36,553 26	0,148 66	0,21048	0,2433 8	2,118 82	0,471 96	14,621 30	0,302 30
	2,94	110,847 47	0,443 71	36,368 02	0,147 90	0,20995	0,2412 3	2,113 41	0,473 17	14,547 21	0,300 70
	0,24	32,8338 5	0,421 43	34,541 88	0,140 48	0,23568	0,2204 3	1,788 14	0,559 24	13,816 75	0,285 70
	0,49	47,9909 9	0,394 53	32,337 06	0,131 51	0,22803	0,1964 0	1,730 17	0,577 98	12,934 82	0,267 40
Y-4	0,98	68,7508 2	0,384 48	31,513 33	0,128 16	0,22511	0,1877 3	1,707 96	0,585 49	12,605 33	0,260 60
	1,96	97,5600 4	0,381 87	31,196 95	0,126 87	0,22397	0,1844 4	1,699 42	0,588 44	12,478 78	0,258 00
	2,94	119,682 20	0,380 62	31,299 40	0,127 29	0,22434	0,1855 0	1,702 19	0,587 48	12,519 76	0,258 80
	0,24	34,9604 5	0,371 72	30,467 47	0,123 91	0,24586	0,1769 6	1,511 92	0,661 41	12,186 99	0,252 00
	0,49	51,5993 6	0,341 28	27,972 50	0,113 76	0,23558	0,1523 9	1,448 68	0,690 28	11,189 00	0,231 30
Y-5	0,98	74,4816 7	0,327 59	26,850 42	0,109 20	0,23081	0,1418 5	1,419 31	0,704 57	10,740 17	0,222 10
	1,96	105,675 49	0,325 47	26,676 66	0,108 49	0,23006	0,1402 5	1,414 72	0,706 85	10,670 66	0,220 60
	2,94	129,636 79	0,324 41	26,589 78	0,108 14	0,22968	0,1394 5	1,412 44	0,707 99	10,635 91	0,219 90
	0,24	35,8998 5	0,352 52	28,893 77	0,117 51	0,23943	0,1612 8	1,373 44	0,728 10	11,557 51	0,239 00

Y-6	0,49	53,4320 6	0,318 27	26,086 52	0,106 09	0,22750	0,1348 6	1,305 03	0,766 27	10,434 61	0,215 70
	0,98	77,6142 5	0,301 68	24,726 75	0,100 56	0,22149	0,1228 0	1,270 55	0,787 06	9,8907 0	0,204 50
	1,96	110,081 05	0,299 94	24,584 13	0,099 98	0,22085	0,1215 7	1,266 91	0,789 32	9,8336 5	0,203 30
	2,94	135,003 61	0,299 13	24,517 74	0,099 71	0,22055	0,1209 9	1,265 19	0,790 40	9,8071 0	0,202 80

Ayrıca, saf ve kristal örgüde Y/Bi ile değiştirilmiş Bi-2212 seramiklerin elastisite modüllerini uygulanan yüklerle değişimleri hesaplanmıştır. Tablo 3.2’den de görüleceği üzere, Bi-2212 seramikleri itriyum değişim oranına bağlı olarak elastisite modülünde ciddi değişimler göstermiştir. Kristal örgüde itriyum oranının kritik değere kadar artması ile $x=0,01$ materyallerin elastisite modülü artarken bu değerden sonra modül değerinde azalma bulunmaktadır. Benzer olarak materyaller üzerine uygulanan yük ile de elastisite modülünde bir azalma tespit edilmiştir. Bu bağlamda 0,245 N uygulanan yükte Y-2 numunesi 39,96868 GPa ile en büyük değere sahipken uygulanan test yükünün artması ile bu numunenin Young’s modülü 2,940 N yük altında 37,56715 GPa değerine doğru düşmektedir. Katkılama oranı en fazla ($x=0,12$) olan numunede en yüksek uygulanan yük altında (2,940 N) en küçük değer (24,51774 GPa) tespit edilmiştir. Diğer çalışılan materyaller ise bu iki değer arasında elastisite modül değeri sergilemişlerdir. Bi-2212 seramik kristal yapısında Y/Bi yer değiştirmesinin akma dayanımına etkileri incelendiğinde, üretilen tüm materyaller Young’s modülüne benzer bir durum sergilemiştir. Bu bağlamda, en büyük akma dayanımı (Y) değeri 0,16255 GPa olarak, 0,245 N test yükünde Y-2 numunesinde elde edilirken en küçük akma dayanımı değeri 0,11751 GPa ile Y-6 örneğinde görülmektedir. Benzer şekilde, diğer üretilen numuneler de bu iki değer arasında akma dayanımı sergilemişlerdir. Uygulanan test yükünün artması ile elde edilen akma dayanımı değerlerinde ciddi bir düşüş kaydedilmiştir. Bu bağlamda en küçük değer 0,09971 GPa olarak 2,940 N uygulanan kuvvet altında Y-6 numunesi için belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlar doğrultusunda, uygulanan test yüküne en hassas olan numunenin Y-6 seramik materyali olduğu saptanmıştır.

Ancak, uygulanan test yüklerine karşı en az hassasiyet gösteren numune Y-2 olarak bulunmuştur.

Buna ek olarak, Tablo 3.2’de Poisson oranına göre elastik ve kayma modülleri değerlerine dayanarak numunelere ait kristal yapıda Y/Bi değişimi ile kayma modülünün değişimini sergilemektedir. Tip II seramik kuprat katmanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerin kristal yapısında tanelerin rastgele yönlendiği için malzeme izotropik bir yapı sergiler ve bundan dolayı Poisson (ν) oranı değeri 0,25 olarak alınıp hesaplamalarda kullanılabilir [55]. Hesaplama sonuçlarına göre, Y-2 kompoziti 0,245 N test yükü altında en büyük kayma modülü değerine (15,98747 GPa) sahip olduğu bulunmuştur. Bu test yükünde en küçük değer Y-6 seramik numunesine aittir (11,55751 GPa). Tablo 3.2’den açıkça görüldüğü üzere uygulanan yükün artması ile kayma modülünün azaldığı bulunmuştur. Bu bağlamda en küçük değer 9,80710 GPa Y-6 numunesinin 2,940 N uygulanan yük altında bulunmuştur. Buna ek olarak, Şekil 3.3’ten elde edilen verilere dayanarak, Bi-2212 malzemesine katılan itriyumun atomunun, malzemenin plato (doygunluk) bölgesine etkisi saptanmıştır. Tablo 3.2 detaylı şekilde irdelendiğinde, her numunede Vickers sertlik değeri plato limit bölgesine ulaştığı için belirli bir değere kadar hızlı bir düşüş eğilimindedir. Uygulanan kuvvet yükseltildiğinde, kristal yapı içerisinde bulunan kusurlar ve yukarıda belirtilen problemler keskin bir şekilde yükseldiği tespit edilmiştir. Tüm bu bulgular birlikte değerlendirildiğinde, materyallerin mikrosertlik değerleri uygulanan belirli bir kuvvet değerinde neredeyse sabit olarak devam ettiği saptanmıştır. Y-6 numunesi ise diğer katkılı numunelere göre daha az yük değerlerinde ve hızlı bir şekilde plato limit bölgesine ulaştığı tespit edilmiştir (Şekil 3.3). İtريyum atomu yer değiştirme oranı arttıkça mekanik dayanım, mukavemet, plastik deformasyon direnci gibi mekanik özelliklerde azalmaya yol açmaktadır. Zaten Tablo 3.2’de bu bulgular (kırılma tokluğu, elastik sertlik katsayısı, kırılgenlik indeksi ve süneklik) yer almaktadır. Diğer yandan, optimum bizmut atomları ile itriyum atomları yer değiştirmiş Y-2 numunesinde, materyal üzerinde yüksek bir kuvvet uygulandığı zaman mikrosertliğin uygulanan kuvvetle değişimi grafiğinde plato limit bölgesi ortaya çıkar. Bu da bize malzemenin plato bölgesinde en doğru sertlik değerlerini hesaplamamızı sağlamaktadır. Y-2 numunemiz aynı zamanda en yüksek mekanik performans özellikleri sergilemiştir. Ayrıca, saf ve kristal örgüde Y/Bi yer değiştirmiş tüm Bi-2212 süperiletken numunelerin rezilyans değerlerindeki

değişim sonuçlarına göre, hem kristal örgüde Y/Bi değişimi hem de uygulanan test yükündeki artış, Bi-2212 seramik materyallerin rezilyans değerlerinde değişime sebebiyet vermiştir. Ayrıca, saf numune 0,245 N test yükünde 0,31090 MPa rezilyans değerine sahipken, numune üzerine uygulanan test yükü arttığında (2,940 N), bu değere 0,31070 MPa'ya kadar düşmekte olduğu bulunmuştur. Diğer taraftan, Y-2 seramik numunesi ise en yüksek rezilyans değerlerine sahiptir. Şöyle ki, 0,245 N test yükünde 0,33050 MPa'lık bir rezilyans değerine sahipken numune üzerine uygulanan test yükü 2,940 N iken bu materyal 0,31070 MPa'lık bir değere sahiptir. Materyal üzerine uygulanan test yükü artması ile azalan rezilyans değerlerinde en düşük değer 0,20280 MPa olarak 2,940 N uygulanan test yükünde Y-6 numunesi için hesaplanmıştır. Uygulanan kuvvet ile rezilyans değerlerinin azalması, materyallerin tipik ISE davranışı sergilemesindedir. Tüm bu veriler ışığında, optimum itriyum iyonları varlığının hem çatlak yüzey enerjisindeki azalmanın hem de kritik stresteki iyileşmenin bir sonucu olarak çatlak başlatan kusurların ve dislokasyonların üzerine kurulu dislokasyonların yayılmasını azalttığını göstermektedir. Öte yandan, Bi-2212 kristal örgüde itriyum atomlarının aşırı olması, kafesteki kusurlar, bozukluklar, bozulmalar, kafes gerilmeleri, tane yanlış yönlendirmeleri, çatlak üreten her yerde mevcut kusurlar gibi yapısal problemlerdeki hızlı artış nedeniyle numunenin kristallik kalitesini önemli derecede azaltmıştır.

Şekil 3.3'te gösterilen tüm numuneler 0,245 N'den 2,940 N'ye değişen yükler altında kuvvet değeri arttırıldıkça mikro sertlik değerlerinde azalmalar görülmüştür. Çentik Boyutu Etkisi (ISE) davranışı şu şekilde ifade edilebilir. Uygulanan yüklerin artmasıyla malzemedeki çatlamların meydana gelmesi, taneler arasındaki zayıf bağlar, gözeneklilik, yapıda bozulmaların olması, tanelerin yönelmelerinde değişmelerin oluşması sonucu malzemenin sertlik değerlerinde azalmalar ISE davranışını işaret etmektedir. Başka bir deyişle, ISE davranışında uygulanan yük arttıkça ölçülen mikrosertlik değerlerinde azalma gözlenmektedir. Yukarıda belirtilen durumlar, sertliğin azalmasına neden olarak numunenin elastik şekil değişim özelliğinin kaybolduğu bir noktaya işaret etmektedir. Artık sadece plastik deformasyon gözlemlenmektedir. ISE davranışının aksine, uygulanan test yükünün artmasıyla mikrosertlik değerlerinin arttığı ters çentik boyut etkisi (RISE) olarak bilinen bir durum söz konusudur. Ayrıca, Y/Bi yer değiştirme oranı $x=0,01$

iken Y-2 numunesinde girinti boyutu etkisi faktörü ciddi bir iyileşme gösterirken, bu oranın üzerinde girinti (çentik) boyutu etkisi davranışında önemli bir azalış meydana gelmiştir. Katkı oranı artırıldıkça Y-6 numunesinde görüldüğü üzere karakteristik RISE davranışı diğer numunelere oranla kötüleşmiştir. Şekil 3.3'te gösterilen Y-2 örneğinde taneler arasındaki iyi etkileşim ve gerçekleşen kristallenmenin kaliteli olması nedeniyle yapılan Vickers sertlik deneyleri sonuçlarında, 0,245 N'den 2,940 N'ye kadar olan tüm yüklerde diğer Y katkılı örneklerle karşılaştırıldığında daha yüksek değerler elde edilmiştir. Bu bağlamda anlaşılacağı üzere Y-2 materyalin optimum itriyum mol oranına sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bütün örnekler Çentik Boyutu Etkisi (ISE) davranışını göstermiştir. Düşük oranda yer değiştirmiş örneklerde Vickers sertlik sonuçlarının baskın olduğu gözlemlenmiştir. Burada optimum itriyum katkısı, yukarıda belirtilen sebeplerden dolayı oluşan çatlakların yayılmasını ve bu çatlakların oluşmasına neden olan kusurların oluşumunu engeller. Malzemedeki Y iyonu katkı oranı optimum değerden saptıkça, Bi-2212 seramik malzeme içerisinde yukarıda belirtilen kusurlarda hızlı bir artış meydana gelir. Bu artış sonucunda malzemenin kristal yapısının kalitesinde düşüş görülür. Sonuç olarak, çok düşük yüklerde bile oluşan çatlaklar kritik hıza ulaşır ve aktif hale geçer.

Aynı zamanda, Şekil 3.3'ten görüleceği üzere numunelerin orijinal mikrosertlik değerlerinin 2 N ve daha yüksek yüklere kadar hızlı bir şekilde azaldığı ve bu değerden sonra daha yavaş bir şekilde (nerede ise sabit) azalmaya devam ettiği gözlenmiştir. İşte grafiğin bu bölümü materyallerin yükten bağımsız sergiledikleri mekanik performans bölgesi olarak adlandırılır. 2 N değerine kadar hızlı bir şekilde azalmanın nedeni seramik matriste yeni çatlak başlatıcı kusurlara, yapay geri dönüşü olmayan kristal yapı sorunlarına ve geri dönüşü olmayan stres yoğunlaşma bölgelerinin başlamasındandır. 2 N değerinden sonra nerede ise düz devam eden bölgelere gelinecek olursa, bu bölgelerde mikrosertlik parametrelerinin doyma sınır bölgelerinin varlığından dolayı neredeyse sabit kaldığı belirlenmiştir. Şekil 3.3'ten görüleceği üzere, kristal örgüsünde aşırı itriyum iyonu içeren Y-6 materyalin uygulanan göreceli olarak daha küçük test yükünde diğerlerine nispeten daha kolayca plato sınır bölgesine ulaştığı bulunmuştur. Numuneler arasında, yüksek mukavemet ve mekanik performans sergileyen Y-2 seramik örneğine

gelince, diğer numunelere göre doyma sınır bölgesine nispeten daha yüksek bir yük altında geçtiği gözlemlenmiştir.

3.5 Mikrosertlik ile Uygulanan Test Yüklerine Karşı Direnci

Şekil 3.3'ten görüleceği üzere tez kapsamında üretilen tüm numuneler uygulanan test yüklerine karşı farklı direnç sergilemişlerdir. Görsel olarak, uygulanan kuvvete karşı en çok tepkiyi (en hassas olan) Y-6 numunesi olarak bulunurken, en az tepkiyi veren (hassasiyeti en az olan) Y-2 materyali olarak bulunmuştur. Bu yüzden, üretilen numunelerin uygulanan test yüklerine karşı gösterdiği mukavemet/hassasiyeti nicel olarak en yüksek korelasyon ($R^2 \approx 1$) değerlerine sahip üçüncü dereceden formüllerden elde edilen uygun denklemleri kullanarak belirledik. Bulunan bu değerler aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 3.3. $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ numunelerin mikrosertlik parametrelerinin uygulanan test yüklerine bağımlılığı

<i>Malzeme</i>	* Bi-2212 seramiklerin korelasyon değerleri
Saf	$y = -0,00918x^3 + 0,05252x^2 - 0,09223x + 0,47597$
Y-1	$y = -0,00743x^3 + 0,04267x^2 - 0,07625x + 0,47832$
Y-2	$y = -0,00659x^3 + 0,03789x^2 - 0,06883x + 0,5007$
Y-3	$y = -0,00712x^3 + 0,04084x^2 - 0,07330x + 0,48694$
Y-4	$y = -0,01230x^3 + 0,07009x^2 - 0,12143x + 0,44425$
Y-5	$y = -0,01459x^3 + 0,08337x^2 - 0,14458x + 0,39944$
Y-6	$y = -0,01680x^3 + 0,09615x^2 - 0,16662x + 0,38474$

*Kristal örgüye farklı oranda itriyum katkılanmış Bi-2212 seramiklerin mikrosertlik değerlerinin uygulanan yüke bağımlılığı

Tablo 3.3'ten görüleceği üzere üretilen numunelerin elde edilen denklemlerinde x^3 'lü terimlerin hepsi negatif olarak bulunmuştur. Bunun nedeni

tüm numunelerin tipi ISE karakteristik özelliği sergilemesinden dolayıdır. Ayrıca, Tablo 3.3 bize üretilen numunelerin hepsinin materyal yüzeyine uygulanan kuvvete karşı ciddi bir bağımlılık göstermektedir. Numerik sonuçlara bakacak olursak, x^3 terimi 0.00918'den 0.01680'e değiştiği bulunmuştur. Bu bağlamda, Y-6 örneği en büyük x^3 katsayısına (0.01680) sahipken, Y-2 numunesi tüm numuneler arasında en küçük katsayı değerini (0.00918) sergilemiştir. Numerik değerler bize, optimum itriyum iyonu içeren numunenin uygulanan kuvvete karşı en az duyarlı olduğu; buna karşın kristal yapısında en çok itriyum iyonu bulunduran Y-6 materyalinin de uygulanan test kuvvetine karşı en fazla duyarlılık (bağımlılık) gösterdiği tespit edilmiştir. Elde edilen veriler ışığında, optimum katkılı Bi-2212 numunesi uygulanan herhangi bir kuvvet altında yapısındaki çatlak büyüme boyutunu ve çatlak hızını daha iyi kontrol etmiştir. Ancak, aşırı itriyum katkılı Bi-2212 numunesi kristal yapısındaki problemler ve kalıcı kristal yapı sorunları yüzünden (SEM kısmında görülmüştür) geri kazanılamayan stres konsantrasyon bölgelerinin fazlalığına bağlı olarak daha düşük test yüklerinde uygulanan yüke karşı daha duyarlı bir davranış sergiler. Ayrıca, x^3 teriminin katsayısı değerlerine göre, kristal yapıdaki değişimle ilişkili olarak tartışılabilir. Şöyle ki, kristal örgüsünde optimum itriyum iyonu içeren numunenin yüzeyinde bası artık gerilme bölgelerinin oluşumu ve safsızlığa bağlı yeni kafes gerinim alanlarının arttığı daha önceki bölümde tartışılmıştı. Katsayıdaki bağımlılık direkt olarak katkı oranı ile Bi-2212 seramik materyallerin yüzey bası artık gerilme bölgelerinin ve gerinim enerjisinin nasıl değiştiği hakkında bilgi vermektedir. Yani, Y-2'ye ait katsayı bize çatlakların ve dislokasyonların hareketine karşı direncin daha fazla olduğunu gösterir. Böylece Bi-222 yapısında çatlak ve dislokasyonların yayılması, optimum Y iyon katkılama ile olabildiğince sınırlandırılır [56]. Bu da materyalin mukavemetini arttırmaktadır.

3.6 Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y Seramiklerinin Katkı Oranına Bağlı Granülerlik Derecesinin Değişimi

Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y seramiklerinin granülerlik derecesi değişimi elastite modüllerine bağlı olarak hesaplanmış ve elde edilen değerler Tablo 3.4'te numerik olarak verilmiştir [57, 58]. Granülerlik derecesindeki değişim, uygulanan test yükleri ile Bi-2212 sistemine kalıcı kristal yapı sorunları, yeni çatlak başlatıcı kusurlar ve geri dönüşü olmayan gerilme konsantrasyon bölgeleri arasındaki ilişkiyi

ifade eder. Gözeneklilik (P) parametrelerinin (elastisite modülüne bağlı) itriyum katkı oranı ve uygulanan test yükleri arasındaki bağılılığı, aşağıdaki denklem yoluyla analiz edilmiştir [55]:

$$E = E_0(1 - 1.9P + 0.9P^2) \quad (10)$$

Yukarıda verilen denklemde kullanılan E0 parametresi, çalışılan numunelerde hesaplanan en büyük değer olan 44,6288 GPa parametre kullanılmıştır. Elde edilen E değerleri Tablo 3.4'te verilmiştir.

Tablo 3.4. Uygulanan test yüklerinde numunelerin gözeneklilik değişimi

<i>Çalışılan Numunler</i>	<i>Uygulanan Test Yüğü (N)</i>				
	<i>0,245</i>	<i>0,490</i>	<i>0,980</i>	<i>1,960</i>	<i>2,940</i>
	<i>Bağıl hacim fraksiyonu gözenekliliğı (%)</i>				
Saf	3.176	5.508	6.404	6.758	6.930
Y-1	2.593	4.502	5.300	5.703	5.920
Y-2	-----	1.684	2.431	2.902	3.211
Y-3	1.581	3.406	4.171	4.598	4.853
Y-4	7.406	10.580	11.793	12.263	12.111
Y-5	13.356	17.198	18.981	19.260	19.400
Y-6	15.760	20.216	22.461	22.699	22.811

Tablodan görüldüğü üzere, granülerlik derece parametreleri itriyum katkı miktarı ve uygulanan test yükü ile değişmektedir. Daha detaylı olarak, kristal örgüde itriyum katkı oranı x=0,01 değerine artması ile azalma granülerlik derece parametre değerlerinde bir azalma bulunurken, katkı değeri arttıkça parametrede artış gözlemlenmiştir. Kristal örgüye optimum itriyum katkılama, Bi-2212 seramik malzemenin dayanıklı tetragonal fazını güçlendirmiştir. Bu yüzden uygulanan kuvvet ile granülerlik derecesinde diğer numunelere göre daha az değişmiştir. Uygulanan kuvvet ile granülerlik derece parametresinin değişimine gelinecek

olursa, numuneler üstüne kuvvet arttıkça parametrede azalma tespit edilmiştir. Bu bağlamda en büyük granülerlik derece parametre değeri Y-6 numunesi için %22,811 olarak hesaplanmıştır. Uygulanan kuvvet ile granülerlik derecesindeki bu artışın nedeni numunelerin kristal yapılarındaki problemlerin artışı ile ilişkilidir. Bu bağlamda, kristal yapısında maksimum itriyum iyonu içeren Y-6 numunesinin uygulanan test yükü ile gözenekliliğinde (porozite) hızlı artış, numunenin test yüküne en fazla hassasiyet göstermektedir. Uygulanan test yüküne bağlı yapıda porozite artışı, kristal yapıda problemler ve kalıcı kristal yapı sorunları yüzünden geri kazanılamayan stres konsantrasyon bölgelerinin fazlalığından kaynaklanmaktadır. Bu yüzden, tez kapsamında çalışılan malzemeler arasında Y-6 numunesi kuvvet altında en kötü mekanik performans davranışı sergiler. Bunun yanı sıra, gözeneklilik derecesi 2 N uygulanan test yüküne kadar çok da hızlı bir şekilde azaldığı, bu test yükü üstünde gözeneklilik değerlerinin sabit bir şekilde (neredeyse sabit kaldığı) arttığı görülmüştür.

3.7 Vickers Mikro-indentasyon Sertlik Testlerinin Teorik Modellerle Analizi

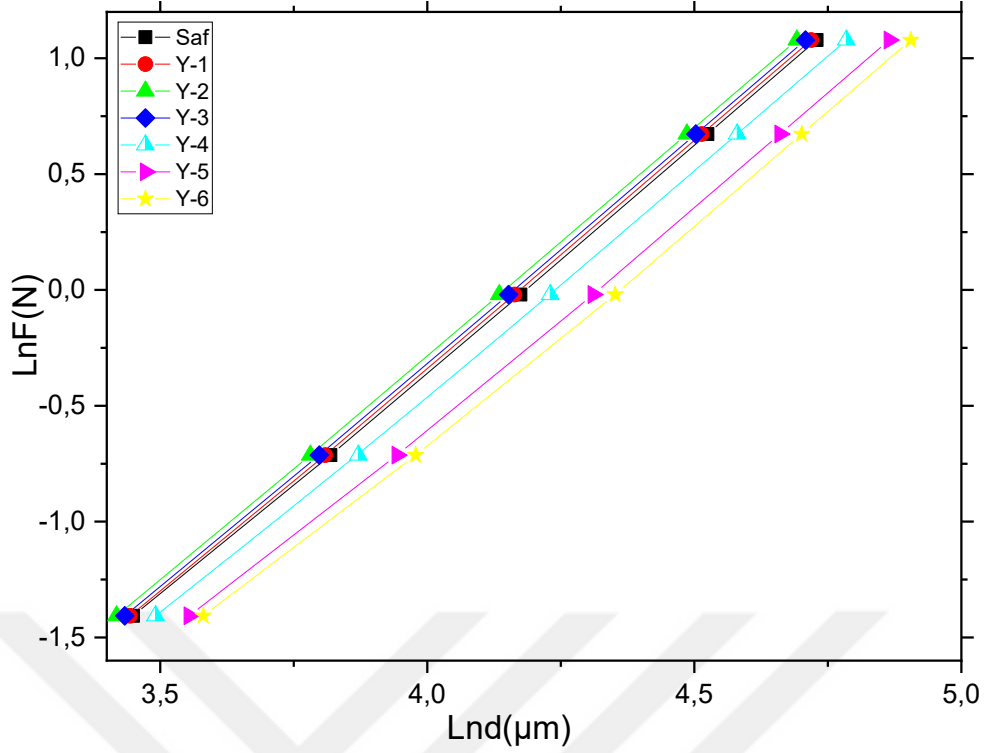
Bi-2212 seramik kristal yapısındaki Y/Bi oranına bağlı olarak elde edilen mikrosertlik değerlerini kullanarak, örneklerin mekanik özellikleri, literatürde bulunan modellerle detaylı bir şekilde araştırılmıştır. Bulunan sonuçlar Tablo 3.5'te detaylı olarak verilmiştir. Tablo 3.5'te Meyer Yasası (MY), çentik kaynaklı çatlak (IIC), Hays Kendall (HK), elastik/plastik deformasyon (EPD), orantısal numune direnci (PSR), modifiye orantısal numune direnci (MPSR) model sonuçları verilmiştir. Ancak, plato sınır bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik parametre değerlerinde en başarılı olan modelleri detaylı olarak tartıştık. Bu bağlamda ilk model olarak HY teorik yaklaşımı sonuçlarını aşağıda inceledik.

3.7.1 $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ Seramiklerin Mekanik Karakteristik Özelliklerin Meyer Kanununa (MK) Dayalı İnceleme

Meyer Kanunu, malzemelerin yüke bağımlı ve yükten bağımsız mikrosertlik özelliklerini incelemek için kullanılan teorik modellerden biridir. Bu yöntem, üretilen materyalin temel mekanik karakteristik özelliğini (ISE veya RISE) incelemek için mükemmel bir şekilde işlev görmektedir. Malzemelerin mekanik karakterizasyonu, uygulanan çentik test yükü (F) ve ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^n) arasındaki ilişkiye dayalı olarak Meyer sayısı (n) ile belirlenir. Bu bağıntı aşağıdaki gibidir [59].

$$F = A_{Meyer}d^n \quad (11)$$

Bu denklemde n Meyer sayısı simgelerken, A_{Meyer} sabiti Vickers mikrosertlik katsayısını gösterir. Literatürde n değeri için 3 farklı skala belirlenmiştir. Bu skalanın temeli $n=2$ dengesine ölçüsüne dayandırılmaktadır. Diğer bir deyişle, eğer bir malzemenin n değeri 2'den ($n > 2$) büyük ise bu tarz materyaller TÇBE davranışını gösterir iken $n < 2$ durumunda ise bu tarz malzemeler F doğasına sahiptirler ve mikrosertlik değerleri uygulanan yük ile azalır. Eğer Meyer sayısı tam olarak 2 ($n=2$) ise mikrosertlik değerleri uygulanan yükten tamamen bağımsızdır [60]. Bu çalışmada kapsamında üretilen tüm seramiklere ait n değerleri Şekil 3.4'te verilen $\ln F$ 'in $\ln d$ ile değişen grafiklerden çıkarılmıştır. Grafikten de görüleceği üzere, hem uygulanan kuvvet ile hem de katkı oranı ile materyallerin eğimleri ciddi olarak değişmektedir. Böylece, tüm materyallerin ekstrapolasyon yöntemi ile hesaplanan değerleri ve $x=0$ noktasında y eksenini kesen nokta olarak hesaplanan A_{Meyer} sayıları Tablo 5.5'te detaylı olarak verilmiştir.



Şekil 3.4. $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ numunelerin uygulanan test yükünün doğal logaritması $\ln(F)$ ile çentik boyunun doğal logaritması $\ln(d)$ ile değişim grafiği,

Tablo 3.5'ten görüleceği üzere, n değerlerinin kristal yapıdaki itriyum değişim miktarına ciddi şekilde bağlı olduğu tespit edilmiştir. Hesaplanan tüm n değerleri 2'den küçük olduğundan çalışılan tüm numuneler standart ISE davranışını göstermiştir [61]. Bu nedenle hem saf malzeme hem de itriyum ile değiştirilmiş Bi-2212 numuneleri aynı anda hem geri dönüşümlü (elastik) hem de geri alınamaz (plastik) deformasyon sergiler. Yani, uygulanan kuvvetlerin malzeme üzerinden kaldırılması durumunda sistem hızla toparlanır. Açıkça görüldüğü gibi, tabloda hesaplanan n katsayısı saf numune için 1,945 iken, optimum katkılanmış numune için 1,954 olarak bulunmuştur. Bu kritik katkılama değerinden sonra n değerinde hızlı bir düşüş olmuş ve en küçük değer, Y-6 seramik numunesi için 1,881 olarak bulunmuştur. Bu bağlamda, Bi-2212 seramik yapılarının sergilediği standart ISE karakteristik doğası, optimum itriyum iyonu ile artarken, bu değer üstünde azalmakta ve hatta $x=0,12$ için ISE davranışı en düşük seviyeye düşmüştür. Bu bulgu daha önceki bölümlerde detaylı olarak tartışılmıştır. Böylece, ML teorik modeli, optimum katkılamada genel mekanik özelliklerin neden iyileştiğini açıkça

göstermektedir. Bu bağlamda, Bi-2212 süperiletken kristal yapısındaki Y miktarındaki artış, uygulanan test yüküne karşı olan hassasiyet derecesini artırmaktadır.

Tablo 3.5. Y katkılı Bi-2212 malzemelerin farklı modellerle hesaplanmış mikrosertlik parametreleri

Örnekleme	Meyer's Law		PSR Model		MPSR Model			EPD Model		HK Model		IIC Model	
	A _{ME}	n	α	β	W _X	A _{0M}	A _{1P}	d _e	A _{2EPD}	W	A _{3HK}	K _{X1}	m
	x10 ⁻		10 ⁻	10 ⁻⁴	10 ⁻²	PSR	SR	x1	x10 ⁻¹	x1	x10 ⁻⁴	10 ⁻²	
Pu	2.95	1.9	0.65	2.23	2.16	-	2.29	0.2	0.149	0.1	2.282	3.18	-
Y-	2.93	1.9	0.60	2.29	1.23	1.52	2.32	0.1	0.151	0.1	2.337	4.44	-
Y-	3.05	1.9	0.61	2.42	0.26	5.06	2.42	0.1	0.155	0.1	2.461	5.38	-
Y-	2.97	1.9	0.60	2.37	0.83	2.95	2.36	0.1	0.153	0.1	2.386	4.85	-
Y-	2.88	1.9	0.80	1.98	3.74	-	2.07	0.2	0.141	0.2	2.045	1.03	-
Y-	2.77	1.9	0.99	1.66	5.57	-	1.78	0.3	0.129	0.2	1.733	0.18	-
Y-	2.82	1.8	1.14	1.52	7.21	-	1.65	0.4	0.123	0.3	1.594	0.10	-

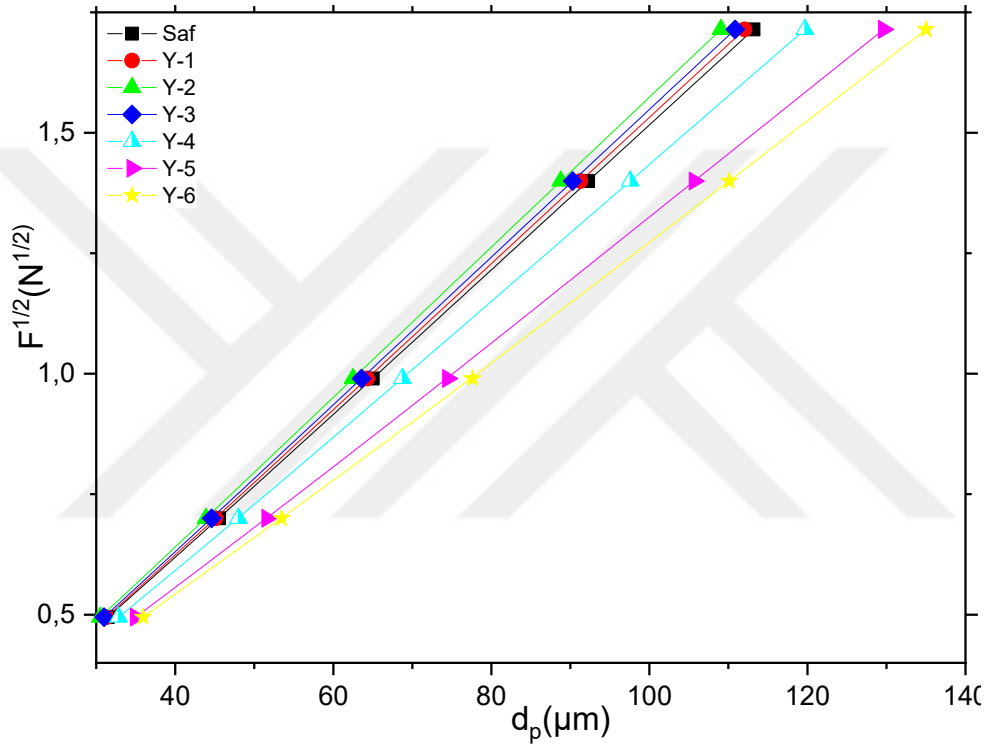
3.7.2 Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) Modeline Göre Bi_{2.0}-xY_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y Seramik Süperiletken Materyallerin Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Elastik/Plastik Deformasyon (EPD) modeli, malzemenin genel mekanik özelliklerini, mikrosertlik karakteristik özelliklerini ve plato limit bölgesindeki gerçek mikrosertlik değerlerini incelemek için kullanılır. Modelde, elastik toparlanma ile çentik köşegen uzunluğu arasında güçlü bir bağ bulunmaktadır. Bu nedenle, hesaplama modülünde plastik deformasyonu içeren yeni bir doğrulama terimi bulunmakta ve formülü aşağıdaki gibidir [62].

$$F = A_{2EPD}(d_e + d_p)^2 \quad (12)$$

Yukarıdaki denklemdeki A_{2EPD} ve d_e katsayıları, Şekil 3.5'te verilen uygulanan çentik test yükünün (F^{1/2}) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d_p) ile değişimine ait eğrilerin üstünden ekstrapolasyon yöntemi ile elde edilmektedir. Elde edilen numerik değerler Tablo 5.5'te detaylı olarak verilmiştir. Tablodan görüldüğü üzere, tüm hazırlanan numuneler için bu d_e değerleri pozitif olarak bulunmuştur. Bu bağlamda, projenin kapsamında hazırlanan tüm materyaller standart ISE davranışını sergilemektedir. Diğer modellerden elde edilen sonuçlar gibi, üretilen

tüm malzemelerin kristal yapıları aynı anda hem geri dönüşümlü (elastik) hem de geri alınamaz (plastik) deformasyonu sergilediği bulunmuş ve uygulanan kuvvetin malzeme üzerinden kaldırılmasıyla sistemlerin hızla toparlanması gerçekleşmektedir. Numerik olarak incelendiğinde, saf numunenin d_e katsayısı $2,12 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ olarak bulunurken, bu değer Y-1 numunesi için $1,95 \times 10^{-2} \mu\text{m}$, Y-2 için $1,92 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ (minimum nokta), Y-3 için $1,93 \times 10^{-2} \mu\text{m}$, Y-4 için $2,75 \times 10^{-2} \mu\text{m}$, Y-5 için $3,65 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ ve Y-6 için $4,35 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ (maksimum değer) olarak bulunmuştur.



Şekil 3.5. Saf ve Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 seramik materyallerin uygulanan çentik test yükünün ($F^{1/2}$) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri

Değerin $x=0,01$ katkılama oranında azalması, numune üzerine uygulanan kuvvetin malzemeye (malzemenin uygulanan yüke karşı mukavemetinin artmasından dolayı) daha az zarar vermesi olarak anlaşılır. Yani, çalışılan malzemeler arasında Y-2 numunesinin en yüksek mekanik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Aksine, Y/Bi yer değiştirme oranının optimum değeri üzerine çıkmasıyla Bi-2212 materyalinin mekanik mukavemetine, kritik gerilme değerine, sertliğine ve uygulanan kuvvete karşı dayanıklılığına (tetragonal fazın dayanıklılığı) zarar vermiştir. Yine bu model aracılığıyla üretilen tüm

numunelerin doyunluk limit bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerlerini aşağıda verilen bağıntı ile araştırılmıştır.

$$H_{EPD} = 1854 \cdot A_{2EPD} \quad (13)$$

Yarı amprik yaklaşımlarla elde edilen tüm mikro sertlik değerleri Tablo 3.6'da detaylı olarak verilmiştir (Tabloda tüm modellere ait sonuçlar yer almaktadır).

Tablo 3.6. Plato limit bölgelerindeki Vickers mikrosertlik parametrelerinin H_{EPD} , H_{HK} ve H_{PSR} 'ye göre hesaplanması

Numune	H_{PSR} (GPa)	H_{MPSR} (GPa)	H_{EPD} (GPa)	H_{HK} (GPa)	H_{HC} (GPa)	H_v (GPa)
<i>Saf</i>	0.414	0.475	0.414	0.473	0.436	0.475-
<i>Y-1</i>	0.425	0.430	0.424	0.432	0.444	0.434-
<i>Y-2</i>	0.449	0.449	0.448	0.456	0.469	0.458-
<i>Y-3</i>	0.434	0.438	0.434	0.441	0.454	0.4440.47
<i>Y-4</i>	0.367	0.384	0.367	0.378	0.393	0.381-
<i>Y-5</i>	0.308	0.330	0.309	0.321	0.338	0.324-
<i>Y-6</i>	0.282	0.306	0.282	0.295	0.314	0.299-

Grafikten anlaşılacağı üzere, doyunluk limit bölgesinde hesaplanan yükten bağımsız mikrosertlik değerleri, beklenen değerlerden çok daha küçük olarak bulunmuştur. Bu bağlamda, EPD teorik modelin, malzemelerin genel mekanik özelliklerini ve mikrosertlik karakteristik özelliklerini başarıyla belirleme konusunda etkili olduğu, aynı zamanda plato limit bölgesinde doğru mikrosertlik değerlerini belirleme konusunda çok iyi sonuçlar verdiği söylenebilir.

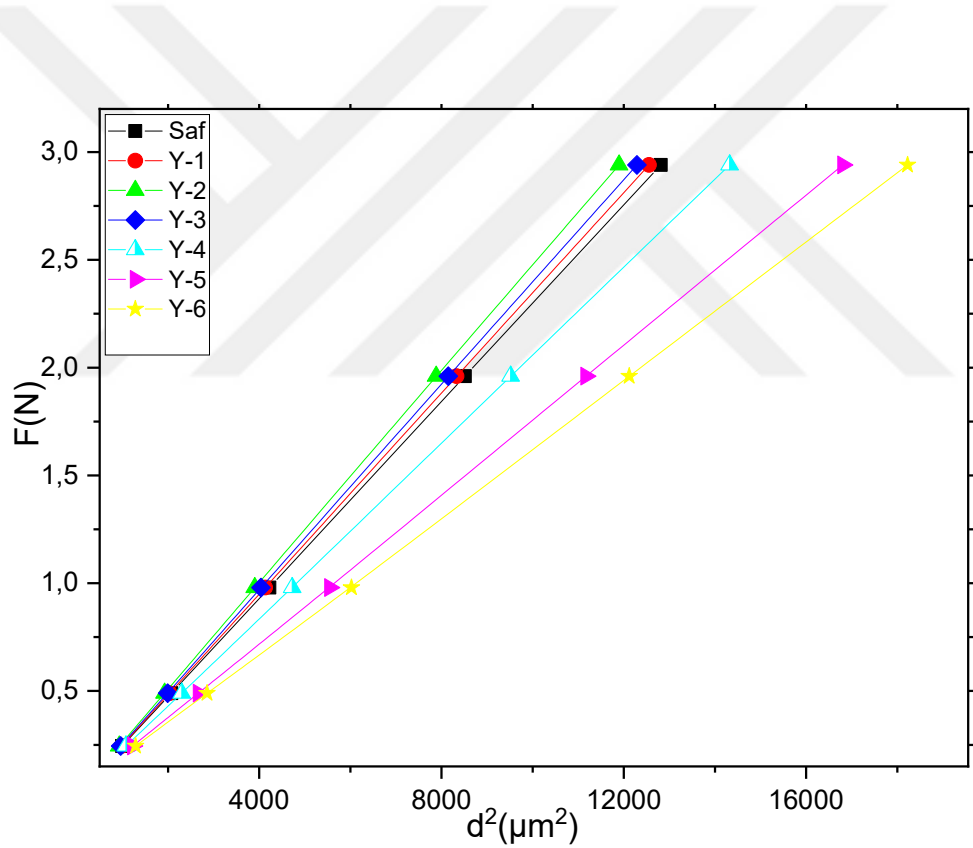
3.7.3 Çalışılan Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Hays Kendall (HK) Yaklaşım ile İncelenmesi

Hays Kendall (HK) hesaplama modülü, genellikle katı materyallerin genel mekanik özelliklerinin, mikrosertlik karakteristik özelliklerinin ve plato limit bölgesindeki yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinin tanımlanmasında kullanılan bir modeldir. HK hesaplama modülü, yüzeye uygulanan kritik bir test yükü (W olarak kısaltılır) sonucu yüzeyde oluşan elastik ve plastik deformasyonla ilgili bir sabit içerir [63]. Diğer bir değiş ile model uygulanan çentik test yükü ve

plastik deformasyon arasında bağlantı kuran etkili yük terimi içerir ve bu yükün değeri $F_{eff} = F - W$ bağıntısı ile ifade edilir. Neticede, HK modelin matematiksel ifadesi aşağıdaki gibidir.

$$F - W = A_{3HK} d^2 \quad (14)$$

Bu denklemden, çalışılan örnekler için A_{3HK} katsayıları Şekil 3.6'da gösterilen uygulanan çentik test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafiklerinden ekstrapolasyon yöntemi ile elde edilmiştir. Bu değerler Tablo 3.5'te numerik olarak verilmiştir. Tablodan anlaşılacağı üzere, tüm kritik test yükleri (W) pozitif olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.6. Saf ve Y/Bi yer değiştirmiş Bi-2212 materyallerinin uygulanan çentik test yükünün (F) ortalama girinti köşegen uzunluğu (d^2) grafikleri

Diğer modellerde olduğu gibi üretilen tüm $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik malzemeler standart ISE davranışı göstermektedir. Bu bağlamda, üretilen tüm malzemeler kristal yapılar geri dönüşümlü ve geri alınmaz deformasyonu aynı

anda sergiler. Yani, çalışılan materyaller üzerine uygulanan test yükünün kaldırılması ile sistemlerin hızlıca toparlandığı gözlemlenir. W parametresinin sayısal değerlerine göz atacak olursak saf numune $1,76 \times 10^{-2}$ N olarak bulunurken, bu değer optimum yer değiştirmiş numune için azalarak $1,73 \times 10^{-2}$ N olarak hesaplanmıştır. Optimum yer değiştirme oranının üstünde ise W katsayısı sürekli artarak Y-6 numunesi için maksimum olan $1,73 \times 10^{-2}$ N değerine ulaşmıştır. Bi-2212 kristal yapısında daha fazla itriyum atomu bulunması ile W parametresinde ciddi bir yükselme gözlenmektedir. Bu değişimlerin temel sebebi, optimum katkılama oranında Bi-2212 materyalinin en yüksek mekanik özelliklere sahip olmasından kaynaklanırken, kristal örgüde bizmut atomları ile itriyum atomlarının yer değiştirme miktarının artması ise çalışılan örneklerin mekanik mukavemetine, kritik gerilme değerine, sertliğine ve uygulanan kuvvete karşı dayanıklılığına zarar vermiştir. Diğer modeller gibi HK teorik yaklaşımı tez kapsamında çalışılan tüm numunelerin doyumluk limit bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerlerini incelememize olanak sağlamıştır. Şöyle ki,

$$H_{HK} = 1854 \cdot A_{3HK} \quad (15)$$

Formüle göre elde edilen tüm H_{HK} değerleri Tablo 3.6'da gösterilmiştir. Bu değerler doğrultusunda doyumluk limit bölgesinde hesaplanan yükten bağımsız mikrosertlik değerleri gerçek değerlerine (diğer modellerin hesaplarına kıyasla) yakın çıkmıştır. Bu bağlamda, HK modeli tez kapsamında üretilen $Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y$ seramik süperiletken materyallerin genel mekanik özelliklerini, mikrosertlik karakteristik özelliklerini belirlemede tamamen başarılıdır. Ancak, doyumluk limit bölgesinde hesaplanan yükten bağımsız mikrosertlik değerlerine belirlemede aynı başarıyı sergilememiştir. Her şeye rağmen, diğer modellere göre üstün olmasından dolayı, HK teorik yaklaşımı yükten bağımsız mikrosertlik değerleri incelemesinde kullanılabilir.

3.7.4 Üretilen Numunelerin Çentik Kaynaklı Çatlak Modele (IIC) Dayalı Mekanik Karakteristiklerinin İnceleme

Bu modelde girinti test yükü dört temel nedenden dolayı numune direnci tarafından kısıtlanır (Koralay vd., 2014). Bunlar sırası ile

- 1- İğne ucu sürtünmesi veya numune arayüzü,
- 2- Elastik deformasyon,
- 3- Plastik deformasyon,
- 4- Numune içerisindeki çatlaklardır.

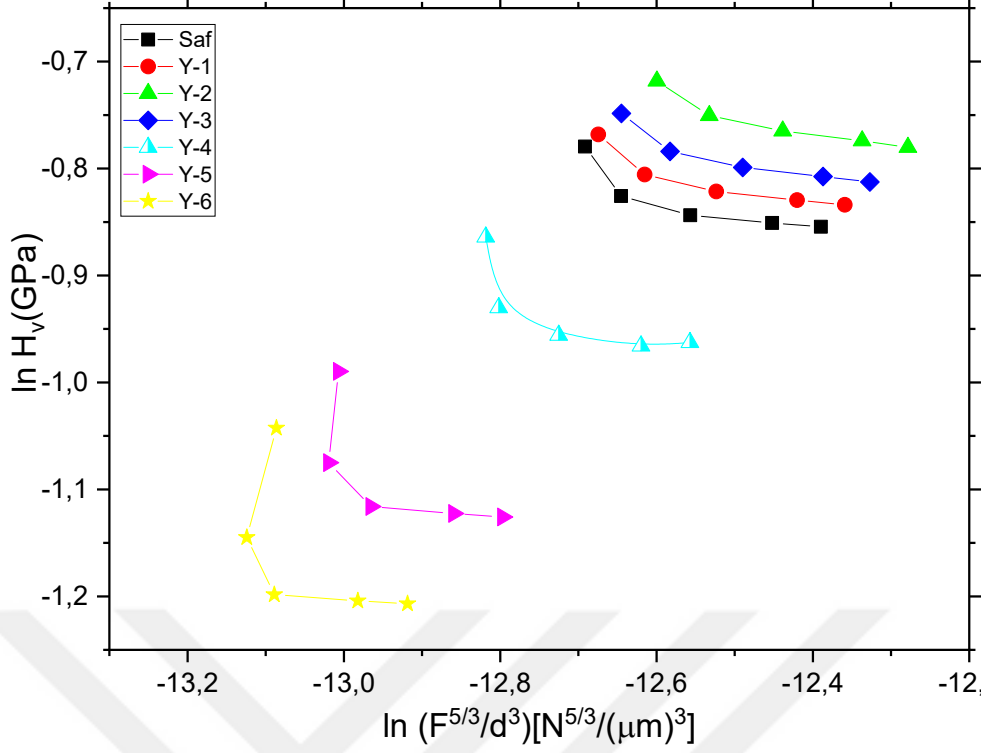
Sürtünme ve elastik deformasyon malzemelerin standart çentik boyut etkisi davranışı sergilemesinin temel nedeniyken, plastik deformasyon ve numune içerisindeki çatlaklar malzemelerin standart olmayan ters çentik boyut etkisi davranışı sergilemesinde rol oynar [64-66]. Bu modele göre aşağıdaki bağıntıdan yükten bağımsız mikrosertlik değerleri belirlenebilir.

$$H_{IIC} = \lambda_1 K_1 (F/d^2) + K_2 (F^{5/3}/d^3) \quad (16)$$

Denklemden verilen kısıtlamalarda d çentik izi, K_1 iğnenin geometrisi, K_2 çentik test yüküne bağlı bir değerdir. Malzemelerin plastik veya gevrekliği hakkında bilgi veren λ_1 değeri sabit bir sayıdır. Seramik malzemelerde bu durum fonksiyonu kısaca aşağıdaki gibi yazılabilir:

$$H_{IIC} = K (F^{5/3}/d^3)^m \quad (17)$$

Bu modele ait grafik Şekil 3.7'de verilmiştir. Hesaplanan m değeri malzemenin mekanik davranışı hakkında bilgi verir. ISE davranışı 0,6'dan büyük m değerlerinde, RISE davranışı 0,6'dan küçük m değerlerinde sergilenir [67-69].



Şekil 3.7. Bi_{2.0-x}Y_xSr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.0}O_y seramiklerin mikrosertlik değerleri ln(H_v) ile girinti test yükleri ln(F^{5/3}/d³) eğrilerinin değişimi

Tablo 5.5'ten görüleceği üzere, m değeri saf numune için -0.213, Y-1 için -0.182, Y-2 için -0.171, Y-3 için -0.183, Y-4 için -0.294, Y-5 için -0.473 ve Y-6 için -0.445 olarak hesaplanmıştır. Tüm bu değerler 0.6'dan küçük olmasından dolayı tüm numunelerin tipi çentik boyut etkisi gösterdiği aşıkârdır. Numerik değerlerden görüleceği üzere, optimum yer değiştirme değerine doğru m değerinde bir artış olduğu bulunmuştur. Bu bağlamda üretilen numunelerin kristal örgüsündeki kusurların, bozuklukların, bozulmaların, kafes gerilmelerinin, tane yanlış yönlendirmelerinin, çatlak üreten her yerde mevcut kusurlar gibi yapısal problemlerin itriyum katkısı ile azaldığı gözlemlenmiştir. Ancak, optimum yer değiştirme değerinden sonra m değerinde azalma olduğu ve maksimum yer değiştirme durumunda bu değer minimum (-0.445) değere ulaştığı bulunmuştur. K değerindeki değişmeye gelinecek olunursa, optimum yer değiştirme durumunda Y-2 örneği maksimum $5,382 \times 10^{-2} \text{N}^{(3-5m)/3} / \mu\text{m}^{(2-3m)}$ olarak hesaplanırken bu değer Bi-2212 kristal örgüde maksimum itriyum olması durumunda minimum $1,000 \times 10^{-2} \text{N}^{(3-5m)/3} / \mu\text{m}^{(2-3m)}$ olarak hesaplanmıştır. Ayrıca, Tablo 3.6'da görüldüğü üzere, verilen tüm modeller arasında IIC modelin doygunluk limit bölgesinde hesaplanan

yükten bağımsız mikrosertlik değerleri gerçek değerlere çok yakın sonuç verdiği bulunmuştur. Hatta diğer yaklaşımlarla karşılaştırıldığında yükten bağımsız doyma bölgesi aralığında kalmayı başaran tek model olduğu da aşikârdır.



4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, $\text{Bi}_{2.0}\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ kristal yapısına $0,00 \geq x \geq 0,12$ gibi farklı mol oranlarda itriyum iyonları katkılayarak yeni oluşan Bi-2212 seramik malzemelerin ana mekanik performans (sertlik kayma modülü, elastik modülü, kırılma indeksi, akma dayanımı, elastik sertlik katsayısı, kırılma tokluğu, süneklik ve esneklik modülü) parametrelerinin, dayanıklı tetragonal fazın, yüzey morfolojisi görünümünün ve temel mekanik karakteristik özelliklerinin değişimi araştırılmıştır. 0,245 N-2,940 N uygulanan yük altında alınan Vickers mikrosertlik sonuçları, $x=0,01$ itriyum katkı oranında hazırlanan materyalin en yüksek mekanik özellikleri sergilediği bulunmuştur. Bu bağlamda, optimum katkı durumunda hazırlanan Bi-2212 sistemi en yüksek yüzey bası artık gerilme bölgelerine ve kafes gerilme alanlarına sahip olduğu bulunmuştur. Bu da optimum Y varlığı Bi-2212 seramik malzemelerin tetragonal fazının stabilizasyonuna işaret eder. Benzer olarak, itrium iyonları Bi-2212 yapısı içinde bağ oluşumunu artırıp gözeneklilik derecesini azaltmıştır.

Kristal örgüdeki çatlak büyüklüğünü ve çatlak büyüme hızı da kontrol altına alınmıştır. Yine Vickers sertlik ölçümleri, optimum Y ile hazırlanan numunenin uygulanan kuvvete karşı daha az hassasiyet gösterdiğini göstermiştir. EDX Spektroskopik yöntemle itriyum iyonlarının sisteme başarılı bir şekilde katıldığı belirlenmiş ve tüm ürünlerin, hazırlama işlemi sırasında kullanılan elementlerden (O, Ca, Sr, Cu, Y ve Bi) oluştuğu ve katkı oranının artması ile malzemede itriyum iyonlarının arttığı belirlenmiştir. Ayrıca, Bi-2212 seramik sistemde Y miktarının artmasına bağlı olarak Bi elementinin sürekli olarak azaldığı tespit edilmiştir. Buna karşın, Cu elementi optimum katkı durumunda en yüksek değerde iken katkı oranı arttıkça azaldığı belirlenmiştir. SEM ölçümlerine bağlı olarak Bi-2212 seramik matrisin kristallenme mekanizması, çekirdeklenme kinetiği, aktivasyon enerji ve termodinamik kararlılığı hakkında tartışmalar yapılmıştır. Optimum itriyum katkı durumunda Bi-2212 materyalinin çekirdeklenme sıcaklığının artmasına bağlı olarak en yüksek termodinamik kararlılığı sergilemiştir. SEM fotoğraflarından, $\text{Bi}_{2.0-x}\text{Y}_x\text{Sr}_{2.0}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.0}\text{O}_y$ seramik numunelerin kristal örgüsünde itriyum iyonu ile kristal kalitesinin ve yüzey morfolojisinin ciddi bir şekilde değiştiği belirlenmiştir. Daha detaylı olarak, optimum itriyum katkılı Y-2 seramik

malzemesi en yüksek kristallik kalitesine, en iyi şekilde istiflenmiş katmanlara, en pürüzsüz ve yoğun yüzeylere, tanecikler ve tane hizalama oryantasyonları arasındaki en sağlam bağlantıya ve en büyük parçacık büyüme boyutu dağılımlarına, istiflenmiş katmanların arasındaki en iyi bağlantıya sahip olduğu bulunmuştur. Bunun yanı sıra, tüm saf ve kristal örgüsü Y/Bi değiştirilmiş Bi-2212 numunelerin standart çentik boyut etkisi (ISE) karakterini sergilediği ve numuneler arasında $x=0,01$ itriyum içeren numune en dikkat çekici ISE davranışını sergilemiştir. Tüm bu bulgular, yarı-deneysel mekanik modeller ile incelenmiş oluplato sınır bölgesinde yükten bağımsız mikrosertlik değerleri incelemede en başarılı model IIC olarak bulunmuştur. Böylece, itriyum atomlarının optimum oranda kullanılmasıyla elde edilen Bi-2212 seramik malzemesinin uygulamaya yönelik malzeme biliminde, enerji teknolojisinde, endüstride, büyük ölçekli mühendislik, gelecek ve ticari uygulama alanlarında kullanımı için uygun olduğu bulunmuştur.

5. KAYNAKLAR

(Bu tez çalışmasında Vancouver atıf sistemi kullanılmıştır.)

1. S.H. Jeong, J.B. Song, Y.H. Choi, S.G. Kim, B.S. Go, M. Park, H. Lee, (2016). Effect of micro-ceramic fillers in epoxy composites on thermal and electrical stabilities of GdBCO coils. *Composites Part B: Engineering*, 94, 190-196.
2. H. Fallah-Arani, A. Sedghi, S. Baghshahi, R.S. Moakhar, N. Riahi-Noori, N.J. Nodoushan, (2022). Bi-2223 superconductor ceramics added with cubic-shaped TiO₂ nanoparticles: Structural, microstructural, magnetic, and vortex pinning studies. *Journal of Alloys and Compounds*, 900, 163201.
3. E. Hannachi, Y. Slimani, A. Ekicibil, A. Manikandan, F. Ben Azzouz, Excess conductivity and AC susceptibility studies of Y-123 superconductor added with TiO₂ nano-wires, *Materials Chemistry and Physics*, 235, 2019,
4. Y. Wang, Y. Zheng, (2014). Review of research and measurement for application properties of HTS tapes. *Science China Technological Sciences*, 57(8), 1568-1577.
5. Y. Zalaoglu, C. Terzioglu, T. Turgay, G. Yildirim, (2018). Detailed survey on minimum activation energy for penetration of Ni nanoparticles into Bi-2223 crystal structure and temperature-dependent Ni diffusivity. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 29(4), 3239-3249.
6. R.S. Dondapati, A. Kumar, G.R. Kumar, P.R. Usurumarti, S. Dondapati, (2017). Superconducting magnetic energy storage (SMES) devices integrated with resistive type superconducting fault current limiter (SFCL) for fast recovery time. *Journal of Energy Storage*, 13, 287-295.
7. Y. Slimani, M.A. Almessiere, E. Hannachi, A. Baykal, A. Manikandan, M. Mumtaz, F.B. Azzouz, (2019). Influence of WO₃ nanowires on structural, morphological and flux pinning ability of YBa₂Cu₃O_y superconductor. *Ceramics International*, 45(2), 2621-2628.
8. Y. Slimani, M.A. Almessiere, E. Hannachi, M. Mumtaz, A. Manikandan, A. Baykal, F. Ben Azzouz, (2019). Improvement of flux pinning ability by tungsten oxide nanoparticles added in YBa₂Cu₃O_y superconductor, *Ceramics International*, 6, 6828-6835,
9. H.K. Onnes, (1911). Further experiments with Liquid Helium. D. On the change of Electrical Resistance of Pure Metals at very low Temperatures, etc. V. The Disappearance of the resistance of mercury, *Koninklijke Nederlandsche Akademie van Wetenschappen Proceedings*, 14, 113-115.
10. P.G. Gallardo, M. Palmera, M. Munoz, S. Duran, M. Quintero, E. Quintero, L. Nieves, E. Moreno, M.A. Ramos, H. Romero, (2013). Superconductivity Observation in A (CuInTe₂)_{1-x}(NbTe) Alloy with x=0.5, *Adv. Mat. Sci. & Technol.* 01-11
11. T.P. Sheahen, *Introduction to High-temperature Superconductivity*, 1st ed., Kluwer Academic Publishers, New York, Boston, 2002.
12. S. Eryılmaz, (2015). Malik asit (C₄H₆O₅) katkılı MgB₂ süperiletkeninin mekaniksel özellikleri. *Fen Bilimleri Enstitüsü*.
13. O. Jankovský, F. Antončík, T. Hlášek, V. Plecháček, D. Sedmidubský, Š. Huber, M. Lojka, V. Bartůněk, (2018). Synthesis and properties of YBa₂Cu₃O_{7-δ}-Y₂Ba₄CuWO_{10.8} superconducting composites, *Journal of the European Ceramic Society*, 38(6), 2541-2546,

14. C.K. Rhee, C.J. Kim, H.G. Lee, I.H. Kuk, J.M. Lee, I.S. Chang, C.S. Rim, P.S. Han, S.I. Pyun, D.Y. Won, (1989). Effects of Pb content on the formation of the high-T_c phase in the (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O system, *Jpn. J. Appl. Phys.* 28, L1137–L1139.
15. Y. Zalaoglu, G. Yildirim, C. Terzioglu, (2013). Magnetoresistivity study on Cr added Bi-2212 superconductor ceramics with experimental and theoretical approaches. *J. Mater. Sci.* 24, 239–247.
16. S. İzmirli, (2019). Bi(1,8-x)Pb_{0,2}GaxSr₂CaCu₂O_y süperiletken sisteminin manyetik, mekanik ve mikroyapısal özelliklerinde Bi-Ga kısmi yer değişimi etkisinin incelenmesi. Fen Bilimleri Enstitüsü.
17. U. Erdem, Y. Zalaoglu, A.T. Ulgen, T. Turgay, G. Yildirim, (2021). Role of trivalent Bi/Tm partial substitution on active operable slip systems in Bi 2212 crystal structure, *Cryogenics*, 113, 103212.
18. M. Chen, W. Paul, M. Lakner, L. Donzel, M. Hoidis, P. Unternaehrer, R. Weder, M. Mendik, (2002). 6.4 MVA resistive fault current limiter based on Bi-2212 superconductor, *Physica C*, 372,1657–1663.
19. H. Yamauchi, M. Karppinen, (2000). Application of High-Pressure Techniques: Stabilization and Oxidation-State Control of Novel Superconductive and Related Multi-Layered Copper Oxides, *Supercond. Sci. Technol.* 13, R33–R52.
20. S.Y. Oh, H.R. Kim, Y.H. Jeong, O.B. Hyun, C.J. Kim, (2007). Joining of Bi-2212 high-T_c superconductors and metals using indium solders, *Physica C* 463–465, 464–467.
21. Y. Zalaoglu, U. Erdem, F.C. Bolat, B. Akkurt, T. Turgay, G. Yildirim, (2021). Improvement in fundamental electronic properties of Bi-2212 electroceramics with trivalent Bi/Tm substitution: a combined experimental and empirical model approach. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 1-13.
22. M.B. Turkoz, M. Oz, T. Turgay, G. Yildirim, Gece Kitapligi, Evaluation of Magneto-Resistivity performances and Flux Pinning Centers with Vanadium Addition in Bi-2223 Main Matrix, *Gece Yayın Evi*, pp. 139 -158, Ankara, Turkey
23. H. Hilgenkamp, J. Mannhart, (2002). Grain boundaries in high T_c superconductors, *J. Rev. Mod. Phys.* 74, 485–549.
24. C. Autret-Lambert, B. Pignon, M. Gervais, I. Monot-Laffez, A. Ruyter, L. Ammor, F. Gervais, J.M. Bassat, R. Decourt, (2006). Microstructural and transport properties in substituted Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} modulated compounds, *J. Solid State Chem.* 179. 1698–1706.
25. T. Mousavi, S. Santra, Z. Melhem, S. Speller, C. Grovenor (2021). Superconducting Joint Structures for Bi-2212 Wires Using a Powder-in-Tube Technique. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 31(5), 1–4.
26. Y. Simsek, P. Müller, (2022). Restoring the surface layer of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} single crystals by current injection. *Surfaces and Interfaces*, 33, 102240.
27. J. Zhang, W. Wang, T. Wang, L. Jiang, N. Wang, Y. Dai, M. Wang, Y. Qi, (2021). Atomic-scale analysis of the interface structure and lattice mismatch relaxation of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}/SrTiO₃ heterostructure. *Ceramics International*, 47(6),8722–8727.
28. M. Shen, G. Zhao, L. Lei, H. Ji, P. Ren, (2021). The intrinsic Josephson effect of Bi-2212 superconducting thin films prepared by sol-gel method. *Ceramics International*, 47(24), 35067–35072

29. D. Yang, M. Yu, H. Ma, Z. Zhang, M. Wang, S. Liu, H. Jin, P. Gao, C. Zhou, F. Liu, H. Liu, Q. Hao, C. Li, S. Kanazawa, W. Chen, A. Nijhuis, J. Li, J. Qin, (2021). Performance of first Bi-2212 cable with pre-over pressure and over pressure heat treatment. *Superconductor Science and Technology*, 35(1), 015007.
30. M. Mimouni, S. Bayou, S. Zeroual, I. Hamadne, M.S. Mahboub, S. Ramdani, G. Rihia, M. Ghougali, (2021). Synthesis and Characterization of Bulk Bi-2212 Superconducting Ceramic Using Photopolymerization Reaction-Based Method. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 35(2), 401–408.
31. O., Ozturk, A.R., Nefrow, F. Bulut, H. Ada, M.B. Turkoz, G. Yildirim, (2020). Effect of Co/Cu partial replacement on fundamental features of Y-123 ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31, 7630-7641.
32. C.Y. Shieh, Y. Huang, M.K. Wu, C.Y. Huang, (1991). Preparation of single high-Tc phase BiPbSrCaCuO superconductor by the EDTA precursor solution method. *Physica C: Superconductivity*, 185, 513-514.
33. M.B. Turkoz, S. Nezir, C. Terzioglu, A. Varilci, G. Yildirim, (2013). Investigation of Lu effect on YBa₂Cu₃O_{7-δ} superconducting compounds. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 24, 896-905.
34. A. Tampieri, G. Celotti, S. Lesca, G. Bezzi, T.M.G. La Torretta, G. Magnani, (2000). Bi (Pb)–Sr–Ca–Cu–O (2223) superconductor prepared by improved sol–gel technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 20(2), 119-126.
35. A.R. West, (2022). *Solid state chemistry and its applications*. John Wiley & Sons.
36. I. Öz, C. Terzioglu, M. Öz, A.T. Ülgen, M. B. Türköz, M. Erdem, G. Yildirim, (2023). Variation of fundamental features of cobalt surface-layered Bi-2212 superconductor materials with diffusion annealing temperature. *Ceramics International*, 49(5), 8417–8427.
37. T. Kannan, P. Predeep, (2013) Investigation into the superconducting threshold of Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+x}, n=2, 2.5, 4 perovskites synthesized by glassy precursor route with Thermal and Raman spectroscopic techniques, *J. Therm. Anal. Calorim.*, 114,635–641.
38. A. Sotelo, Sh Rasekh, H. Amaveda, P. Bosque, M.A. Torres, M.A. Madre, J.C. Diez, (2015). Textured Pb-Doped Bi-2212 Superconductors for Current Limiters, *J. Supercond. Nov. Magn.* 28, 447–452.
39. B. Akkurt, U. Erdem, Y. Zalaoglu, A. T. Ulgen, T. Turgay, G. Yildirim, (2021). Evaluation of crystallographic and electrical-superconducting features of Bi-2223 advanced ceramics with vanadium addition, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 32, 5035-5049.
40. P.M. Sarun, R. Shabna, S. Vinu, A. Biju, U. Syamaprasad, (2009). Highly enhanced superconducting properties of Bi-2212 by Y and Pb co-doping, *Physica B* 404 (8–11) 1602–1606.
41. J.C. De Vero, G.R.S. Blanca, J.R. Vitug, W.O. Garcia, R.V. Sarmago, (2011). Stoichiometric transfer of material in the infrared pulsed laser deposition of yttrium doped Bi-2212 films, *Physica C* 471 (11–12), 378–383.
42. G.R.S. Blanca, J.C. De Vero, W.O. Garcia, R.V. Sarmago, (2013). Enhanced flux pinning in IR PLD grown Y-doped Bi-2212 films, *Physica C* 484, 74–76.
43. H. Jin, J. Kotzler, (1999). Effect of La-doping on growth and superconductivity of Bi-2212 crystals, *Physica C* 325, 153–158.
44. A. Nilson, W. Gruner, J. Acker, K. Wetzig, (2008). Critical aspects on preparation of Bi-2223 glassy precursor by melt process. *J. Non-Crystalline Solids*, 354, 839–847.

45. H. Koralay, O. Hicyilmaz, S. Cavdar, O. Ozturk, A.T. Tasci, (2016). Experimental and theoretical approaches on thermal and structural properties of Zn doped BSCCO glass ceramics, *Materials Science-Poland*, 34, 25–32.
46. M.A. Aksan, M.E. Yakinici, Y. Balci, (2005). Thermal analysis study of Bi₂Sr₂Ca₂Er_xO_{10+d} glass ceramic system, *Journal of Thermal Analysis Calorimeter*, 81, 417–423.
47. A. Ianculescu, M. Gartner, B. Despax, V. Bley, Th Lebey, R. Gavrilă, M. Modreanu, (2006). Optical characterization and microstructure of BaTiO₃ thin films obtained by RF-magnetron sputtering, *Applied Surface Science*, 253, 344–348.
48. A. Karamanov, M. Pelino, (2001). Influence of the nucleation time-lag on the activation energy in non-isothermal crystallization, *Journal of Non-Crystalline Solids* 290, 173–179.
49. O. Ozturk, E. Asikuzun, M. Erdem, G. Yildirim, O. Yildiz, C. Terzioglu, (2012). The effect of Pr addition on superconducting and mechanical properties of Bi-2212 superconductors, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 23, 511–519.
50. A.T. Ulgen, T. Turgay, C., Terzioglu, G., Yildirim, M. Oz, (2018). Role of Bi/Tm substitution in Bi-2212 system on crystal structure quality, pair wave function and polaronic states. *Journal of Alloys and Compounds*, 764, 755–766.
51. A.K. Saxena, *High-temperature superconductors*, Springer, Berlin, 2010.
52. Xu, X., Kim, J. H., Dou, S. X., Choi, S., Lee, J. H., Park, H. W., ... & Tomsic, M. (2009). A correlation between transport current density and grain connectivity in MgB₂/Fe wire made from ball-milled boron. *Journal of Applied Physics*, 105(10), 103913.
53. S.E. Mousavi Ghahfarokhi, M. Zargar Shoushtari, (2010). Structural and physical properties of Cd-doped Bi_{1.64}Pb_{0.36}Sr₂Ca_{2-x}Cd_xCu₃O_y superconductor, *Physica B* 405, 4643–4649.
54. A.T. Ulgen, S. Çetin, Y. Zalaoglu, M.B. Turkoz, U. Erdem, G. Yildirim, (2022). Role of active slip systems induced with holmium impurity in Bi-2212 ceramics on mechanical design performance and morphological properties. *Ceramics International*, 48(18), 26361–26369.
55. Jr. W.D. Callister, D.G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 9th ed., Wiley Binder Version, USA, 2013.
56. M.B. Turkoz, Y. Zalaoglu, T. Turgay, O. Ozturk, G. Yildirim, (2019). Effect of homovalent Bi/Ga substitution on propagations of flaws, dislocations and crack in Bi-2212 superconducting ceramics: Evaluation of new operable slip systems with substitution. *Ceramics International*, 45(17), 22912-22919.
57. W. Abdeen, S. Marahba, R. Awad, A.I. Abou Aly, I.H. Ibrahim, M. Matar, (2016). Electrical and mechanical properties of (Bi, Pb)-2223 substituted by holmium, *Journal of Advanced Ceramics*, 5, 54–69.
58. U. Erdem, G. Yildirim, M.B. Türköz, A.T. Ülgen, A. Mercan, (2023). Change in transition balance between durable tetragonal phase and stress-induced phase of cobalt surface-layered in Bi-2212 materials by semi-empirical mechanical models. *Physica Scripta*, 98(7), 075702.
59. H.C. Ling, M.F. Yan, (1988). Microhardness measurements on dopant modified superconducting YBa₂Cu₃O₇ ceramics, *Journal of Applied Physics*, 64, 1307.
60. N.H. Mohammed, A.I. Abou-Aly, I.H. Ibrahim, R. Awad, M. Rekaby, (2009). Mechanical properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 added by nano-SnO₂, *Journal of Alloys and Compounds*, 486, 733–737.

61. M. Dogruer, G. Yildirim, O. Ozturk, I. Belenli, C. Terzioglu, (2013). Variation of mechanical properties of Cr doped Bi-2212 superconductors, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26, 2949.
62. M.L. Tarkanian, J.P. Neumann, L. Raymond, *The Science of hardness testing and its research application*, (American Society for Metals, Metal Park, Ohio, 1973).
63. C. Hays, E.G. Kendall, (1973). *Metallography* 6, 275–366.
64. B. Akkurt, G. Yildirim, (2016). Change of mechanical performance and characterization with replacement of Ca by Gd nanoparticles in Bi-2212 system and suppression of durable tetragonal phase by Gd, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27, 13034–13043.
65. H. Li, R.C. Bradt, (1996). The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness, *Journal of Materials Sciences*, 31,1065–1070.
66. M. Dogruer, O. Gorur, F. Karaboga, G. Yildirim, C. Terzioglu, (2013). Zr diffusion coefficient and activation energy calculations based on EDXRF measurement and evaluation of mechanical characteristics of YBa₂Cu₃O_{7-x} bulk superconducting ceramics diffused with Zr nanoparticles, *Powder Technology*, 246, 553–560.
67. K. Sangwal, (2000). On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids, *Materials Chemistry and Physics*, 63, 145–152.
68. A. Mercan, E. Kara, M.U. Doğan, E. Kaya, R. Terzioğlu, U. Erdem, G., Yildirim, C. Terzioğlu, (2023). Evolution of operable slip systems, lattice strain fields and morphological view of Bi-2223 ceramic system with optimum NiO addition. *Materials Today Communications*, 35, 106087.
69. Y. Zalaoglu, T. Turgay, A.T. Ulgen, U. Erdem, M.B. Turkoz, G. Yildirim, (2020). A novel research on the subject of the load-independent microhardness performances of Sr/Ti partial displacement in Bi-2212 ceramics, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31, 22239–22251.