

T.C.  
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

**$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  SÜPERİLETKENİN ÇUBUK FORMUNDA ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Osman Nuri ENİS  
DANIŞMAN : Dr. Öğr. Üyesi Abdullah ÖZKARTAL

VAN-2018



T.C.  
VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

**$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  SÜPERİLETKENİN ÇUBUK FORMUNDA ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN: Osman Nuri ENİS

VAN-2018



## KABUL VE ONAY SAYFASI

Fizik Anabilim Dalı'nda Dr. Öğrt. Üyesi Abdullah ÖZKARTAL danışmanlığında, Osman Nuri Enis tarafından sunulan “  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  süper iletkenin çubuk formunda üretimi ve karakterizasyonu ” isimli bu çalışma Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili hükümleri gereğince 28/06/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile başarılı bulunmuş ve yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Doç. Dr. Kadir EJDERHA

İmza:

Üye: Doç. Dr. Rafet YILMAZ

İmza:

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Abdullah ÖZKARTAL

İmza:

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 02.07/2018 tarih ve sayılı 2018/30-1 kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Suat ŞENSOY  
Enstitü Müdürü





## TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atf yapıldığını bildiririm.

Osman Nuri ENİS





## ÖZET

### **Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>12</sub> SÜPERİLETKENİN ÇUBUK FORMUNDA ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

ENİS, Osman Nuri  
Yüksek Lisans Tezi, Fizik Anabilim Dalı  
Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Abdullah ÖZKARTAL  
Haziran 2018, 45 sayfa

Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>12</sub> (BSCCO) bileşik yapısındaki süper iletken numunesi eritme-döküm yöntemiyle çubuk şeklinde üretildi. Üretilen numune 10cm boyunda ve 6mm çapındadır. Üretilen numuneye 20V potansiyel fark, 2.5A doğru akım uygulandı. Numunenin fiziksel yapısı, akım uygulanmadan önce ve uygulandıktan sonra X-ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile incelendi. Üretilen numunelerde doğru akım bölgesi (DCZ) ve doğru akım tavlaması (DCA) nasıl uygulandığı açıklandı.

**Anahtar kelimeler:** Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>12</sub> bileşiği, Doğru akım bölgesi, Doğru akım tavlama, Süper iletken.



## ABSTRACT

### PRODUCTION AND CHARACTERISTICS OF $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$ SUPERCHETRACT BAR FORM

ENİS, Osman Nuri  
M. Sc. Thesis, Physics Department  
Thesis Advisor: Assist. Prof. Dr. Abdullah ÖZKARTAL  
June 2018, 45 pages

The superconducting sample of  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  (BSCCO) compound structure was produced as a rod form by melting-casting method. The produced sample is 10cm in length and 6mm in diameter. The produced sample was applied 20V voltage and a 2.5A direct current. The physical structure of the sample was examined before and after application of current by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). It has been revealed how the direct current zone (DCZ) and direct current annealing (DCA) are applied in the produced samples.

**Keywords:**  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  compound, Direct current zone, Direct current annealing, Superconductivity.



## ÖN SÖZ

Bu tez çalışmasında, her türlü ilgi ve yardımlarını esirgemeyen danışmanım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Abdullah Özkartal hocama teşekkür ederim. Ayrıca Prof. Dr. Ekrem Yanmaz hocama da katkı ve desteklerinden dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Aynı zamanda maddi ve manevi desteklerinden dolayı aileme de çok teşekkürlerimi sunarım.

2018

Osman Nuri ENİS



## İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	iii
ÖN SÖZ .....	v
İÇİNDEKİLER .....	vii
ÇİZELGELER LİSTESİ .....	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	xi
SUNUŞ .....	xv
1. GİRİŞ .....	1
1.1. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ Sisteminin Temel Kristal Yapısı .....	2
1.2. Bi-Sr-Ca-Cu-O Sisteminde Cam Oluşumu .....	5
2. KAYNAK BİLDİRİŞLERİ .....	9
2.1. Bi-Sr-Ca-Cu-O Malzemelerinin Kristalleşmesi .....	9
2.2. Süper iletken Özellikleri .....	10
2.3. Diğer Üretim İşlemleri .....	12
2.4. İnce ve Kalın Filmler .....	13
2.5. Teller ve Bantlar .....	13
2.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Sistemini Eritme İşlemi .....	13
3. MATERYAL VE YÖNTEM .....	15
3.1. Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Sistemi İçin Deneysel Yöntem .....	15
3.2. (2234) Bileşiğinin Toz Formunda Hazırlanması .....	15
3.3. Karıştırma .....	16
3.4. Kalsinasyon .....	17
3.5. Öğütme .....	17
3.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Malzeme Eritme Süreci .....	18
3.6.1. Eritme-döküm süreci .....	18
3.6.2. Eritme-soğutma süreci .....	19
3.7. Eritme-Döküm-Soğutma İşlemi ve BSSCO Malzemelerin Tavlanması .....	20

	<b>Sayfa</b>
3.8. Dökme BSCCO Çubuklarında Doğru Akım Bölgesi (DCZ) ve Akım Tavlama (DCA).....	21
3.9. Deneysel Kurulum.....	21
3.10. Doğru Akım Bölgesi (DCZ) .....	22
3.11. Doğru Akım Tavlama (DCA).....	23
3.12. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi .....	23
3.13. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) .....	23
3.14. Malzeme Hazırlığı.....	33
3.15. DCZ Metodu ile Tedavi Edilen 2234 (Pb) Çubukların Mikro yapısının İncelenmesi .....	33
3.16. Şekillendirme Bölgesi .....	35
4. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	39
4.1. Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Sistemini Mikroyapı ve Fiziksel Özellikleri .....	39
4.2. BSSCO Çubuklarında Doğru Akım Bölgeleri (DCZ) ve Doğru Akım Tavlama (DCA) .....	39
4.3. BSCCO Davranışı İçin Olası Bir Model .....	40
KAYNAKLAR.....	41
ÖZ GEÇMİŞ.....	45

## ÇİZELGELER LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Kullanılacak tozlar ve özellikleri .....	15
Çizelge 3.2. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O sisteminin baştan aşağıya bileşimleri.....	16
Çizelge 3.3. Karışım oranları .....	16



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemindeki süper iletken fazların şematik modelleri.....	5
Şekil 1.2. DTA sonuçları, $T_g$ ve $T_x$ değerleri gösterilmektedir.....	7
Şekil 3.1. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ bileşiğinin toz hali .....	17
Şekil 3.2. Döküm işlemi için kullanılacak bakır kalıp görülmekte. ....	19
Şekil 3.3. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ 'un çubuk formunda üretilen durumu.....	20
Şekil 3.4. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ çubuğun kusurlu durumu.....	20
Şekil 3.5. Deneysel kurulumun şematik şekli .....	21
Şekil 3.6. DCZ yöntemiyle işlenmiş bir BSCCO çubuğun şematik gösterimi.....	22
Şekil 3.7. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ enine kesitinin X-ışını difraksiyonu .....	24
Şekil 3.8. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ silindir şeklin X-ışını difraksiyon.....	25
Şekil 3.9. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ toz halindeki X-ışını difraksiyonu.....	25
Şekil 3.10. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ silindirik yüzey boyunca X-ışını difraksiyonu .....	26
Şekil 3.11. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ bütün X-ışını difraksiyonlarının bir arada gösterilmesi.....	26
Şekil 3.12. BSCCO' in farklı fazlardaki kristalleşme durumları.....	27
Şekil 3.13. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ enine ve boyuna kesitinin mikro yapısı.....	28
Şekil 3.14. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ boyuna kesitinin mikro yapısı .....	29
Şekil 3.15. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ enine kesitinin mikro yapısı .....	30
Şekil 3.16. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ toz morfolojisi .....	32
Şekil 3.17. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ çubuğuna, DCZ metodu uygulandıktan sonraki mikro yapısı .....	34
Şekil 3.18. DCZ yöntemiyle işlenmiş bir BSCCO çubuğunun şematik gösterimi.....	35
Şekil 3.19. $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ çubuğundaki zonlu ve zonlanlamış bölgenin renkli görünümü .....	36



## 1. GİRİŞ

Süper iletkenlik belli bir sıcaklık değeri altında malzemenin direncinin tamamen sıfır olmasıdır. Bu konudaki çalışma 1911 yılında Heike Kamerlingh Onnes tarafından yapıldı. Onnes katı cıvanın sıcaklığını 4.2K değerine düşürdüğünde cıvanın direncinin sıfır olduğunu gözlemledi. Daha sonraki çalışmalarda kurşun, niyobyum nitrat gibi birçok malzemenin de süper iletkenlik özelliği gösterdiği görüldü. Süper iletkenlik özelliği kuantum mekaniği ile açıklanabilen bir olgudur. Bakır, gümüş, altın gibi iletkenlik özelliği taşıyan malzemelerde sıcaklığı düşürüldükçe direnç değerleri sıfıra düşmez. Bunun sebebi olarak metalin tamamen saf olmaması ve yapısındaki bozukluklar buna engel olur. Süper iletken malzemelerin sıcaklıkları belirli bir sıcaklık değerinin altına düşürüldüğünde malzeme süper iletkenlik durumunu gösterir. Süper iletken malzeme elektrik akımı malzemenin içinde hiçbir kaynaktan güç almadan akmaya devam eder. Süper iletken malzemelerin süper iletkenlik göstermeye başladıkları kritik sıcaklığa kadar soğutmak için genellikle sıvı azot kullanılır. Kritik sıcaklığı azotun kaynama sıcaklığı olan 77K'den düşük olan malzemelere düşük sıcaklık süper iletkenleri, yüksek olanlara ise yüksek sıcaklık süper iletkenleri olarak adlandırılır. Süper iletkenlerin tamamı Meisner etkisi olarak bilinen bir özellik gösterir. Meisner etkisi, süper iletken malzemelerin süper iletken durumda iken (sıcaklığı kritik sıcaklığın altındayken) manyetik alanı dışlamasıdır. Harici bir manyetik alanın şiddeti, süper iletken malzemenin içine girdikten çok kısa bir mesafeden sonra sıfıra düşer. Bu mesafe süper iletken malzeme için 100 nanometre civarındadır.

Yüksek sıcaklık süper iletken ailesine mensup olan, kritik sıcaklığı  $T_c > 90K$  durumunda süper iletkenlik özelliği gösteren  $REBa_2Cu_3O_7$  bileşiğinin bulunmasından itibaren birçok bilim adamı bu konu üzerinde araştırma yapmaya başladılar. Bu araştırmalarda CuO zincirleri veya  $CuO_2$  düzlemlerini ihtiva eden farklı malzemelerin de araştırma konusu yapıla bilmesini de sağladı. Bu araştırmalardan ilki  $Bi_2Sr_2CuO_6$  yaklaşık bir formülüne sahip bileşiğin Michel ve arkadaşları tarafından bulunması oldu.  $Bi_2Sr_2CuO_6$  bileşiğin yaklaşık olarak 20K'lık bir  $T_c$ ' ye sahip yeni bir bakır oksit içerikli süper iletken ailesinin keşfedilmesini sağladı (Michel ve ark., 1987; Sihan, 1989).

Bu sisteme büyük ilgi 1988’de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  bileşik yapısının bulunmasıyla oldu. Maeda ve arkadaşları  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  bileşiğinin 90K’lık bir  $T_c$  değerinde uyarıldığını belirledi. Yine bu veriler ışığında Chu ve arkadaşları BSCCO (Bi-Sr-Ca-Cu-O) sistemi için 1988’de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  ve  $\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_y$  bileşiklerinin 110K’de süper iletkenlik gösterdiklerini ortaya çıkardılar. Bu araştırmanın bir sonucu olarak da nadir toprak alkali metal elementler veya zehirli elementler içermediğini de açıkladılar. Yukardaki bu sistemlerin daha yüksek geçiş sıcaklığına sahip bileşikler için de potansiyel içerdiği kabul edilmektedir (Chu ve ark., 1987; Kijima, 1988; Maeda ve ark., 1988)

BSCCO sisteminin bütün kimyasal bileşimleri için  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$  ( $n=1,2,3$ ) formülüyle genel bir yazılım elde edilerek yapılabildi. Basitlik açısından, bu safhalar sırası ile 2201 ( $n=1$ ), 2212 ( $n=2$ ) ve 2223 ( $n=3$ ) fazları olarak literatüre geçecektir (Cava, 1988; Balestrino, 1989).

Yukardaki faz durumlarından en kolay biçimde, oksitlerden oluşturulan ve 90K’den düşük- $T_c$  (2212) fazı olduğu belirlendi. Bu daha sonraki ısı işlem ile 110K’den yüksek- $T_c$  fazı olan (2223) oluşturmak için geliştirilse de dönüşüm yavaş ve eksik gerçekleştiği belirlendi. Tek fazlı bir numunenin üretilmesi, süper iletkenin kalitesini arttırmak için çok önemli bir durum olduğu açığa çıktı. Bunun gerçekleştirilebilmesi için büyük emek sarf edildi. Farklı araştırma ekipleri  $\text{Pb}^{8,13}$ ,  $\text{Sb}^{14}$ ,  $\text{Al}^{3,15}$ ,  $\text{Ni}^{16}$ ,  $\text{Rb}^{15}$  ve  $\text{Tl}^{17}$  gibi farklı elementlerle katkı yapmayı denemişler ve sistemin nasıl bir durum sergilediğini inceleme ve gözlem yaparak bulmayı denediler. Bu katkı elementleri içerisinde Pb eklenmiş bileşiğin veriminin daha yüksek olması, araştırmaların bu bileşim üzerinde yoğunlaşmasına sebebiyet verdi. Bu araştırma, tek bir yüksek- $T_c$  fazının oluşturulması için Pb’ in BSCCO sisteme eklenmesiyle mümkün hale getirildi (Greaves, 1988; Sastry, 1988; Kaneko,1990; Kumakura, 1990).

### 1.1. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ Sisteminin Temel Kristal Yapısı

BSCCO sistemin de Bi, Pb, Sr, Ca ve Cu elementlerinin oksitleri, nitratları, hidroksitleri ve karbonat bazlı bileşikleri ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) 2212, 2223, 2234, 2245 veya 111z bileşik malzemelerini hazırlamak için kullanılabilir. Burada, z normal olarak 1 ve 5 arasındadır. Bundan sonraki aşamada, başlangıçtaki karışımların gerçekleştirilmesinden

sonra farklı sıcaklıklarda ve farklı atmosfer altında, kalsite işleme veya sintelleme işlemi de yapılabilir (Takano, 1988; Zandbergen, 1988; Wang, 1989 ).

Süper iletken malzeme üretimi yapılırken toprak alkali metal elementlerin karbonat içerikli bileşik yapısıyla, oksit bazlı bileşiklerin bir araya getirildiği reaksiyonda, nasıl bir durum sergiledikleri göz önünde bulundurulması gereken bir aşama olarak bilinmelidir. Bu reaksiyon esnasında, toprak alkali metallerin karbonat bazlı bileşik yapı içerisindeki karbon yapısının, aynı anda ayrışmasını içeren oksit yapıdaki bizmut ve bakır oksit öğelerinin bir araya getirilip bir bütün olarak birleştirilmesi reaksiyon esnasında, karbonatların tam ayrışması öncesinde, oksit bazlı yapılardan kaynaklı sıvı oluşumu meydana gelir. Oluşan bu sıvı fazların ayrılması, daha sonradan bileşikte homojen olmayan malzeme üretimine sebebiyet vermektedir. Bu problem süper iletken bileşik oluşturmak için Bi ve Pb oksitleri bir araya getirmeden önce, karbonatların ve CuO' un ön kalsinasyonu yapılarak, bu durumun oluşması azaltılabildi (Ramesh, 1988; Ramakrishna, 1989).

Çok-fazlı polikristal seramiklerdeki yüksek- $T_c$  fazının hacim bölümünü arttırmak için çeşitli seramik işleme yöntemleri kullanılır. Pb ilavesi Cu ve Ca bakımından zengin bileşimlerinin yani sıra, erime noktasının altındaki sıcaklık değerinde uzun süre ısı işlem uygulanması gibi yöntemler kullanılmalıdır (Oota, 1988; Nagata, 1989).

Kumakura ve arkadaşları sırasıyla yüksek- $T_c$  ve düşük- $T_c$  fazlarının kalsinasyonu için 800°C ve 850°C sıcaklık değerlerini kullandılar. Takano ve arkadaşları BSCCO sisteminde, Bi için Pb'nin kısmen eklenmesiyle yüksek- $T_c$  fazının hacim parçasını arttırmada çok etkili olduğunu araştırmalar sonucunda buldular. Sintelleme yönteminde başlangıç materyalleri ve tavlama sürecinin iyileştirilmesi yoluyla  $T_c=107K$  olan  $Bi_{0,7}Pb_{0,3}SrCaCu_{1,8}O_y$  bileşik yapısına sahip süper iletken seramik hazırlamayı başardılar. Aynı zamanda, 2223 yüksek- $T_c$  fazı için çeşitli oksijen basıncında, Pb ile desteklenmesiyle beraber uzun süreli tavlama işlemi ile birlikte hemen hemen saf bir bileşik olarak hazırlamaya gayret gösterdiler. 2223 maddesinde Bi için Pb'nin kısmen eklenmesi yüksek- $T_c$  fazının hacim parçasının %80'e ve küçük miktarda (< %5) düşük- $T_c$  fazına kadar arttırıldığı bilgisini elde ettiler (Takano, 1988; Kumakura ve ark, 1990).

Pb'nin eklenmesiyle BSCCO sisteminde hem  $n=2$  hem de  $n=3$  yapılarında etkili olabileceğini, en belirgin  $n=3$  fazında, yapının kararlılığına önemli etkileri olduğu belirlendi. Pb ilavesi erime sıcaklığını düşürür ve numune  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yazılabilen bileşiğe yakın hazırlandığından, yüksek- $T_c$  fazının oluşumu üzerindeki etkisi ile ilgili duruma sahiptir. Bununla birlikte, aşırı Pb ilave edilmesi yüksek- $T_c$  fazının yerine düşük- $T_c$  fazının oluşumuna yardımcı olduğu görülen,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  fazının ortaya çıkmasına da neden olur. Reaksiyon ısı 800°C düşürüldüğünde, Pb'nin normal direncini de değiştirirse, o zaman  $n=2$ 'de Ca' in yerini alabilir (Nobumasa, 1988; Mazaki, 1988).

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$  ( $n=1,2,3,\dots$ ) sistemindeki süper iletkenlik fazlarının şematik modelleri Şekil 1.1'de gösterilmektedir.  $n$ , 1'den, 2'ye, 3'e yükseldiğinde süper iletkenlik geçiş sıcaklığı da sırasıyla 20K (2201)'den, 80-85K (2212)'ye, 105-110K (2223)'e doğru gitmektedir. Bu nedenle BSCCO yapısı Bi-O katmanları arasında yerleştirilmiş bir, iki veya üç  $\text{CuO}_2$  düzlemini içeren ( $\text{ABO}_2$  peroksit yapısına sahip karışık metal oksitlerdir.  $\text{ABO}_2$  genel formülüne sahip benzer yapıdaki oksit gruplarının genel adı verilir.) peroksit benzeri birimlerden oluşur (Sihan, 1989; Tallon, 1989).

Tarascon ve ark. (1988) 2212'nin yapısını Şekil 1.1b'de gösterildiği gibi  $a=3,817\text{\AA}$  ve  $c=30,6\text{\AA}$  olan tetragonal yapının, alt hücresi açısından yapısını tarif ettiler. Yapının  $c$  eksenini boyunca en son  $\text{Bi}_2\text{O}_2$  ve peroksit yapıdaki tabakalardan oluştuğunu gösterdiler. Her bir  $\text{Bi}_2\text{O}_2$  tabakası, Bi ve O atomlarının dizilimi, kaya tuzu yapısına benzer düzen yapısındaki, Bi ve O düzlemlerini içerir. Bu yapı içerisindeki her peroksit tabakası iki  $\text{CuO}_2$ , iki SrO ve Ca katmanlarının bulunduğu görülür. Tüm araştırmacılar  $c$  eksenini boyunca sıralamada hem fikir oldukları, simetriğinin ayrıntıları ve ne çeşit oldukları konusunda, ortak bir karar alarak bu durum için fikir birliğine vardılar. Bu biçimdeki hücrenin orta noktasındaki Ca atomu, üst ve alt yarım aralarında, her biri 2212 birimini içeren bir ayna düzlemini tanımladılar. Ca ve Sr katyonları burada, Y ve Ba'nın 123 bileşiğinde yaptığı gibi benzer bir amaca hizmet etmektedir. 123 yapısında doğrusal zincir yapıları bulunmaktadır. Bu doğrusal zincirlerin yüksek sıcaklık için şart olmaması koşuluyla Bi-O gibi, iki tabakalı katmanlarla değiştirilir. Yüksek- $T_c$  2223 fazı ( $n=3$ ) süper iletkenliği için ilave Ca ve  $\text{CuO}_2$  katmanlarına sahip peroksit tabakalardan oluşur. Burada  $c$  parametresi  $36\text{\AA}$ 'a yükseltildi. Şekil 1.1c'de gösterilmektedir. 2201 ve 2223 süper iletkenleri benzer yapılara sahiptirler. Burada 2201 fazının (Şekil 1.1a)



## 1.2. Bi-Sr-Ca-Cu-O Sisteminde Cam Oluşumu

BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> süper iletken bileşiğin keşfi ile ilgili ilk raporlardan sonra, BSCCO sisteminde kararlı kristal yapılar olarak Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>2n+1</sub> (n=1,2 ve 3) en az üç süper iletken fazın mevcut olduğu iyi bilinmektedir. Bu nedenle, numunelerdeki cam oluşumunu, yukardaki bileşik yapılarda incelemek çok ilginç ve önemlidir (Endo, 1988; Koyama, 1988).

Bununla birlikte, geleneksel eritme-soğutma yöntemini Komatsu ve arkadaşları aşağıdaki şekilde tarif ettiler. Yüksek saflıktaki Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrCO<sub>3</sub>, CaO, ve CuO'un tozları bir platin potada 1150°C-1250°C'de 30-40 dakika zaman süresi içerisinde elektrikli fırın içinde eritilecektir. Eriyik daha sonra bir demir plaka üzerine dökülmüş ve başka bir plaka kullanılarak hızlı bir şekilde 1,5-3mm kalınlığında preslendi. Dolayısıyla, Bi<sub>0,5</sub>SrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> eritilerek-soğutulmuş numunenin amorf olmadığı, Bi<sub>1,2</sub>SrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> ve Bi<sub>2</sub>SrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> numunelerinin amorf olduğu rapor edildi. Eritme-soğutma işlemi ile yapılan numune örneklerinden BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> kısmen amorf olduğu görüldü. Çünkü 2θ=30° civarında zayıf bir halojen yapı gözlemlendi. Aynı zamanda Bi<sub>0,5</sub>SrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> ve BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> numuneleri için kristal fazlar Bi(Sr,Ca)<sub>2</sub>CuO<sub>y</sub> (çok düşük-T<sub>c</sub> fazı) ve CuO<sub>2</sub> kristal yapıları olarak saptandı. Cama geçiş (T<sub>g</sub>) ve kristalleşme sıcaklığı (T<sub>x</sub>) sırasıyla 417°C ve 467°C olarak bulundu (Ramakrish, 1989; Kumar, 1990).

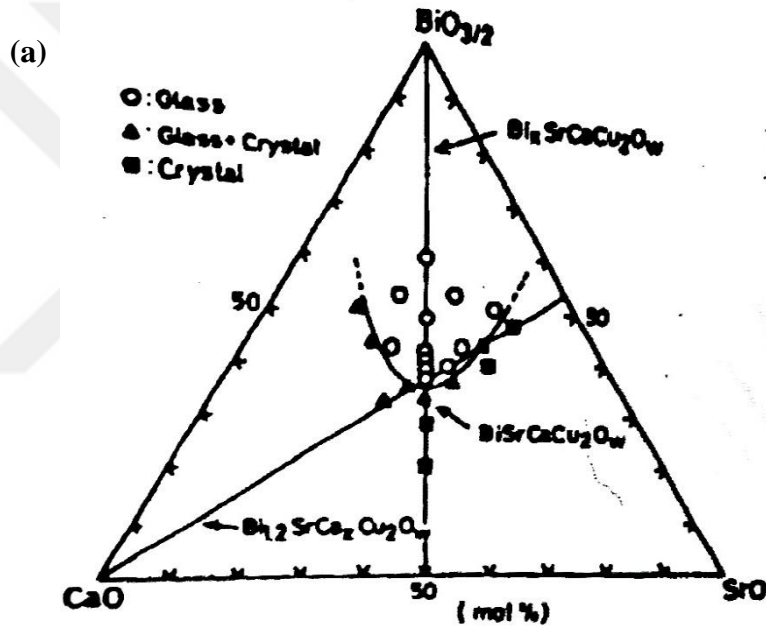
xBiO<sub>3/2-y</sub>SrO-zCaO-2CuO sistemindeki cam oluşturma bölgesi (x=0,5-3, y=0,5-2 ve z=0,3-2) şeklinde ifade edildi. Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SrO-CaO-CuO sistemindeki bileşimlerden camsı bir yapı oluşturma yönünde, güçlü bir eğilime sahiptirler. Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi özellikle cam oluşumunu kolaylaştırmada etkilidir (Koyama, 1988; Arendt, 1990).

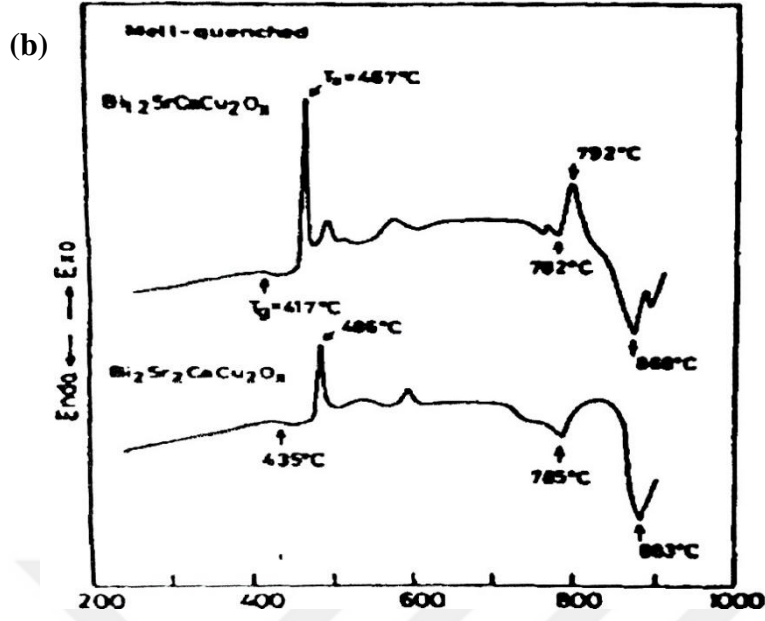
Birçok araştırma grubu, bu üçlü sistemdeki cam oluşma bölgesini incelediler. Cam örneklerinin BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> ve Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> bileşenlerini içeren, bileşik yapılarda geniş bir bölgede elde edildiğini açıkladılar. Abe ve arkadaşları eriyik halde 1150°C'de BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> bileşiğini, SiO veya pyres cam tüplerinin içine vakumla emme işlemi uygulayarak cam çubuklar ve bobinler hazırlamayı başardılar (Abe ve ark., 1992).

Düşük-T<sub>c</sub> fazında Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> bileşimi ile ilgili cam oluşumunu, çeşitli araştırma grupları yapmış oldukları incelemelerin sonuçlarını açıkladılar. Yoshimura ve arkadaşları Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> bileşiminden 20µm kalınlığında amorf filmler üretmeyi

başardılar. Bu filmleri üretirken bir çift silindir ve hızlı eritme-soğutma yöntemini kullanarak üretmeyi başardılar. Zheng ve Mackenzie ise geleneksel eritme-soğutma tekniğini kullanarak 1mm kalınlığında  $\text{Bi}_4\text{Sr}_3\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$  bileşiminden cam hazırladılar. Şekil 1.2.a ve Şekil 1.2.b'de geleneksel eritme-soğutma yöntemi ile hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  bileşimin cam yapısı için, DTA sonuçları gösterilmektedir (Zheng ve Mackenzie, 1988).

Ayrıca  $T_g$  ve  $T_x$  değerlerinin sırasıyla  $435^\circ\text{C}$  ve  $486^\circ\text{C}$  olduğu gösterilmektedir (Yoshimura, 1988; Komatsu, 1991).





Şekil 1.2. (a) DTA sonuçları ve (b)  $T_g$  ve  $T_x$  değerleri gösterilmektedir.

Yüksek- $T_c$  fazlı  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  bileşimine sahip camsı yapıyı, hızlı eritme-su verme tekniği ile başarılı bir şekilde üretebildiler. Bu nedenle Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde Bi'nin, Pb'nin yerine geçmesi raporundan sonra, Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O sistemindeki cam oluşma bölgesini incelemek çok önemli bir durum haline geldi.

Sato ve arkadaşları, geleneksel bir eritme-soğutma yöntemini kullanarak  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_2\text{O}_y$  bileşimine ayıt camsı yapıyı hazırlamayı başardılar. Yamanaka ve arkadaşları, Kani ve diğerleri  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_2\text{O}_y$  ve  $\text{Bi}_2\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  bileşimlerini, geleneksel yöntem kullanarak, camsı bir formda hazırlanabileceğini de buldular. Pek çok araştırma grubu, daha sonraki ısıl işlemlerle birlikte eritme-soğutma tekniğini kullanarak BSCCO malzemelerini süper iletken haline getirebildiler (Sato ve ark., 1987; Niwa, 1988; Mori, 1989; Kani ve ark., 1991).

## 2. KAYNAK BİLDİRİMİ

### 2.1. Bi-Sr-Ca-Cu-O Malzemelerinin Kristalleşmesi

Eriyik halde işlenmiş BSCCO malzemelerde süper iletkenliği elde etmek için, bu malzemelerin uzun süre erime noktası civarındaki bir sıcaklıkta tavlama gerektiği bilinmektedir. Bu nedenle, yaklaşık olarak 800°C sıcaklıktaki tavlama sırasında eritme-soğutma yöntemi ile elde edilen numune, düşük- $T_c$  fazının oluşmasından önce yaklaşık olarak 500°C'de  $\text{Bi}_2(\text{SrCa})_2\text{CuO}_y$  fazının oluştuğunu rapor ettiler. Yamanaka ve arkadaşları aynı safhayı 500°C ile 750°C arasındaki sıcaklıklarda buldular. Burada düşük- $T_c$  ve yüksek- $T_c$  fazları, sırasıyla 600°C ve 820°C'de yaklaşık olarak,  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,32}\text{Sr}_{1,77}\text{Ca}_{1,62}\text{Cu}_{2,74}\text{O}_y$  malzemesinde eritme ve soğutma işlemi ile numunede elde edebildiler. Komatsu ve arkadaşları ayrıca,  $\text{Bi}_{1,2}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  örneklerinden oluşan bileşik yapıda,  $\text{Bi}_2(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_y$  fazının da 550°C'de ve 700°C'de 3 saat boyunca tavladığını da ve 8 saat 820°C'de tavllanmış numunelerde esas olarak, düşük- $T_c$  fazına atandığını doğruladılar. Aynı zaman da  $\text{CuO}$ ' un çökmesini de gözlemlediler (Komatsu ve ark., 1991).

Kısmi erime sıcaklığına yakın bir sıcaklıkta tavlama işleminin, yüksek- $T_c$  fazının hacim grubunu arttırmada etkili olduğu bilinmektedir. Shi ve arkadaşları  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_4\text{Cu}_3\text{O}_y$  adları belirtilerek yapılan kompozisyonlar ile kristalize, Bi-bazlı camların süper iletkenlik özelliklerini inceledikten sonra,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$  ve  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_4\text{Cu}_5\text{O}_y$  kristalize numunelerin (10 gün boyunca  $870^\circ\text{C}$ 'de tavllanmış) her ikisinin de direnç değerini, 110K yakınındaki tek bir nokta da süper iletkenliğe geçiş sergilediklerini manyetik deneylerle belirlediler (Komatsu ve ark., 1991; Yoshimura, 1988).

$830^\circ\text{C}$  veya  $840^\circ\text{C}$  civarındaki sıcaklıklarda  $\text{Bi}_{0,8}\text{Pb}_{0,2}\text{SrCaCu}_x\text{O}_y$ 'un ( $x=1,5-1,8$  ve 2) uzun süre tavllanmasıyla yüksek- $T_c$  fazının hacim grubunu arttırmada çok etkili olduğu açıklığa kavuştu. Ek olarak  $840^\circ\text{C}$ 'de 250 saat süreyle tavllanmış numunelerin, hem düşük- $T_c$  hem de yüksek- $T_c$  fazlarını gösterdiler. Bu işlem sırasında düşük- $T_c$  fazı tavlama işleminden sonra bile 300 saat boyunca gözlemlendi.

İdeal bileşimden sapmanın  $T_c$ ' in (sıfır) değerini hassas bir şekilde etkilediğini, hatta Ca ve Cu'nun biraz fazla olması bile  $95\text{K}$ 'e düşmesine neden olduğu bulundu. Egawa ve arkadaşları eritme-soğutma yöntemi ile hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1+2x}\text{Cu}_{2+x}\text{O}_y$  ( $x=0,0.2$  ve  $1.0$ ) değerlerindeki bileşimleri incelediler. Araştırmacılar oksit süper iletkenlerdeki tane içi kritik akım yoğunluğunun ( $J_c$ ) genel olarak manyetik alan ve sıcaklığa, güçlü bir şekilde bağımlı olduğunu önerdiler. Bu özellikleri geliştirmek için, BSCCO sistemindeki malzemelerin içine, biraz yapay tutma merkezi yerleştirilmesini gerekli görerek uyguladılar. Ayrıca  $\text{Ca}_2\text{CuO}_3$  çökeltilerinin, bir sıçrama-söndürme yöntemi ile taneciklere eklenebileceğini ve bunun da sabitleme kuvvetini arttırdığını açıkladılar. Egawa ve arkadaşları  $J_c$ ' in, Ca ve Cu içeriğini zenginleştirerek geliştirildiği fikrini desteklediklerini ifade ettiler (Miyashita, 1989; Egawa ve ark., 1991).

Eritme potalarının ve Cu elementi konsantrasyonunun  $\text{Bi}_{0,8}\text{Pb}_{0,2}\text{SrCaCuO}_y$  süper iletken seramikler üzerindeki etkileri araştırıldı. Al elementinin ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  potalarından) ve Cu fazlalığının süper iletkenlik özelliklerinde bozulmaya neden olduğu tespit edildi. Ayrıca platin potaların,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  potası kadar numuneye reaksiyona girmediğini de fark ettiler.

## 2.2. Süper iletkenin Özellikleri

Yüksek- $T_c$  süper iletkenlerini yararlı kılmak için en önemli özelliğinin, özellikle teknik uygulamalar için arzu edilen, çok yüksek manyetik alanlardaki kritik akım yoğunluğunun olmasıdır. Ayrıca sinterleme işlemi ile üretilen dökme numunenin çok gözenekli mikro yapıda ve kuvvetli anizotropik yapı ile süper iletken tanelerin rastgele düzenlenmesi ve zayıf bağlar nedeniyle aşırı düşük bir  $J_c$  (77K ve  $10\text{-}20\text{A}/\text{cm}^2$  alan üzerinde) değeri gösterdiğine işaret edilmektedir. Süper iletken taneler arasındaki sınırlar, sinterleme işleminin, bu avantajlı olmama durumunun üstesinden gelmek için eritme işlemi, BSCCO sisteme uygulanmaktadır.

$\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_y$  cam seramiklerinin süper iletken özellikleri birkaç araştırma grubu tarafından rapor edildi. Bu raporlarda  $T_c$  değerleri 75K civarında olduğu da bildirildi. Komatsu ve arkadaşları geleneksel eritme-soğutma yöntemiyle hazırlanan aynı bileşimi inceledi ve seramikte  $T_c=92\text{K}$ 'de kritik akım yoğunluğu  $J_c$  (77K'de alan yok) ile süper iletkenlik sergilendiğini,  $102\text{A}/\text{cm}^2$  değerinde olduğunu gözlemlediler. Ayrıca azot atmosferinde  $800^\circ\text{C}$ 'nin üzerindeki sıcaklıklarda tavllanmış örneklerde 80K üzerinde  $T_c$ 'ye sahip süper iletkenler olduğunu bildirdiler. Süper iletken  $\text{Bi}_{0.8}\text{Pb}_{0.2}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  eritme-soğutma yöntemi ile hazırlanan seramik  $800^\circ\text{C}$ 'de 200-250 saat süreyle tavlandıktan sonra sıfır alanda 77K'de  $35\text{-}50\text{A}/\text{cm}^2$  civarında kritik bir akım yoğunluğunun ( $J_c$ ) olduğunu bildirdiler. Ayrıca  $\text{Bi}_{0.9}\text{Pb}_{0.1}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  cam seramiğinin bir  $T_{c(\text{başlangıç})}=116\text{K}$  ve  $T_{c(\text{sıfır})}=100\text{K}$  ile süper iletkenlik sergilediğini buldular.  $830^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$  ve  $870^\circ\text{C}$ 'deki sıcaklıklarda 20 saat süreyle havada (hava soğutmalı numune)  $\text{Bi}_{1.2}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  tavllanmış numunelerin öz dirençlerinin, sıcaklık bağımlılığı  $850^\circ\text{C}$ 'de ve  $870^\circ\text{C}$ 'de tavllanmış örneklerin değerlerinden aşağı olmayan direnç değerlerinin olduğunu açıkladılar ve  $830^\circ\text{C}$ 'de tavllanmış numune örneklerinkinden daha büyük olduğunu gördüler.

Eriyik halde işlenmiş  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  veya  $\text{Bi}_4\text{Sr}_3\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_y$  seramiklerinin süper iletkenlik özellikleri birçok çalışmada bildirildi. Bock ve arkadaşları 2212 grubu süper iletken malzemenin tek fazını hazırlayıp, bir bakır kalıp içerisine dökerek katılaşmış malzeme elde ettiler. Elde edilen bu malzeme içindeki hava yardımı ile tavlama işlemi uygulanarak toz halinde katılaşmış eriyik elde ettiler. Toz numunelerin diğer fazlarının yani sıra 2212 ve 2211 karışımlarının 60K ve 70K arasında sergiledikleri  $T_c$  değerleri bütün olarak numunenin tek fazlı 2212  $T_{c(\text{başlangıç})}=89\text{K}$  ve  $T_{c(\text{sıfır})}=84\text{K}$  değerleri içerdiğini buldular.

Lee ve arkadaşları SiO<sub>2</sub> cam tüplerine vakumlu dökme ile ince çubuklar ( $\phi=2\text{mm}$ ) şeklindeki 2212 bileşimini hazırladılar. Eritme-soğutma işleminde ince çubukların bir kısmının hızla soğutulması durumunda, esasen camsı kaldığı ve diğer ince çubukların yavaş yavaş soğutulması işlemi sırasında kendiliğinden camsı yapıdan çok, kristalli yapıya dönüştüğünü gözlemladiler. Hızlı soğutulmuş ve yavaş soğutulmuş malzemelerin tavlanması (50 saat için 820°C-830°C) durumunda T<sub>c</sub> değerlerinin sırasıyla 90K ve 70K olduğu görüldü. Hızla soğutulmuş ve tavlanmış çubuklarda maksimum ( $J_{c=}$  450A/cm<sup>2</sup>, alan yok) gözlemlendi (Lee ve ark., 2000).

Egawa ve arkadaşları sprey-soğutma ile hazırlanan ve tavlama işlemine tutulan sembolik bileşim, Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>1+2x</sub>Cu<sub>2+x</sub>O<sub>y</sub> (x=0,0.2,0.1) mikro yapılarını ve süper iletkenlik özelliklerini incelediler. İçe çekilmiş kritik akım yoğunluğu (J<sub>c</sub>) manyetizasyon ölçümünden (B//c-ekseni) hesapladılar. 42K'deki J<sub>c</sub>-B özelliklerinin örnek bileşimden hemen hemen bağımsız olduğunu buldular. Bununla birlikte 15K'den yüksek sıcaklıklarda, J<sub>c</sub>'in alan bağımlılığı, daha büyük olan x örnekleri için daha küçüktür. Tahmini kritik akım yoğunlukları (J<sub>c</sub>), 2212 ve 2233 örnekleri için 4,2K'de 10<sup>5</sup>-10<sup>6</sup>A/cm<sup>2</sup> idi. Ancak 77K'de 2233'ün J<sub>c</sub> değeri 2212 örneğinden daha yüksektir. Ca ve Cu içeriğini zenginleştirerek sabitleme kuvvetinin artırılması daha yüksek sıcaklıklarda daha belirgin, olduğu sonucuna varılmasına sebep oldu (Miyashita, 1989; Lee ve ark., 2000; Egawa ve ark., 1991).

### 2.3. Diğer Üretim İşlemleri

Yüksek-T<sub>c</sub> süper iletken seramikler kolaylıkla üretilemez ve çok kırılğan olduğundan son derece dikkatli işleme tabi tutulmaları gerekmektedir. İnce veya kalın film, tel ve bant hazırlamada pek çok sorun ortaya çıkmaktadır.

Başlıca sorunlardan biri, yalnızca bir aşamayı elde etmeyi amaçladığından, materyalde farklı fazların meydana gelmesidir. Bir süper iletken oluşturmak için iki yaklaşım mümkün olabilir. Birincisi optik eylaf veya manyetik bir çelik bant gibi eğirme veya hızlı soğutma ile uzun bir tel elde etmektir. Bu durumda telin süper iletkenlik özelliklerinin geliştirilmesidir. Diğer yaklaşım, mümkün olduğunca iyi özelliklere sahip bir süper iletken kristal elde etmek ve daha sonra uzun bir kristal üretebilmektir.

Sıvı azot sıcaklığında akım yoğunluğunu arttırmak için katı reaksiyon sürecinde, eritme süreci, kürekle kaplama, haddeleme (sıcak veya soğuk bozuma uğratarak istenilen biçime sokma süreci), presleme, kesme, çizme gibi farklı üretim teknikleri bazı bileşimler için kullanılabilir. Erimiş fazda, katılaşma işlemi kullanılarak yapılan, eritme işlemi ile yoğun bir süper iletken elde etmek uygun bir yöntemdir.  $7 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$  boyutlarında ve 84K kritik sıcaklığına sahip süper iletken, tek kristaller için  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ve CuO fazlalığı içeren bir çözelti kullanarak kendi akı yöntemi ile büyütülmesi mümkündür. BSCCO' un tek kristalleri yönlü katılaşma yoluyla büyütülür. 5mm çapında ve 80mm uzunluğundaki BSCCO kristalleri, yüzen bölge eriyik metodu ile büyütülür ve katı eriyikten sonra katılaşması beklenir. Katılaşması sağlanan malzeme bu süreçten sonra tavlama işlemine maruz bırakılır.

Soğuk presleme veya soğuk haddeleme ile sinterlemenin birleştirilmesiyle hazırlanan örneklerde, c ekseninin hizalanma eğiliminin yüksek olduğu görülür. Yuvarlamanın, yoğunlaşma ve yönlendirme için iyi bir yöntem olduğu bilinmektedir. Sinterleme ve ısı işlemlerinin arasındaki ara presleme işlemi  $J_c$ 'in artmasında etkili bir işlemdir. Yüksek- $T_c$  2223 fazı ara preslemede uygulanan Ag kılıf yöntemi ile imal edilir. Ag metal bantların üzerine filmlerin yerleştirilmesi ile 76K'de sıfır direnci olan, yüksek oranda yönlendirilmiş filmler üretilmesine imkan sağlamaktadır.

#### **2.4. İnce ve Kalın Filmler**

Filmlerin imalatı için c-ekseni ile alt oranına dik tanelerin yönelimi çok sayıda yayında açıklanmaktadır. Filmler için üretim işlemleri, püskürtme, birlikte buharlaştırma ve baskı gibi yöntemlerdir. Son tavlama süreci iyi özellikler elde etmek için gerekli olup, tavlama süresi de uzun olmalıdır. Rapor edilen tavlama sıcaklıkları  $800^\circ\text{C}$ - $890^\circ\text{C}$  civarındaki erime noktasının altındaki sıcaklıklardır. İnce filmler  $870^\circ\text{C}$ 'nin üstünde ve uzun süre tavlansa en iyi sonuç elde edilir.

#### **2.5. Teller ve Bantlar**

Toz tüp yöntemi, teller ve bantlar yapmak için kullanılır. Tozlar farklı boyutlarda borularda paketlenir. Gümüş tüp çoğunlukla bu işlem için kullanılır. Ancak

gümüş kılıfı haddemeleme işlemi yaparken, ortaya çıkan zorlu aşamalara dikkat edilmelidir. Bu haddemeleme işlemi sırasında gümüş kılıf kolayca kırılabilir veya kopabilir. Bu çatlaklara ve nakil akım yoğunluğundaki  $J_c$  bozulmalarının nedenlerinden biriyle sonuçlanabilir. Kılıfı güçlendirmek için çift kılıf kullanılabilir veya kılıflar arasına ağlar atarak çekirdek çapı düşürülerek  $J_c$  değerinin geliştirilmesi sağlanabilir. Tüp, toz ile doldurulduktan sonra kıvrılır, çekilir, haddelenir veya preslenir. Numunelerin bu adımlar arasında tavlama yapılması gerekmektedir. Tavlama yapılması, kılıfın ayrılmasını önlemek ve toz malzemenin yönlendirilmesine yardımcı olmak için gereklidir.

## 2.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Sistemini Eritme İşlemi

Maeda ve arkadaşları tarafından yüksek- $T_c$  süper iletken  $\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_y$  seramiğinin bulunmasından bu yana yüksek performanslı süper iletken Bi-Sr-Ca-Cu-O (Bi-bazlı) seramiklerin hazırlanmasında kapsamlı araştırmalar yapılmaktadır. Bi esaslı süper iletkenlerin toplu numuneleri genellikle, geleneksel bir yöntem olan toz sinterleme yöntemi ile hazırlanmaktadır. Ancak Komatsu ve arkadaşları, Bi(Pb) bazlı süper iletken seramikleri hazırlama tekniği olarak eritme-soğutma yöntemini geliştirdiler. Bu tekniğin kompozisyonlarında, homojen dağılım gösteren numune üretmek için daha uygun bir yöntem olarak kullandılar. Ayrıca  $\text{Bi}_{1,5}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  ve  $\text{Bi}_{0,5}\text{Pb}_{0,5}\text{SrCaCu}_2\text{O}_y$  gibi bazı numuneler eritilmiş-soğutulmuş örneklerinin tamamen amorf yapıya sahip olduğunu buldular (Maeda ve ark., 1988).

Camsı yapı özelliği gösteren BSCCO sisteminin,  $800^\circ\text{C}$ 'in üzerindeki sıcaklıklarda tavlama sonucunda süper iletken hale geldiği görülmektedir. O nedenle ki bu tekniğe yüksek- $T_c$  süper iletkenlik camsı seramik yöntemi adı verilir. Bu yöntemin amacı camsı bir yapı olan numunenin aşağıdaki gibi yeniden kristalleştirme reaksiyonu için, çok homojen olması beklenen bir malzeme üretebilmektir. Burada eritme-soğutma yönteminin avantajı yüksek- $T_c$  süper iletkenlerinin, lif sargıları ve çubukları gibi istenen herhangi bir şekle büründürülerek üretebilmektir (Komatsu ve ark., 1991).

### **3. MATERYAL VE YÖNTEM**

#### **3.1. Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Sistemi İçin Deneysel Yöntem**

BSCCO (2234) bileşiğinin elektriksel bakımdan incelenebilmesi için işlem adımları şöyle sıralana bilir:

- (2234) toz üretimi
- Üretilen tozdan eritme-döküm yöntemi kullanarak çubuk formunda külçe üretimi
- Üretilen çubuklara akım verilebilmesi için gerekli deneysel hazırlığın yapılması
- Atmosfere bağlı davranışları inceleme

#### **3.2. (2234) Bileşiğinin Toz Formunda Hazırlanması**

BSCCO (2234 (Pb-katkılı)) sisteminin çubuk formunda üretilebilmesi için toz karışımının hazırlanması gerekmektedir.

Bunun için aşağıdaki toz malzemeler kullanıldı ve BSCCO (2234 (Pb-katkılı)) çubuk formu için ön toz karışımı elde edildi. Bu karışımda kullanılacak toz bileşiklerin saflık oranları da Çizelge 3.1’de belirtilmektedir.

Çizelge 3.1. Kullanılacak tozlar ve özellikleri

Bileşik	Atom ağırlığı	Saflık oranları
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	465,96	%98
PbO	223,19	%95
SrCO <sub>3</sub>	147,63	%90
CaO	56,03	%99
CuO	79,5359	%97

Bununla birlikte, Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>2n+4</sub> serisi de Çizelge 3.2’de gösterilen Pb katkılı bileşimlerde dahil olmak üzere yukardaki kimyasalları kullanarak üç farklı kompozisyon (n=2,3 ve 4) hazırlanabilir. Bu serilerden Pb katkılı olan 2234 bileşimi üzerinde çalışılacaktır.

Çizelge 3.2. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O sisteminin baştan aşağıya bileşimleri

n	Kimyasal formül	Kısaltma
2	Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>1</sub> Cu <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	2212
3	Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>10</sub>	2223
3	Bi <sub>1,6</sub> Pb <sub>0,4</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>10</sub>	2223 (Pb-Katkılı)
4	Bi <sub>2</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub> O <sub>12</sub>	2234
4	Bi <sub>1,6</sub> Pb <sub>0,4</sub> Sr <sub>2</sub> Ca <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub> O <sub>12</sub>	2234 (Pb-Katkılı)

Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O toz hazırlığı, standart katı hal reaksiyon tekniği kullanılarak hazırlandı.

### 3.3. Karıştırma

Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PbO, SrCO<sub>3</sub>, CaO ve CuO tozları Çizelge 3.3’de gösterildiği şekilde, 2234 bileşiminin elde edilmesi için kimyasal değerlerinin matematiksel işlemler sonucu

elde edilen toz deęerleri oranında elle karıştırıldı. Karışım oranları aşağıda belirtilmekle birlikte hazırlanan karışım 20gr içindir. Karıştırılan bu toz malzeme 30 dakika kadar ağart havan kabın içinde öğütüldü. Öğütme işleminde toz karışımın gri bir renk alması bir sonraki işlem için önemlidir.

Ayrıca toz karışımı daha iyi öğütebilmek için karışımın içine etanol ve seramik topraklar ilave edilebilir. Karışımın istenilen kıvama geldiğinde etanolün uçurulması için bir kurutma fırınının 100°C-150°C'de olması gerekmektedir. İşlem üç saat boyunca devam ettirilmelidir.

Çizelge 3.3. Karışım oranları

Bileşik	Karışım oranı
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.04
PbO	2.88
SrCO <sub>3</sub>	9.54
CaO	5.43
CuO	10.28

### 3.4. Kalsinasyon

Tanım olarak bir katının erime sıcaklığı altında ısıtılarak eritmeden faz dönüşümüne veya termal bozulmaya uğratılmasıdır.

2234 (Pb-katkılı) bazlı topraklar öğütme ve kurutma işleminden sonra kalsinasyon işlemine tabi tutulmalıdır. Elde edilen toz alüminyum potaya aktarılmış ve ısı kontrollü programlı fırında 10 saat boyunca 845°C'de ısıtılmıştır. Isıtma ve soğutma sıcaklıklarının hızları da, yine sırasıyla 300°C/h ve 50°C/h olarak ayarlanmıştır.

### 3.5. Öğütme

Öğütme işlemi, 10 saatlik kalsinasyondan sonra, 2234 bileşiğinin kalsine edilen topraklarına uygulandı. Numune potadan, seramik bir kap içine ezilerek çıkarıldı ve 30

dakika kadar öğütüldü. Bu öğütme işlemindeki amaç, tozların partikül boyut halindeki, tozu eritmek için kontrol edilebilir olmasıdır. Şekil 3.1’de hazırlanmış toz karışım görülmektedir.



Şekil 3.1.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  bileşiğinin toz hali.

### 3.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Malzeme Eritme Süreci

#### 3.6.1. Eritme-Döküm Süreci

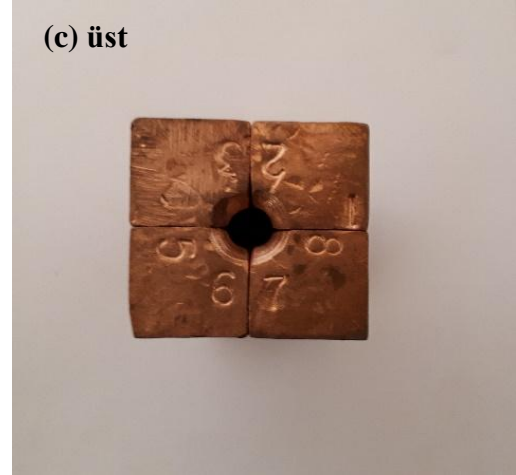
2234’ün ince tozu hazırlandı. Hazırlanan toz alüminyum pota aktarıldı. Fırın içindeki reaksiyon esnasında malzemenin sıçramasını önlemek ve eritme sırasında malzeme kaybını en aza düşürmek için potanın üstü alüminyum plaka ile kapatıldı. Alüminyum pota fırının içine kondu ve toz malzeme tamamen eriyene kadar  $1200^\circ\text{C}$ ’lık sıcaklığa kadar ısıtıldı. Eriyik daha sonra önceden ısıtılmış olan bakır kalıba döküldü. Döküm işlemi yapılırken bakır kalıbın ısıtılması çubuklarda oluşması istenmeyen çatlak ve kırıkları önlemek için yapılmış bir işlem olarak uygulanmaktadır. Şekilde 3.2’de döküm işlemi sırasında kullanılan bakır kalıp gösterilmektedir. Bakır kalıbın bölünmüş fotoğrafında belirtilen, dört eşit ebattaki bölümlere sahip olduğu ve kalıptan 6mm çaplı

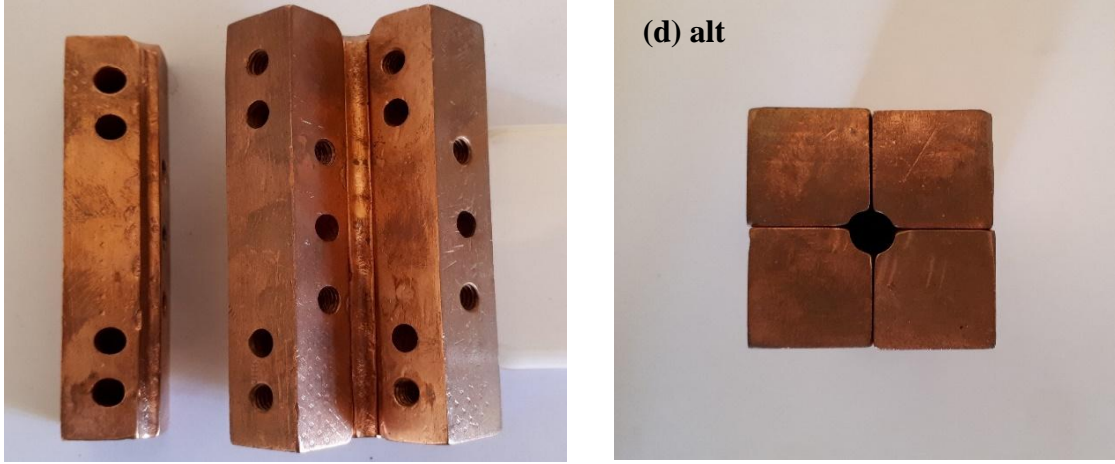
bir delik açıldığı görülebilmektedir. Döküm işlemi sırasında, dört parça şeklindeki gibi sekiz vida ile birleştirilir ve uygun bir sıcaklıkta ısıtılmaktadır.

Bakır kalıbın ön ısıtma sıcaklığının kolaylıkla en uygun hale getirebilmenin mümkün olmadığını belirtmek gerekmektedir. Çünkü ağırlık, kalınlık, sıcaklık ve kalıbın fırın içinde tutulma süresi çok önemli faktörlerden biri olmaktadır. Bu çalışmada 1200°C'lık uygun sıcaklık değerinde ve 3 dakikalık zaman süreci içerisinde bakır kalıbın fırın içerisinde tutulması gerekmektedir. Bu bilgiler, deneyde en iyi sonucun alınması için gerekli şartların sağlanarak yapılması ve araştırmalar sonucunda elde edildi. Döküm için bir diğer önemli faktör, ısıtma işlemi sırasında bakır kalıbın oksitlenme durumu olmuştur. Bakır kalıp uzun süre 500°C'nin üzerinde tutulursa (3 dakikanın üzerinde) kalıp üzerinde kalın bir oksit tabakası oluşmaktadır. Bu durum dökme çubuk üzerinde oksitlenmiş bir yüzeyin oluşmasına sebebiyet verebilir. Buda imal edilen çubuğun fiziksel ve mikro yapısal özelliklerini etkileyebilir. Döküm esnasında oksitlenmeyi en aza indirebilmek için yüksek sıcaklıkta ve kısa süre tercih edildi. Katılaşmış çubuk Şekil 3.3'de gösterildiği gibi, bölünmüş kalıptan çıkarılabilir.



(b) birleşik





Şekil 3.2’de Döküm işlemi için kullanılacak bakır kalıbın görünümleri.

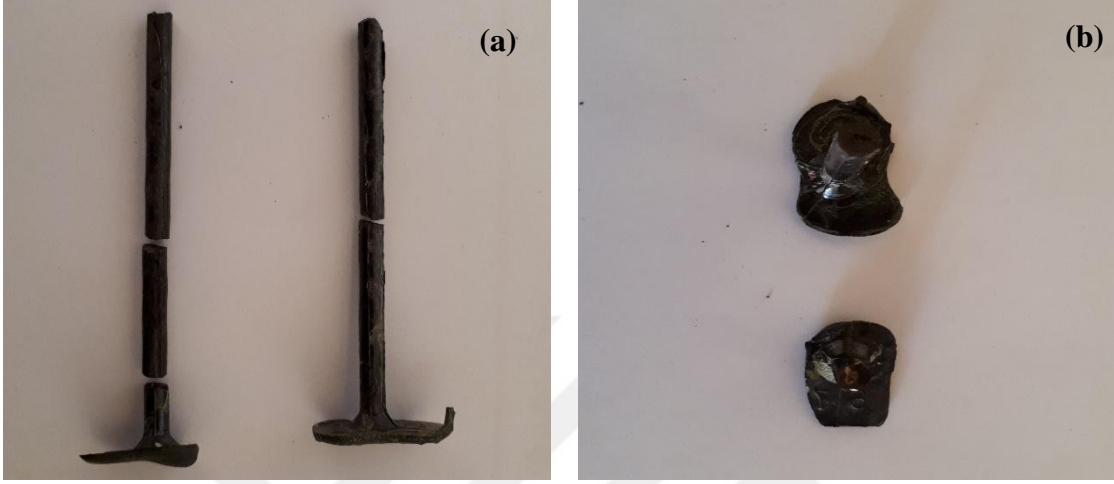
### 3.6.2. Eritme-Soğutma Süreci

Bu teknik 2234 (Pb-katkılı) kompozisyonuna uygulandı. Yukarıda belirtildiği üzere 2234 (Pb-katkılı) için hazırlanan toz alüminyum potaya aktarılmış ve eritme fırınında  $1200^{\circ}\text{C}$ ’de tamamen eriyene kadar ısıtıldı. Eriyikler bakır kalıp içine dökülerek 2234 (Pb-katkılı) çubuk formu elde edildi. Çok kısa bir katılaşmadan sonra dört parçalı bakır kalıp açılarak 2234 (Pb-katkılı) kompozisyonunun çubuk şekli üretildi. Çubukların kalıba tutunmaması için hızlı davranarak kalıp açıldı. Kalıba tutunmuş çubukları kırmadan ve çatlak oluşmadan ayırmak için soğuması beklendi. Bu süre zarfında çubuğun kalıptan ayrıldığı da görüldü.



Şekil 3.3.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$ ’un çubuk formunda üretilen durumu.

Bakır kalıp uygun bir şekilde ısıtılmadan döküm işlemi yapılması durumunda çubukların kırıldığı veya çatladığı görüldü. Ayrıca hızlı soğutma işlemi sırasında yine, çubukların aynı şekilde tepki verdiği görüldü (Şekil 3.4).



Şekil 3.4.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  çubuğun kusurlu durumu.

### 3.7. Eritme-Döküm-Soğutma İşlemi ve BSSCO Malzemelerin Tavlama

Eritme işleminin uygulanmasından sonra süper iletkenliği sağlamak için malzemelere bir tavlama programı uygulanması gerektiği iyi bilinmektedir. Bu nedenle, eritme-döküm-soğutma işlemiyle elde edilen çubuklar üzerinde bir tavlama işlemi gerçekleştirildi. Tavlama işleminin asıl hedefi çubukların mikro yapı ve süper iletkenlik özelliklerine ve tavlama sıcaklığının etkisini araştırmak olmalıdır.

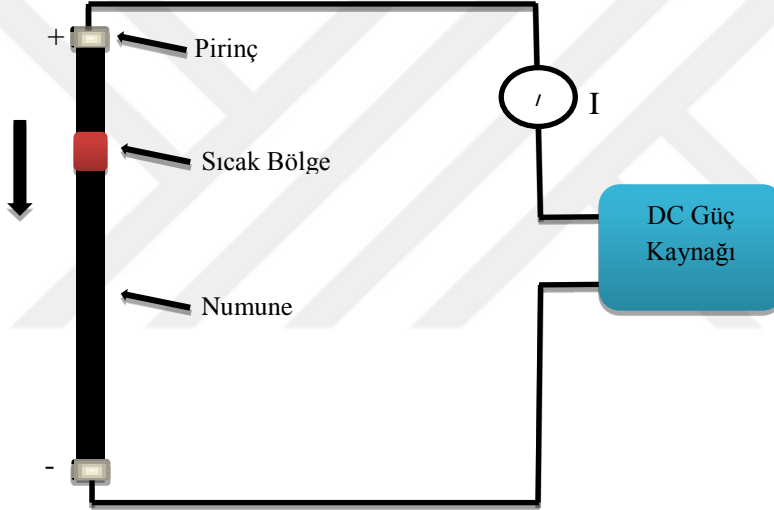
### 3.8. Dökme BSSCO Çubuklarında Doğru Akım Bölgesi (DCZ) ve Doğru Akım Tavlama (DCA)

BSSCO çubuk 2234 (Pb-Katkılı) kimyevi değerlerinde, eritme-döküm yöntemi ile hazırlanmış olan çubuklar kullanıldı. Bu çubuklara belirli koşullar altında bir elektrik alan uygulandı. Uygulanan bu elektrik alan üretilen çubuk boyunca pozitiften negatif elektroda doğru ilerlediği tanımlandı. İlerleme esnasında bir sıcak bölgenin oluştuğu görüldü. Üretilen malzemelerin bazılarında meydana gelen kusurlu bölgeleri düzeltmek ve sıcak bölgenin oluşması için gerekenin biraz altında bir akım uygulayarak eşit şekilde ısıtma işlemi de yapıldı. DCZ ve DCA yöntemlerinin uygulanması durumunda

malzemelerdeki mikro yapı ve fiziksel özelliklerinin nasıl olduğu ilerleyen başlıklar altında açıklanıp şekilleri verildi.

### 3.9. Deneysel Kurulum

Deney düzeneği şekildeki gibi şematik olarak gösterilmektedir. Dökme çubuklar, iki pirinç uç arasında monte edildi. Temas direncini azaltmak için çubukların uç kısımlarına iletken gümüş boya sürüldü. Bundan sonraki durumda çubuklar havada tutularak bir DC güç kaynağından (60V, 50A) bir akım uygulandı. Şekil 3.5'deki deneysel kurulum hazırlandı.

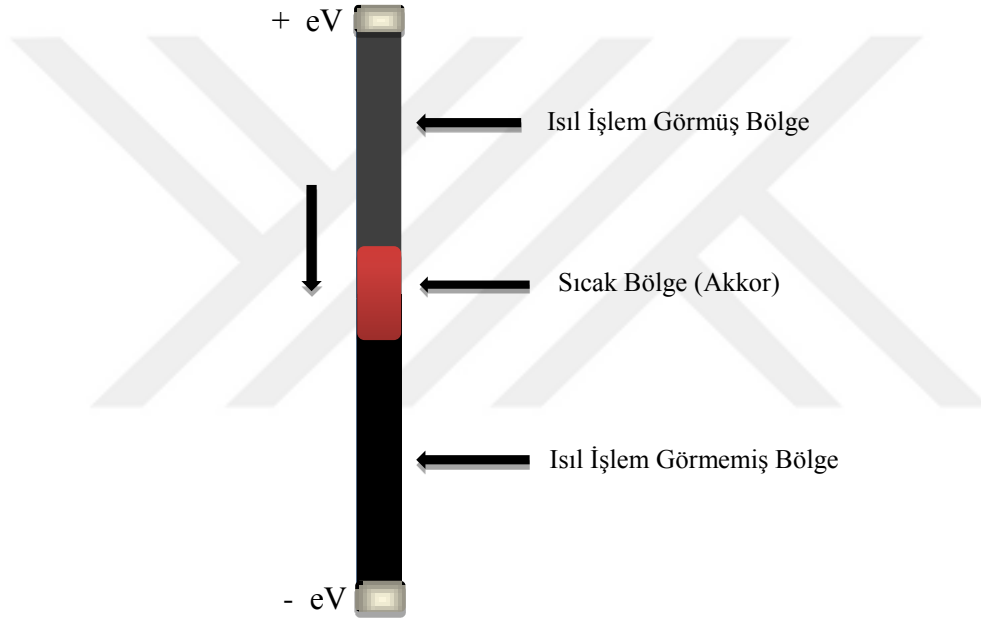


Şekil 3.5. Deneysel kurulumun şematik şekli.

### 3.10. Doğru Akım Bölgesi (DCZ)

BSCCO çubuklarına bir elektrik alan (60V ve 0.3A) uygulandı ve bu akım çubuğun direncini düşürdü. 1 veya 2 dakika sonra ilk voltaj 20V'ye düşürüldü ve akım 2,5A'ye kadar yükseltildi. Belirli koşullar altında, pozitif elektrotta iyi tanımlanmış bir sıcak bölge oluştu ve bu çubuk boyunca ilerledi ve negatif elektrotta ulaştığında kayboldu. Sıcak bölge negatif elektrotta yaklaştığında uygulanan akımdaki (0.2A) ufak bir artış, pozitif elektrotta yeni bir sıcak bölgeyi üretti. Bu daha sonra, birinci ile aynı davranışı sergilediği görüldü. DCZ' in çubuğun mikro yapısı üzerindeki etkilerini araştırmak için, akımın kapatılmasıyla birinci geçişte çubuğun ortasında bir sıcak

bölgenin durdurulmasına sebebiyet verdi. Bu nedenle, mikro yapıyı incelemek için dört bölgenin incelenmesine karar verildi. Bu bölgeler şekilde gösterildiği gibi kontaklar, bölge geçişi, sıcak bölge (akkor) ve sıcak olmayan parçalara ayrılmış bölgeler olarak incelenecektir. Buna ek olarak sıcak bölgenin ilerlemesi ve bitmesinden sonra tekrar aynı işlemin gerçekleşmesi için akımda bir artış sağlanması gerektiği. Akkor bölgenin sayısını, akımı dikkatle kontrol ederek daha da artırabildik. Bunu yaparken çubuğun akkor bölgesinin kolaylıkla eriyebileceğini de göz önünde bulundurulması gerekmektedir (Şekil 3.6).



Şekil 3.6. DCZ yöntemiyle işlenmiş bir BSCCO çubuğun şematik gösterimi.

### 3.11. Doğru Akım Tavlama (DCA)

Ayrıca, bir çubuk üretmek için gerekenin hemen altında bir akım uygulanarak bütün çubuğu eşit bir şekilde ısıtmakta mümkündür. Bu işlem için DCZ ile işleme tabi tutulmuş çubuklara havada çeşitli zamanlarda 2A akım uygulandı. Bu durumun oldukça istikrarlı olduğu ve birkaç saat süreyle korunabileceğini gördük. Tüm numuneler altı kere, bölünmüş ve daha sonra gösterilen süre boyunca 2A akım geçirilerek tavlandı. (DCA).

### 3.12. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

X-ışını kırınım seimens x-ışını difrakto metresi ile  $\text{CuK}\alpha$  ışını kullanılarak bir taramada ( $20^\circ < 2\theta < 60^\circ$ )  $0.05^\circ$  adımlarla 5 saniyelik adımlar atılarak gerçekleştirildi. X-ışını kırınım ölçekleri aşağıdaki koşullar altında kullanıldı:

Cu hedefi, 35KV, 25mA

Yanıt 1sn

Tam-tarama-kırınım (FSD) oranı,  $10^3$

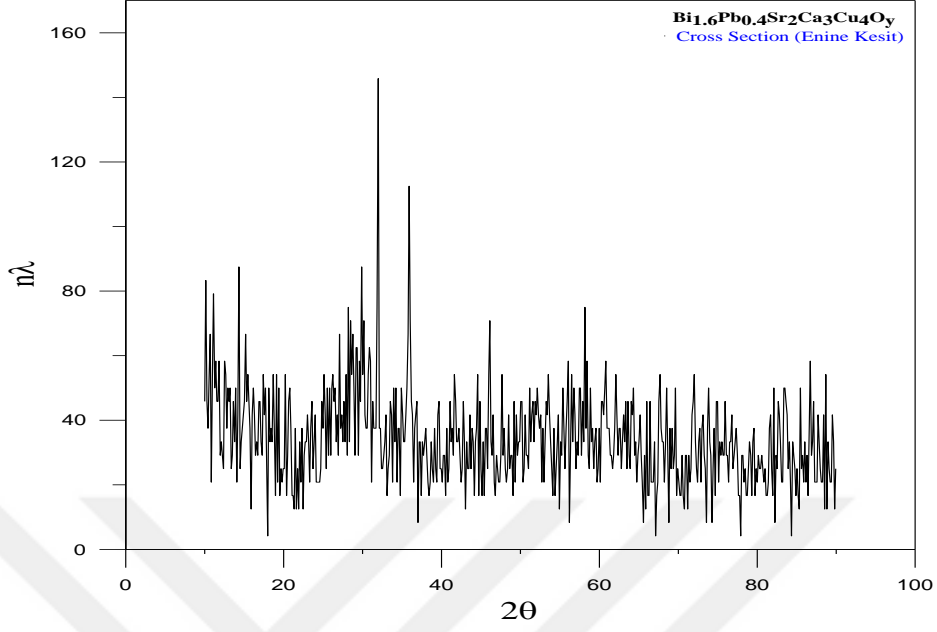
Kazanç saniyede 10adım

Toz numune, enine kesit, silindir, silindir boyuna kesit parçaları kullanılarak tüm x-ışını kırınım ölçümleri yapıldı.

### 3.13. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

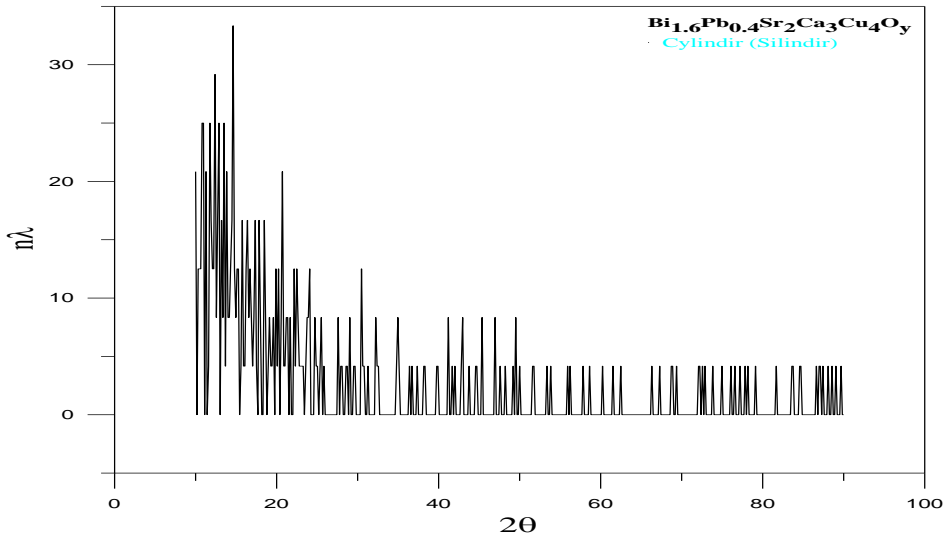
Toz haline getirilen  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  çubuk, Jeol 840A taramalı elektron mikroskobu kullanılarak araştırıldı. Analizin bir enerji dağılımı X-ray analizi (EDX) sistemi kullanılarak gerçekleştirildi. İncelenecek malzemeler plastik reçine üzerine monte edildi ve cilalandı. Daha sonra numuneler, SEM’de herhangi bir şarjı önlemek için karbonla kaplandı. Enerji dağılımlı x-ışını analizi, enerjilerine dayalı olarak karakteristik x-ışınlarını ayırır. İncelenen numunede x-ışınları oluşturmak için ince odaklanmış bir elektron demeti kullanılır. X-ışını spektrumundaki çizgilerin yoğunluğundan, mevcut elementler tanımlanabilir ve konsantrasyonları belirlenebilir. Kantitatif analizde, numunelerden gelen x-ışını çizgilerinin yoğunlukları, bilinen bileşimlerin standart örnekleri ile karşılaştırılır.

Şekil 3.7’de enine kesiti alınmış numunenin görüntüsü görülmektedir. X-ışını difraksiyonu görüntüsünde üretilen çubukların yüksek oranda amorf olduğu, yani cam olduğu söylenebilir. Çok az bir kısmında kristal faz görülmektedir. Burada şu sonucu söyleyebiliriz. Alınan x-ışının da taban durumu gürültülü görülmektedir. Bu da yapıda kristal fazın az olduğunu  $2\theta=30-40$  arasında iki tane gerçek pikin olduğu gözlemlendi. Zira bu pikler yapının içerisinde iletkenlik fazının olduğunu işaret etmektedir. Bu iletken fazlar sayesinde hedeflenen deneyin gerçekleştirilmesi için bu fazlara ihtiyaç vardır.



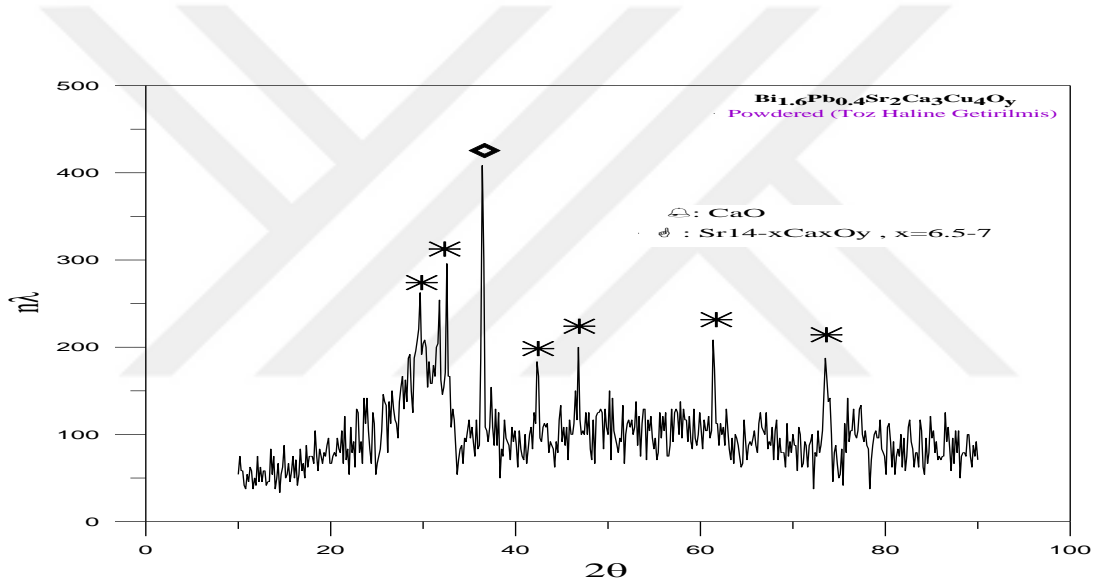
Şekil 3.7. Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>12</sub> enine kesitinin X-ışını difraksiyonu.

Şekil 3.8’de bir çubuk numunenin dış yuvarlak kısmından alınan x-ışını gösterilmektedir. Yani silindirik yapısı 6mm olan numunenin dış yüzeyinden alınan sonuç görülmektedir. Şekildeki x-ışını difraksiyonundan söyleyebileceğimiz husus silindirik yapıdan dolayı çok düşük açılarda şiddet daha fazla olmasıdır. Bu da tamamen cihazla ilgili bir durumdur.



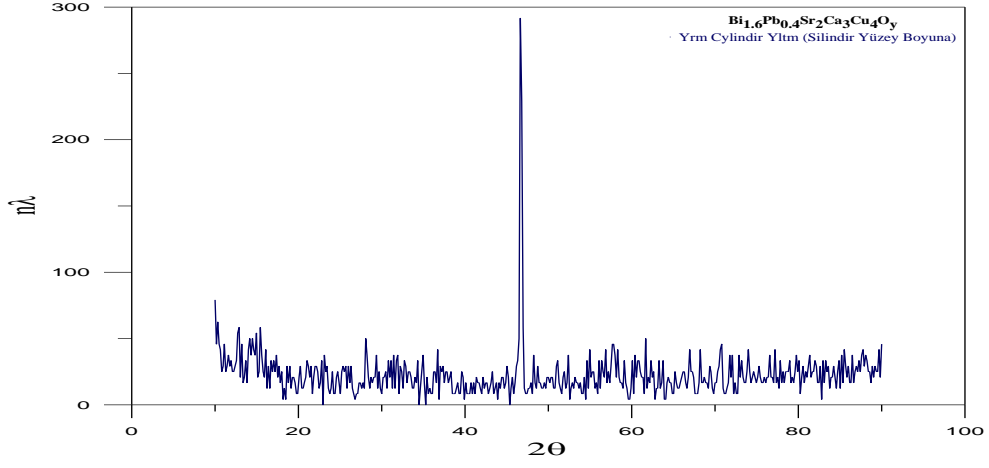
Şekil 3.8.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  silindir şeklin X-ışını difraksiyonu.

Şekil 3.9’da 2234 (Pb-katkılı) çubuk haline getirilen numunenin, toz halindeki x-ışını sonucu gösterilmektedir. Toz haline getirdiğimizde tüm fazların ortaya çıkması daha olasıdır. Düşük orandaki fazların görülmesi için toz halinde alınması en doğru yoldur. Bu şekilde görüldüğü gibi  $2\Theta=31.68^\circ$ ’de bir tepe görülmektedir. Toz malzemenin yapısında yüksek oranda amorf yapı içerdiği görülmekte ve tekleme şeklinde görülen kristalik fazların olduğu görülmektedir. Tam amorf olmadığını gösteriyor. Bu da %60 oranında faz değişimi olduğunu gösteriyor. Ayrıca 2234 kristal yapının, üretilen malzeme elde edildiğini göstermektedir.



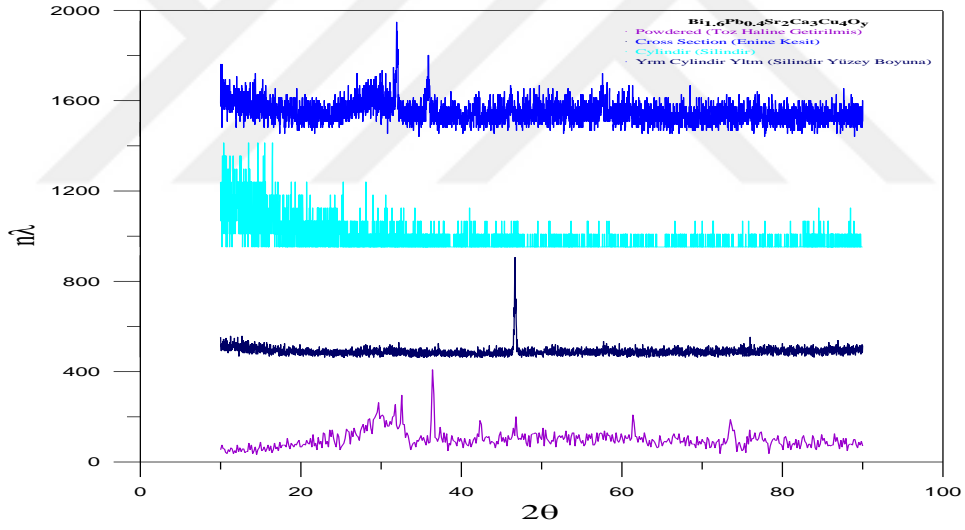
Şekil 3.9.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  toz halindeki X-ışını difraksiyonu.

Şekil 3.10’da görüldüğü gibi taban durumları çok gürültülü görülmektedir. Bura da amorf yapıların olduğunu söyleyebileceğimiz iyi bilinmektedir. Bir sıvı maddenin katılaşma yüzeyi dışardan içeri doğru sonlanır. Yani silindirin dış yüzeyinin iç faza göre çok hızlı soğumasıdır. Örneğin bir anda dış bölgede soğuma gerçekleşirse, hangi madde olursa olsun bütün maddeler amorf yapı kazanabilirler. İç kısımdaki soğuma yavaş olduğu için kristalik faz daha fazla olur.



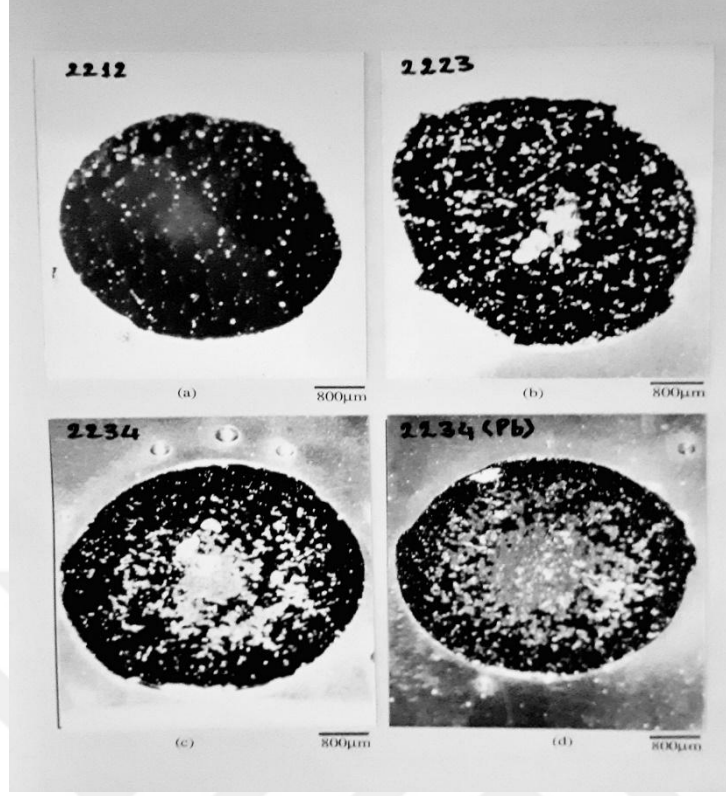
Şekil 3.10.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  silindirik yüzey boyunca X-ışını difraksiyonu.

Şekil 3.11’de x-ışını değerleri bir arada gösterilmektedir.



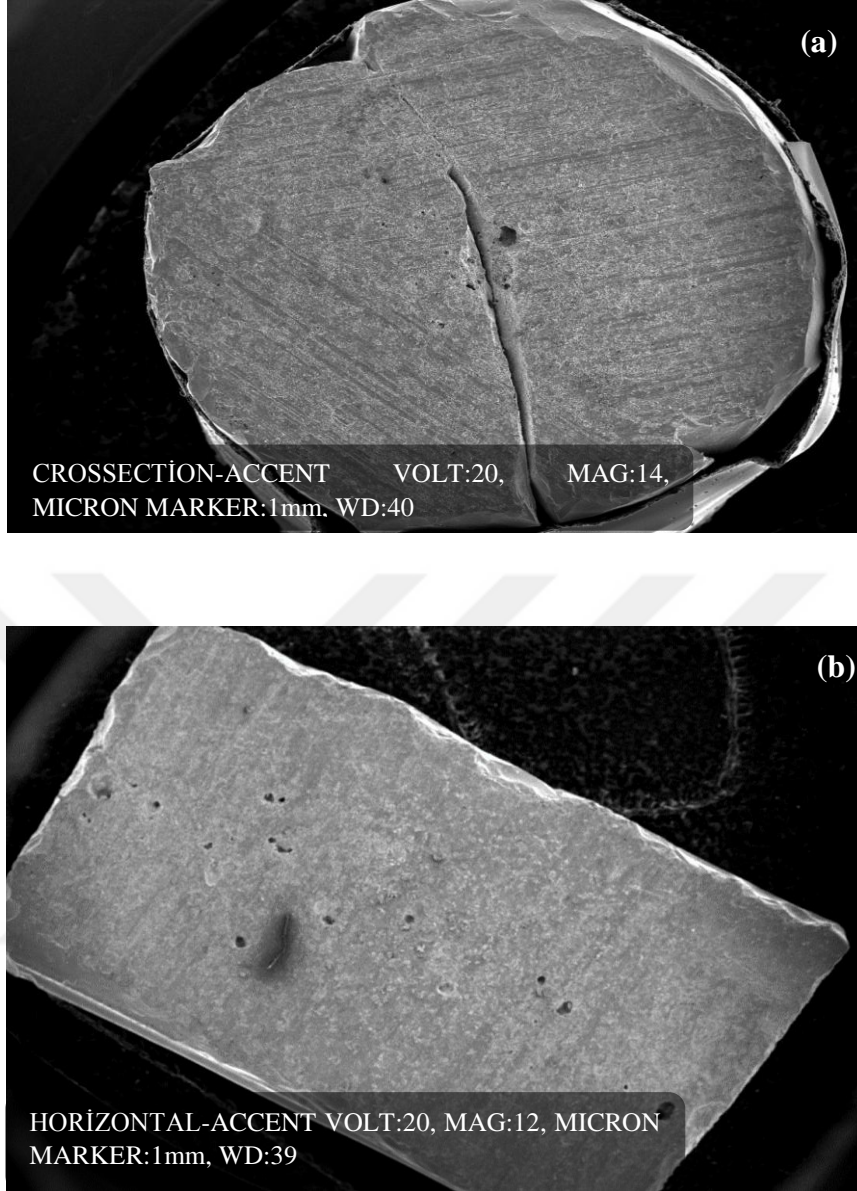
Şekil 3.11.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  bütün X-ışını difraksiyonlarının bir arada gösterilmesi.

BSCCO sistemindeki (2212), (2223), (2234) ve (2234(Pb-katkılı)) malzemelerin kristalleşme durumlarının görülmesi amacı ile şekil 3.12’de eklendi (Yanmaz, 1992).



Şekil 3.12. BSCCO' in farklı fazlardaki kristalleşme durumları.

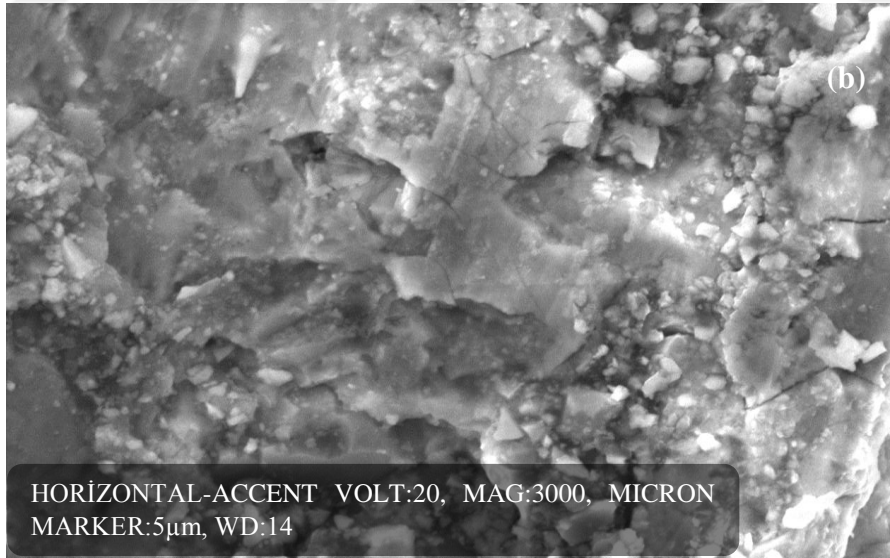
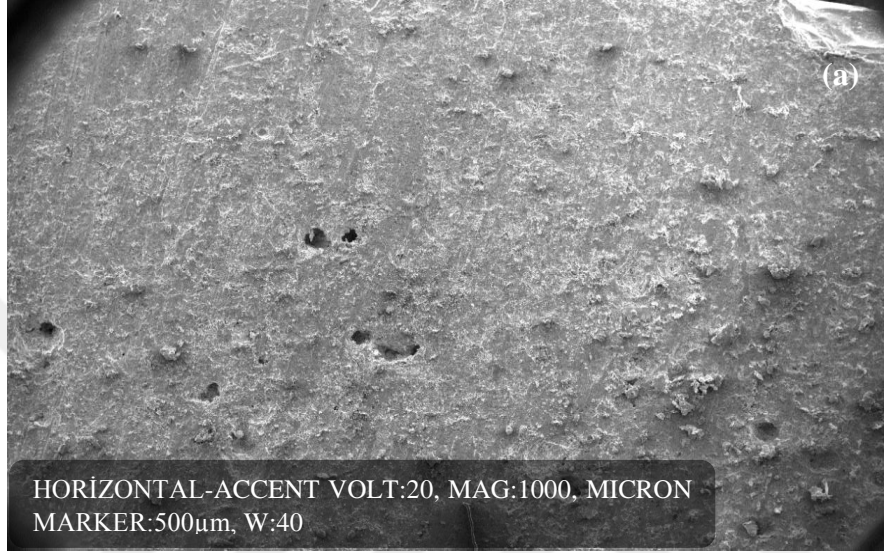
Şekil 3.13.a ve Şekil 3.13.b'de eritme-döküm yöntemiyle üretilmiş çubuk şekilli 2234 (Pb-katkılı) numunesinin enine ve boyuna kesitinin mikro yapıları görülmektedir. Resme bakıldığında da, yoğun bir homojen kütle görülmektedir ve hemen hemen %100 yoğunluklu kabul edilebilir. Kesit resmine tekrar bakılırsa dış yüzeyinde ince çatlaklar görülüyor. Bu çatlağın sebebi hızlı soğumadan ileri gelir ve yine bilindiği gibi dışardan içeri doğru katılaşmanın gerçekleşmesindedir. Bu neden dolayı en hızlı soğuma dış bölgede olduğundan dolayı çatlama ihtimali yüksektir. Kalıbın ön ısıtılması bu çatlağı ortadan kaldırmak içindir. Resimde görülen siyah noktalar ilerde detaylı göreceğimiz kalsiyum ve bakırın ikili kompozisyonları olabilir. Resme dikkatli bakıldığında kenar bölgelerinin iç bölgelere göre daha siyah bir yapıda olduğu görülmektedir. Bu siyahlığın sebebi mikroskop altında camsı yapıda olmasındandır. Aynı zamanda mikro yapıda ve makro yapıda çatlaklar görüldü. Bu çatlaklar numunenin kusuru da olabilir.



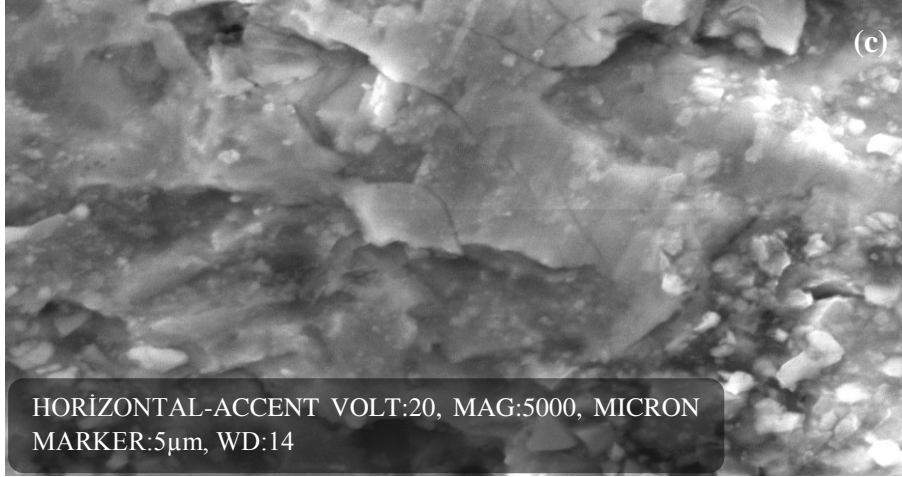
Şekil 3.13.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  enine ve boyuna kesitinin mikro yapısı.

Şekil 3.13.a'da görülen fotoğrafın biraz daha büyüğü Şekil 3.14.a, Şekil 3.14.b ve Şekil 3.14.c'de görülmektedir. Şekil 3.13.a'da fotoğraf yüzeyinde siyah boşlukların varlığı tespit edildi. Maddenin karakteristik özelliklerini etkileyecek şekilde çok olmadığı düşünülmektedir. Boşluk bölgelerinin muhtemelen kalsiyum oksit (CaO) veya türevlerinin yapısı olduğu düşünülmekte ve bu bölgelerin yumuşak fazının ayrışmasından kaynaklanmaktadır. Yumuşak olduğu için numunenin kesilip parlatılması anında döküldüğü görülmektedir. Bilindiği gibi başlangıç yapısı homojen olursa son anda ki beklenen yapıda homojen olur. Şekil 3.14.b ve Şekil 3.14.c'de, Şekil

3.13.a'daki yapının daha detaylı resimleri görülmektedir. Aynı zamanda mikro yapıdaki ve makro yapıdaki çatlaklar daha detaylı bir şekilde görülmektedir. Bu çatlaklar numunenin kusuru da olabilir. Yapıya bakıldığında çok yoğunluklu ve tanecikli olduğu görüldü. Ayrıca siyah bölgeler ana yapı olan Bi ve Pb yapılarının oluştuğunu gösteriyor.

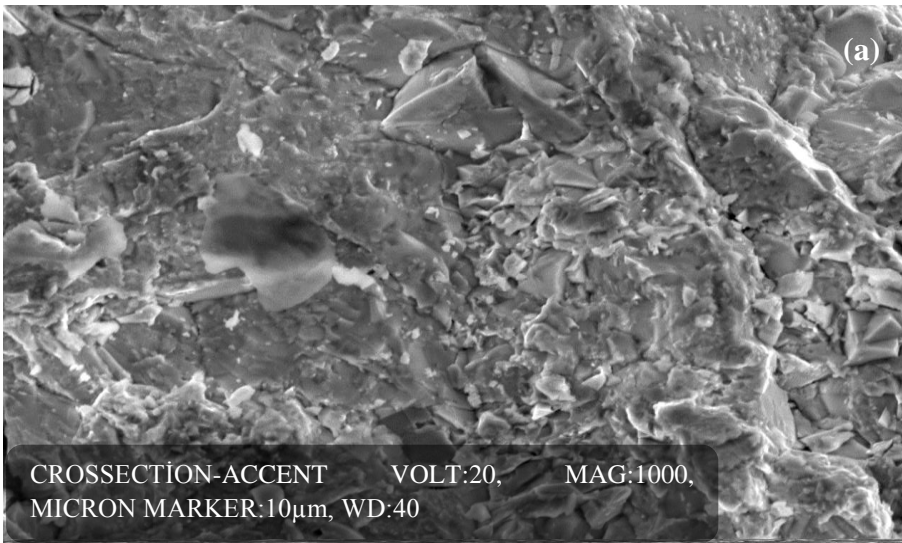


Şekil 3.14.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  boyuna kesitinin mikro yapısı.

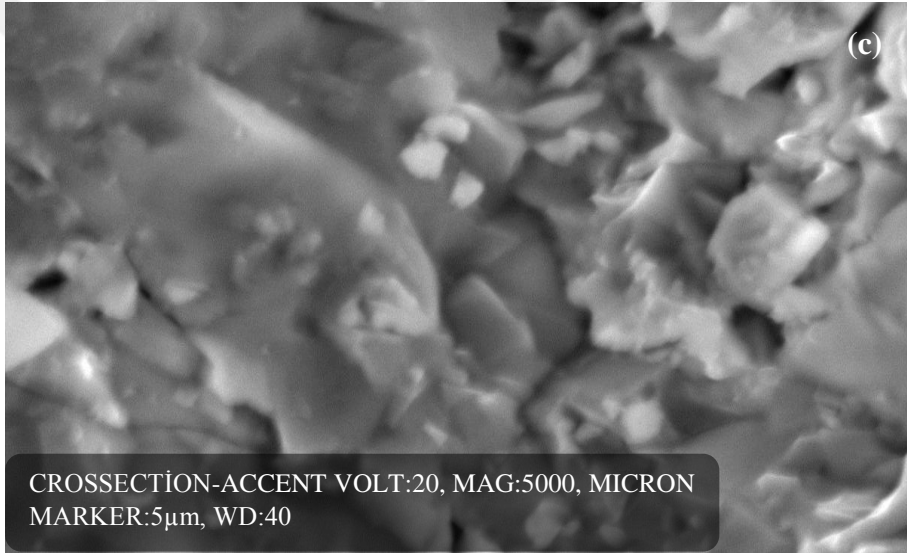
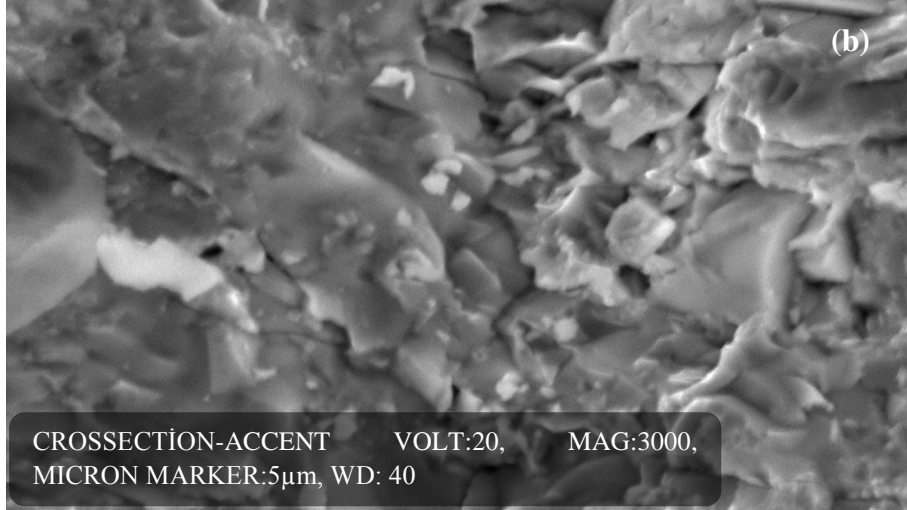


Şekil 3.14.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  boyuna kesitinin mikro yapısı (devam).

Şekil 3.13.b'deki yapının detaylı ve büyütülmüş resimleri Şekil 3.15.a, Şekil 3.15.b ve Şekil 3.15.c'de görülmektedir. Resimleri incelediğimizde tanelerin belli bir spektrumda olduğu nano boyut dan mikro boyutuna kadar bir değişim mevcuttur. Aynı zaman da nano parçacıkların temel karakteristiği olan topaklanma olayı burada açıkça görülmektedir. Kristalleşme gelişi güzel doğrultuda yani, serbest doğrultuda büyümüştür. Tipik karakteristik BSCCO yapısının iğnemsî şekilde olması gerekirdi. Fakat burada bloklar halinde paketleniği görülmektedir. Yoğunluğun yine yüksek olduğunu düşünürüz.



Şekil 3.15.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  enine kesitinin mikro yapısı

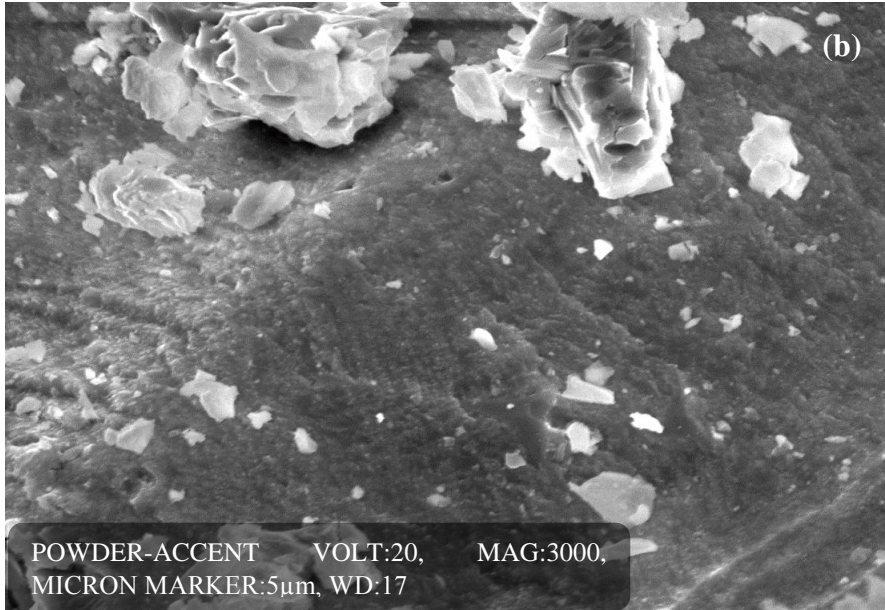
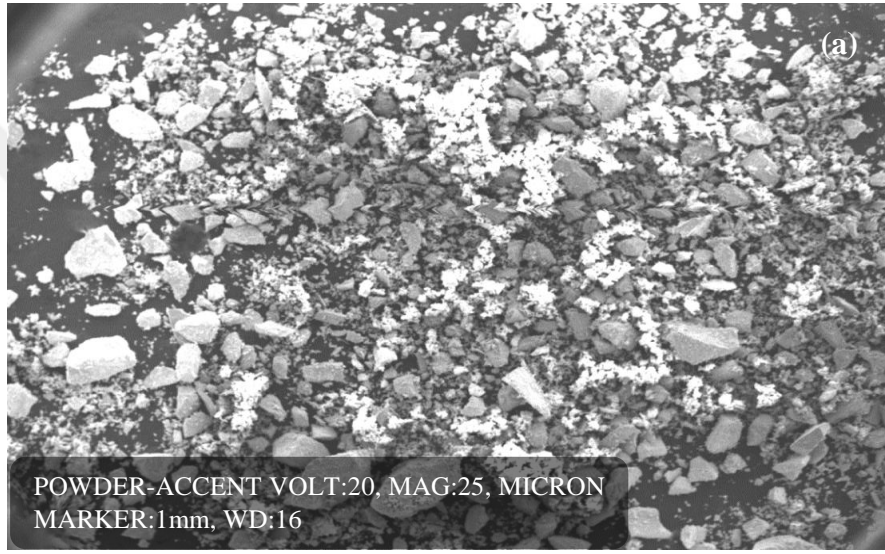


Şekil 3.15.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  enine kesitinin mikro yapısı (devam).

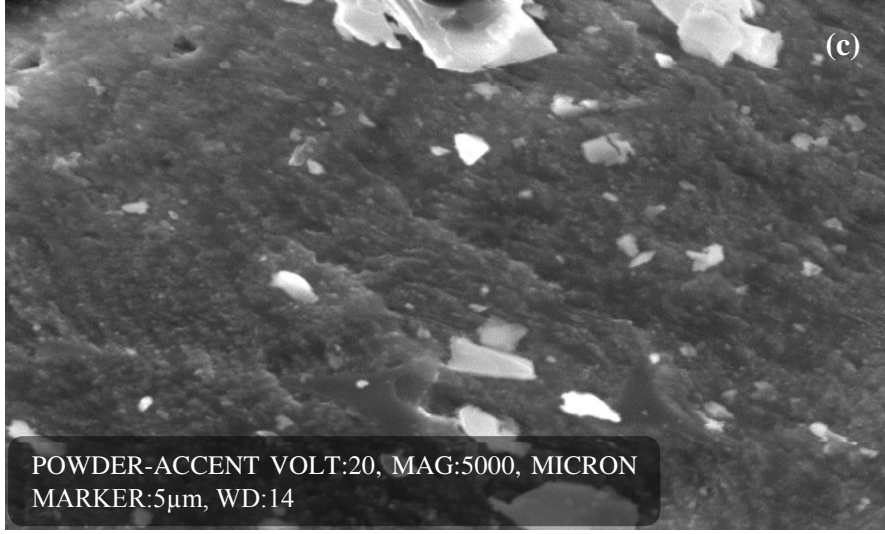
Şekil 3.16.a, Şekil 3.16.b ve Şekil 3.16.c'deki resimlerinde toz morfolojisi görülmektedir. Resimlere baktığımızda irili ufaklı tanecikler görülmektedir. Genellikle bu taneciklerin küresel yapıda oldukları ve fazla taneciklerin de bloklar halinde olduğu görüldü. Boyut analizi yapmaktaki amaç, nano boyuttan mikro boyuta geniş bir aralıkta tane boyutunun mevcut olmasıdır. Birçok taneciğinde silindirik yapıda olduğu görüldü. Homojen yapı olmasından dolayı, fazın çok fazla olduğunu, kontrast farkında çok olmadığına ve camsı bir yapının olduğu da açıkça görülmektedir. Bütün yapıyı camsı

olduđu grld. Isıl iřlem yapıldıktan sonra bu yapının daha farklı renklerde olması beklenmektedir.

nceki blmde, BSCCO' un yksek yođunluklu, niform geometrik n maddeleri retmek iin eritme-dkm ve eritme-sođutma yntemleri anlatıldı. Bu yntemler ıřıđında hazırlanan ubuk malzeme diđer bir iřlem iin incelemeye alındı. Bu blmde, 2234(Pb) kompozisyonu dkme ubuklarına dođru akım uygulanmasının etkisi incelenmiř ve ubukların mikro yapısal ve sper iletken zellikleri aıklandı.



řekil 3.16.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  toz morfolojisi.



Şekil 3.16.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  toz morfolojisi (devam).

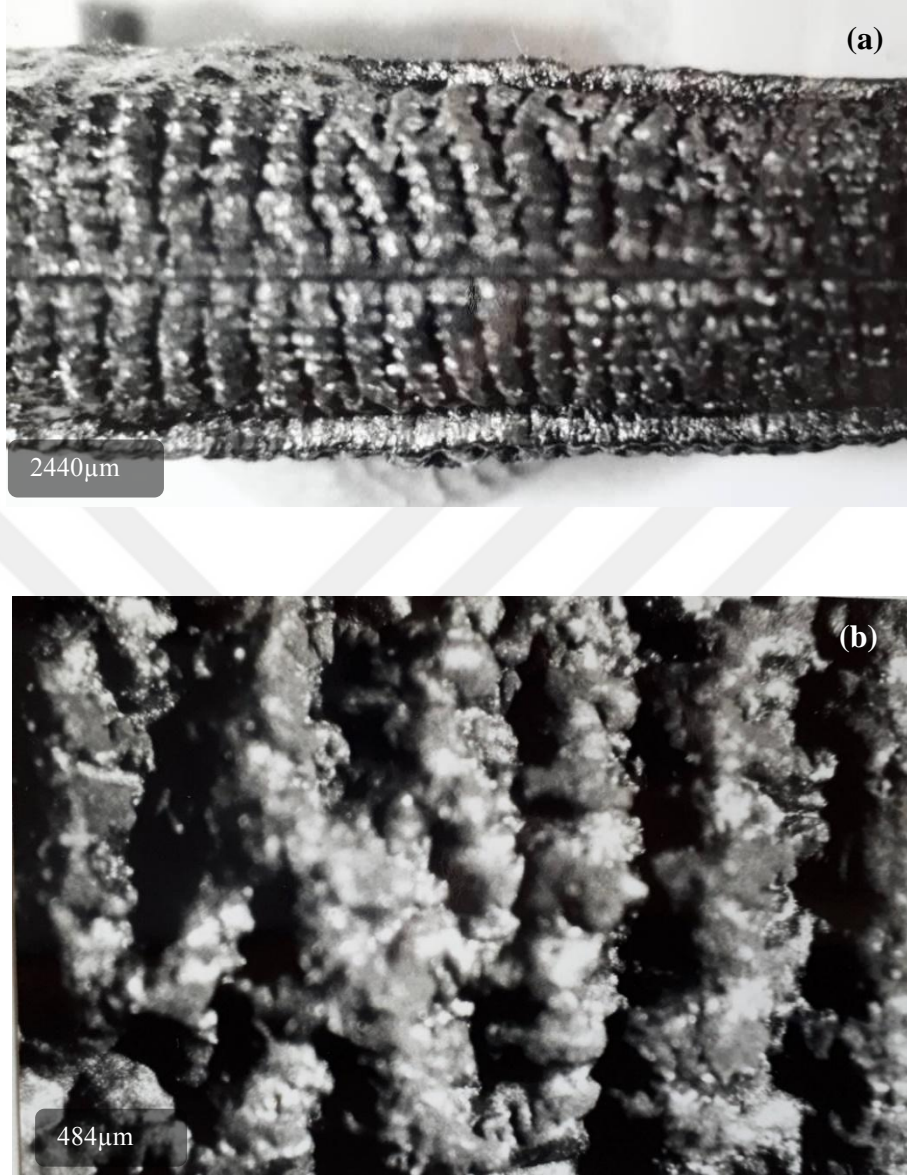
### 3.14. Malzeme Hazırlığı

Yukardaki Şekil 3.5'teki gibi hazırlanan deney düzeneğinin de görüldüğü gibi, doğru akım uygulaması için (2234 (Pb-katkılı)) eritme-döküm yöntemi ile çubuk halinde üretildi ve doğru akım uygulandı. Malzeme üzerinde yapılan incelemeler tamamlandı.

### 3.15. DCZ Metodu ile Tedavi Edilen 2234 (Pb) Çubukların Mikro Yapısının İncelenmesi

2234 (Pb,  $x=0.4$ ) sembolik bileşimin dökme çubuğu hem amorf hem de kristal fazlardan oluşur. DCZ' in bir çubuk üzerindeki etkisini araştırmak için, akımın kapatılmasıyla ilk geçişte çubuğun ortasında, bir sıcak bölge tutularak dört farklı parçada mikro yapısal araştırmalar gerçekleştirildi.

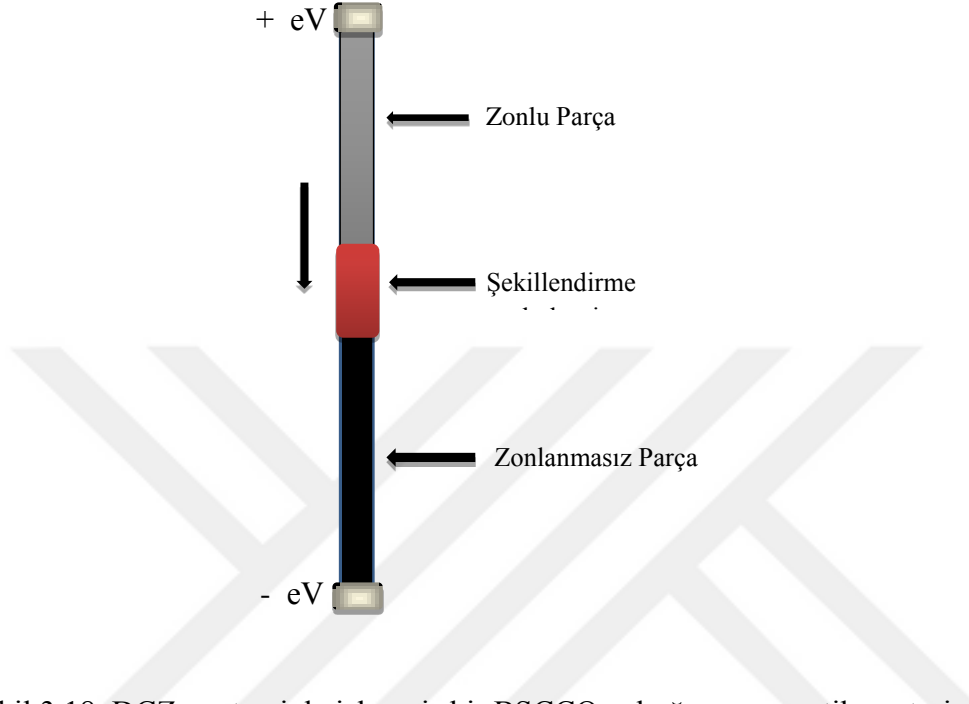
Şekil 3.17. a'da görülen yapıda numune de büzüşme ve boyca kısalma gerçekleşti. Camsı yapının erimesinin sonucu olarak boyca kısalma gözlemlendi.



Şekil 3.17.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  çubuğuna, DCZ metodu uygulandıktan sonraki mikro yapısı.

Şekil 3.17.b'de pozitif elektrotta iyi tanımlanmış bir sıcak bölge oluşmakta ve çubuk boyunca gezinmektedir. İşlemden sonra çubuk üzerinde oluklu bir yüzey bıraktıktan sonra negatif elektrota ulaştığında kayboldu. Oluşan bu oluklu bölge yukardaki şekillerde gösterilmektedir. Bu fotoğraflar stereo mikroskop ile çekildi.

Şekilde gösterildiği gibi çubuğun dört kısımlı parçalara ayrıldığı ve elektrotlarda  $\pm Ve$  kısımları da Şekil 3.18’de gösterilmektedir.

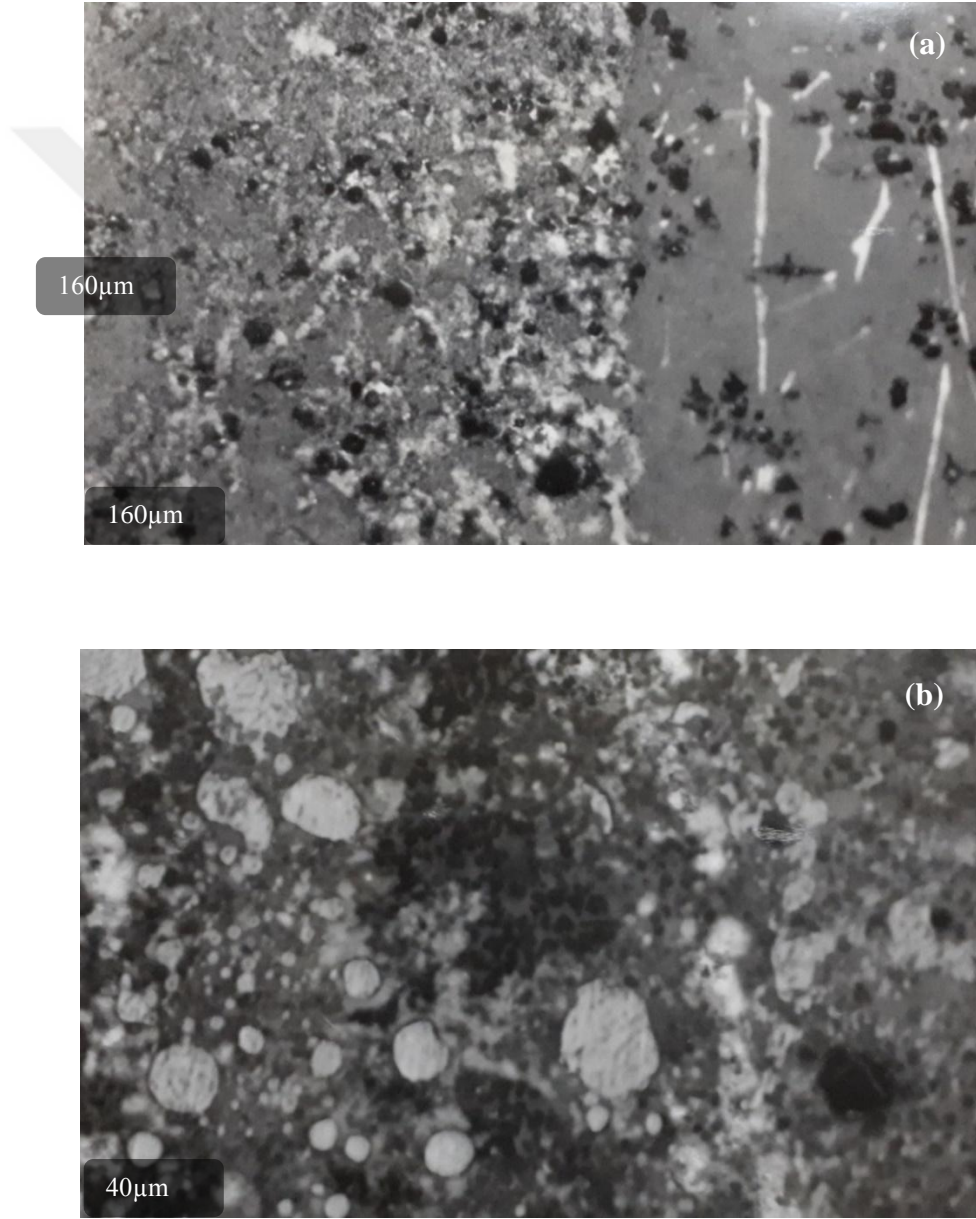


Şekil 3.18. DCZ yöntemiyle işlenmiş bir BSCCO çubuğunun şematik gösterimi.

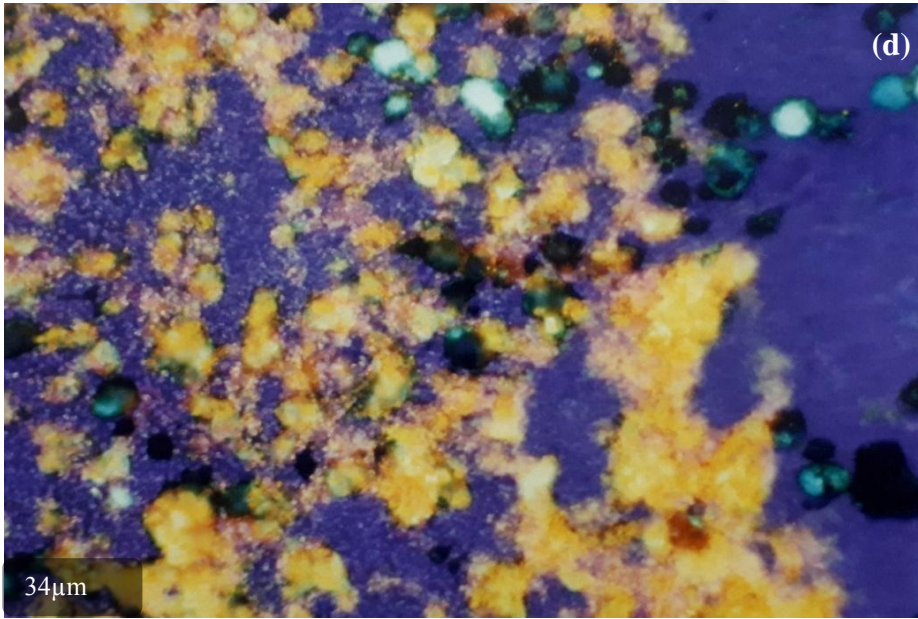
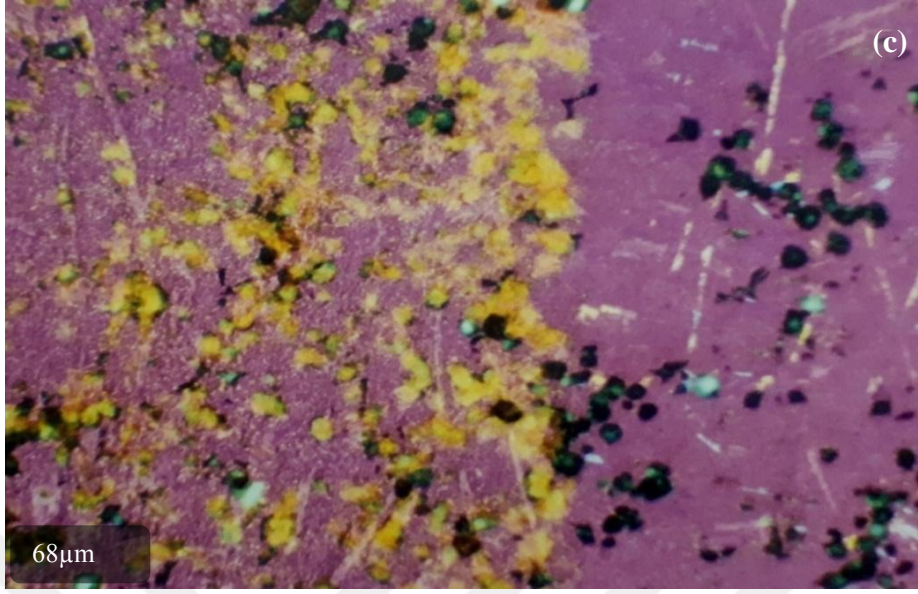
### 3.16. Şekillendirme Bölgesi

Şekillendirme bölgesinin uzunlamasına bir kesitinden mikro yapısının durumu Şekil 3.19.a’da gösterilmekle birlikte aynı bölge Şekil 3.19.b’de daha yakından görülmektedir. Şekil 3.19.a’da, mikrografi de zonlu veya zonlanmamış malzeme arasındaki bölgede keskin bir ara yüz bulunduğunu göstermektedir. Çubukta hareket eden yeni bir kristalleşme ve dönüşüm cephesi olduğu görülmektedir. Şekillendirme sonrasında çubuğun mikro yapısının ilk dökme durumundan radikal olarak değiştiği görülebilir. Ara yüzün hemen arkasındaki parça bölgesi, ince bir faz karışımı içerir ve Şekil 3.19.c’de gösterildiği gibi yuvarlak Cu (x1) parçacıkları serpiştirilir ve bu parçacıklar Şekil 3.19.d’de turuncu renkte gösterilir.

Şekil 3.19.a, Şekil 3.19.b, Şekil 3.19.c ve Şekil 3.19.d'deki resimlerde yarıısı zonlanmış yarıısı zonlanmamış bölgeler farklı yapıdadır. Yani ısıl işlem görmüş ve görmemiş bölge arasındaki fark görülmektedir.



Şekil 3.19.  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  çubuğundaki zonlu ve zonlanmamış bölgelerin renkli görünümü.



Şekil 3.19.  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  çubuğundaki zonlu ve zonlanlamış bölgenin renkli görünümü (devam).

Yukardaki şekillerde görülen iki farklı bölgenin katıhal fiziğinde metal-metal, metal-ametal veya metal-süper iletken yapıları bu işlemle gerçekleştirilebilir.



## 4. TARTIŞMALAR VE SONUÇ

### 4.1. Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Sisteminin Mikro Yapı ve Fiziksel Özellikleri

- 1- Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O sistemindeki (2234 (Pb-katkılı)) çubuk yapısı (10 cm, çapı 6mm) eritme-döküm ve eritme-soğutma yöntemleriyle başarılı bir şekilde hazırlandı.
- 2- 2234 bileşimi, çoğunlukla çubuğun merkezinde meydana gelen bazı ikili veya üçlü kristal fazlar içerir.
- 3- Üretilen numunelerin SEM analizinden kısmen kristal yapıda olduğu ve Sr-Ca-Cu-O yapısının iğne görünümünde, CaO yapısının yuvarlak görünümde olduğu belirlenmiştir. Ayrıca numunelerde bol miktarda Cu olduğu belirlenmiştir.
- 4- Üretilen numuneler XRD analizinden son olarak 450°C'de tavlama sonucunda kristal yapı kazandığı belirlenmiştir.
- 5- Özdirenç ve AC duyarlılık ölçümlerinden ve XRD analizinde tavlamanın eritme-döküm ve eritme-soğutma materyalleri içerisindeki yüksek- $T_c$  faz hacim fraksiyonunu arttırmada çok etkili olduğu bulundu.
- 6- Tavlama numunenin  $T_c=105K$ 'de süper iletkenlik sergiledi.

### 4.2. BSSCO Çubuklarında Doğru Akım Bölgeleri (DCZ) ve Doğru Akım Tavlama (DCA)

- 1- Bir dökme BSSCO 2234 (Pb-katkılı) çubuktan bir DC akımı (60V, 0.3A) geçirildiğinde, numune önce genel bir ısıtma işleminden geçirilir ve çubuğun direnci düşer, ardından 1 ila 2 dakika sonra başlangıç voltajı 20V' a düşürüldü.
- 2- Akım 2.5A civarında yükseldiğinde pozitif elektrotta iyi tanımlanmış bir sıcak bölge görünür ve bu bölge çubuk boyunca hareket ederek negatif elektrotta kaybolur. Çubuk üzerinde oluklu bir yüzey bırakır.

3-



- 4- Sıcak bölge numunenin DC uçlarına ters bağlandığında tersine dönmüştür. Buna ek olarak sıcak bölge tutuklanabilmekte ve akım aşamalı olarak azaltılarak yok edilmiştir.
- 5- Ayrıca, bir çubuk üretebilmek için gerekli olanın hemen altında bir akım uygulanarak bütün çubuğu eşit bir şekilde ısıtmak mümkündür.
- 6- DCZ ve DCA' in kombinasyonu, çubuk mikro yapısını değiştirir ve 80K'de düşük- $T_c$  süper iletken fazın oluşumuyla sonuçlanır.
- 7- Sönmüş bölgenin uzunlamasına bir kesitinin mikro yapısı, zon edilmiş ve zon edilmemiş malzeme arasında keskin bir ara yüz gösterir. Çubuk boyunca hareket eden yeni bir kristalleşme önermektedir. Ara yüz ve hemen ardındaki bölge de güzel bir faz karışımı içerir ve yuvarlak serbest Cu partikülleri içerir.

### 4.3. BSCCO Davranış İçin Olası Bir Model

Olayların katı haldeki elektrolizden ötürü olduğu ve  $O^-$  iyonları  $-eV$  elektrottan  $+eV$  elektrotta bir elektrik alan grandyenti altında göç ettiği düşünülmektedir. Böylece  $+eV$  elektrotta  $O^-$  iyon konsantrasyonunda bir artış meydana gelir. Dirençli ısıtma nedeniyle bir sıcak bölge oluşturulur. Malzeme sıcaklaştığında oksijen kaybolur, direnç düşer. Bölge daha sonra bir başka yüksek dirençli bölgeye geçer. Bu şekilde bölge çubuğun altına iner ve hareket ettikçe oksijen içeriğini düşürür. Bu bir kere bittiğinde süreç tekrar başlar. Çubuğun kristalleştirilmesi genel direnci düşürecek ve bu nedenle stabilize bir mikro yapı elde edilinceye kadar sonraki koşullarda mevcut durum değişecektir. Çubuğun DC bağlantısı tersine yapıldığında bölgenin hareket yönünü tersine çevrildiği gözlenmiştir.

## KAYNAKLAR

- Abe, Y., Hirata, K., Hosono, H., Kubo, Y. (1992). Effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additives on the formation of superconducting whiskers (2212 phase) in melt-quenched BiSrCaCu<sub>2</sub>O<sub>x</sub>. *Journal of Materials Research*, **7**(7); 1599-1601.
- Arendt, R. H., Garbaskas, M. F., Schilling, L. L. (1990). The chemistry and superconducting properties of species in the system. Bi-Ca-Sr-Cu-O. *Journal of Materials Research*, **5**(1); 33-38,
- Awano, M., Kani, K., Takao, Y., Takagi, H. (1991). Enhancement for synthesis of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductor by the spray drying and subsequent calcination with rapid heating. *Japanese Journal of Applied Physics*, **30**(5A); L806.
- Balestrino, G., Gambardella, U., Marinelli, M., Paoletti, A., Paroli, P., Paternò, G. (1989). Electric, magnetic, and transport critical current density behavior of the 2201, 2212, and 2223 phases of 'BSCCO'. *Journal of Superconductivity*, **2**(3); 387-394, 1989.
- Cava, R. J. (1988). Spring Meeting of The American Physical Society.
- Chu, C. T., Dunn, B. (1987). Preparation of High- T<sub>c</sub> Superconducting Oxides by the Amorphous Citrate Process. *Journal of the American Ceramic Society*, **70**(12), C-375.
- Egawa, K., Umemura, T., Kinouchi, S. I., Wakata, M., Utsunomiya, S. (1991). Microstructure and superconducting properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O system prepared by a melt process. *Japanese Journal of Applied Physics*, **30**(7A); L1160.
- Endo, U., Koyama, S., Kawai, T. (1988). Preparation of the high-T<sub>c</sub> phase of Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(8A), L1476,
- Garnier, V., Ambrosini, A., Desgardin, G. (2002). Secondary phase formation during the Bi-2223 phase calcination process. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, **13**(6), 353-356, 2002.
- Greaves, C., & Blower, S. K. (1988). Structural relationships between Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and β-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Materials research bulletin*, **23**(7); 1001-1008,
- Hosoya, S., Shamoto, S. I., Onoda, M., Sato, M. (1987). High-T<sub>c</sub> superconductivity in new oxide systems. *Japanese Journal of Applied Physics*, **26**(4A), L325.
- Kaneko, T., Wada, T., Yamauchi, H., Tanaka, S. (1990). (Tl, Pb, Bi)Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>z</sub> superconductor with zero resistance at 120 K. *Applied Physics Letters*, **56**(13); 1281-1283,
- Kijima, N., Endo, H., Tsuchiya, J., Sumiyama, A., Mizuno, M., Oguri, Y. (1988). Reaction mechanism of forming the high-T<sub>c</sub> superconductor in the Pb-Bi-Sr-Ca-Cu-O system. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(10A); L1852, 1988.
- Komatsu, T., Matusita, K. (1991). High-T<sub>c</sub> superconducting glass-ceramics. *Thermochimica Acta*, **174**; 131-151.
- Koyama, S., Endo, U., Kawai, T. (1988). Preparation of single 110K phase of the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductor. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(10A); L1861,

- Kumakura, H., Togano, K., Maeda, H., Mimura, M. (1990). Bi(Pb)- Sr- Ca- Cu- O superconducting composite tapes prepared by the powder method using an Ag sheath. *Journal of Applied Physics*, **67**(7), 3443-3447,
- Kumar, P. A., Mahumuni, S., Kulkarni, P., Mulla, I. S., Chandrachud, M., Sinha, A. P. B., Kulkarni, S. K. (1990). Room- temperature reaction of a Ni/Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub> interface. *Journal of Applied Physics*, **67**(6); 3184-3187,
- Lee, K. K., Lim, D. R., Luan, H. C., Agarwal, A., Foresi, J., Kimerling, L. C. (2000). Effect of size and roughness on light transmission in a Si/SiO<sub>2</sub> waveguide: Experiments and model. *Applied Physics Letters*, **77**(11); 1617-1619.
- Lindberg, P. A. P., Wells, B. O., Shen, Z. X., Dessau, D. S., Lindau, I., Spicer, W. E., ... & Kapitulnik, A. (1990). Interaction of overlayers of Al and Rb with single-crystalline surfaces of Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. *Journal of Applied Physics*, **67**(5); 2667-2670,
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T. (1988). A new high-T<sub>c</sub> oxide superconductor without rare earth element. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**, L209,
- Mazaki, H., Takano, M., Takada, J., Oda, K., Kitaguchi, H., Miura, Y., Kubozoe, T. (1988). Complex susceptibility of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(9A); L1639, 1988.
- Michel, C., Hervieu, M., Borel, M. M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J., Raveau, B. (1987). Superconductivity in the Bi-Sr-Cu-O system. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, **68**, 421, 1987.
- Miyashita, S., Wakata, M., Nozaki, A., Egawa, K., Ogama, T., Yoshizaki, K. (1989). Synthesis of a high T<sub>c</sub>/superconducting phase in Bi-Sr-Ca-Cu-O system. *IEEE Transactions on Magnetics*, **25**(2); 2188-2191.
- Mori, K., Isikawa, Y., Ban, T., Sato, K., Rokudo, K. (1989). Preparation of high-T<sub>c</sub> BiSrCaCuO oxide superconductors and their electrical resistivities. *Physica C: Superconductivity*, **162**, 923-924.
- Murayama, N., Sudo, E., Awano, M., Kani, K., Torii, Y. (1988). Densification and grain-orientation of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors by hot-pressing. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(10A); L1856, 1988.
- Nagata, H., Takano, A., Kawasaki, M., Yoshimoto, M., Koinuma, H. (1989). Preparation of Bi- Sr- Ca- Cu- O. Thin Films by Sputtering under a Variable Magnetic Field. *Journal of The American Ceramic Society*, **72**(4), 680-683,
- Niwa, K., Yamanaka, K., Tanaka, A., Kamehara, N., Uzumaki, T. (1988). Small radius ion substitution effect in ceramic superconductors. In *Ceramic Superconductors II*.
- Nobumasa, H., Shimizu, K., Kitano, Y., Kawai, T. (1988). High T<sub>c</sub> phase of Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(5A); L846,
- Oota, A., Kiriigashi, A., Sasaki, Y., Ohba, K. (1988). The effect of Pb addition on superconductivity in Bi-Sr-Ca-Cu-O. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(12A), L2289,
- Ramakrishna, B. L., Barry, J. C., Iqbal, Z., Ong, E. W., Bose, A., & Eckhardt, H. (1989). Synthesis, properties and microstructure of the 110 K Bi (Pb)-Sr-Ca-Cu oxide superconductor. *Physica C: Superconductivity*, **158**(1-2); 203-210.
- Ramesh, R., Thomas, G., Green, S. M., Rudee, M. L., Luo, H. L. (1988). Structure and composition of the 115 K superconducting phase in the Bi- Ca- Sr- Cu- O system. *Applied Physics Letters*, **53**(6); 520-522,

- Sastry, M. D., Kadam, R. M., Babu, Y., Dalvi, A. G. I., Gopalakrishnan, I. K., Sastry, P. V. P. S. S., Iyer, R. M. (1988). Micro wave absorption studies in new high- $T_c$  superconducting oxide systems: Tl-Ba-Ca-Cu-O and Bi-Ca-Sr-Cu-O. *Journal of Physics C: Solid State Physics*, **21**(16), L607,
- Sihan, L., Yusheng, H., Chongde, W., Zhaohui, S. (1989). Elastic constants of single-phase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+y}$  superconductor. *Superconductor Science and Technology*, **2**(2); 145,
- Takano, M., Takada, J., Oda, K., Kitaguchi, H., Miura, Y., Ikeda, Y., Mazaki, H. (1988). High- $T_c$  phase promoted and stabilized in the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O system. *Japanese Journal of Applied Physics*, **27**(6A); L1041, 1988.
- Tallon, J. L., Buckley, R. G., Gilberd, P. W., Presland, M. R. (1989). Single-phase Pb-substituted  $\text{Bi}_{2+y}\text{Ca}_{n-1}\text{Sr}_2\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ ,  $n=2$  and  $3$ : Structure,  $T_c$  and defects of oxygen stoichiometry. *Physica C: Superconductivity*, **158**(1-2); 247-254,
- Tanaka, A., Machi, T., Kamehara, N., Niwa, K. (1989). Pb-doped Bi-Sr-Ca-Cu-O thin films. *Applied Physics Letters*, **54**(14); 1362-1364,
- Tarascon, J. M., McKinnon, W. R., Barboux, P., Hwang, D. M., Bagley, B. G., Greene, L. H., Giroud, M. (1988). Preparation, structure, and properties of the superconducting compound series  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$  with  $n=1, 2$ , and  $3$ . *Physical Review B*, **38**(13); 8885.
- Wang, W. N., Tai, M. F., Ku, H. C., Shieh, M. J., Lin, T. Y., Wang, Y. F., Hsu, S. E. (1989). Effect of Pb-doping on the crystal morphology and superconducting properties of the 110 K Bi-Ca-Sr-Cu-O system. *Superconductor Science and Technology*, **2**(1); 55,
- Yanmaz, E. Doctor of Philosophy (Ph.D.), **116**, 1992.
- Yoshimura, M., Sung, T. H., Ohya, Y., Isizawa, N., Nakagawa, Z. (1988). Crystallization of Rapidly Quenched Amorphous Films in the Bi-Sr-Ca-Cu-Oxide Systems. (Retroactive Coverage). In **24 The Symposium of Calorimetry and Thermal Analysis** (pp. 186-187).
- Zandbergen, H. W., Groen, P., Van Tendeloo, G., Van Landuyt, J., Amelinckx, S. (1988). Electron diffraction and electron microscopy of the high- $T_c$  superconductive phase in the Bi-Ca-Sr-Cu-O system. *Solid State Communications*, **66**(4); 397-403,
- Zheng, H., Mackenzie, J. D. (1988).  $\text{Bi}_4\text{Sr}_3\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{16}$  glass and superconducting glass ceramics. *Physical Review B*, **38**(10); 7166.



## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Osman Nuri Enis  
Doğum Yeri ve Yılı : Kars/Sarıkamış, 1980

### Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Erciyes Üniversitesi  
Yüksek Lisans Öğrenimi : Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi  
Bildiği Yabancı Diller : İngilizce  
Bilimsel Faaliyetleri :

Yanmaz, E., Castillo-Berrio, C., Alkan Ü., Ülgen, T., Karaboğa, F., Enis, O., Odabaşı-Cingi, D., Alcan, P., Saraçoğlu, İ., 2017. Bulk MgxB<sub>2</sub> superconductor production by excess Mg and hot press methods and their properties. *Journal of Boron*, **43**(3); 2017.

International Smart Grid Workshop and Certificate Program Istanbul Gelisim University, March 21-25, 2016, (Certificate Supplement)

### İş Deneyimi

Çalıştığı Kurumlar : Migros

### İletişim

E-Posta Adresi : [osman\\_nuri\\_e@hotmail.com](mailto:osman_nuri_e@hotmail.com)  
enisosmannuri@gmail.com



VAN YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ  
Fen Bilimler Enstitüsü

LİSANSÜSTÜ TEZ ORJİNALLİK RAPORU

18/07/2018

Tez Başlığı :  $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$  Süperiletkenin Çubuk Formunda Üretimi ve Karakterizasyonu  
Yukarıda başlığı/konusu belirlenen tez çalışmamın Kapak sayfası, Giriş, Ana bölümler ve Sonuç bölümlerinden oluşan toplam 45 sayfalık kısmına ilişkin, 18/07/2018 tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından Turnitin intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtreleme uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezimin benzerlik oranı % 3(yüzde üç) tür.

**Uygulanan Filtreler Aşağıda Verilmiştir:**

- Kabul ve onay sayfası hariç,
- Teşekkür hariç,
- İçindekiler hariç,
- Simge ve kısaltmalar hariç,
- Gereç ve yöntemler hariç,
- Kaynakça hariç,
- Alıntılar hariç,
- Tezden çıkan yayınlar hariç,
- 7 kelimededen daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç (Limit match size to 7 words)

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Lisansüstü Tez Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılmasına İlişkin Yönergeyi İnceledim ve bu yönergede belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içemediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini bilgilerinize arz ederim.

18/07/2018  
Osman Nuri ENİS  
Adı, Soyadı, İmza

Adı Soyadı : Osman Nuri ENİS

Öğrenci No :149102019

Anabilim Dalı : Fizik

Programı : Yüksek Lisans

Statüsü : Y. Lisans

Doktora

**DANIŞMAN**  
Dr. Öğr. Üyesi Abdullah  
ÖZKARTAL

18/07/2018

*(Signature of Abdullah Özkartal)*

**ENSTİTÜ ONAYI**

UYGUNDUR

18/07/2018  
Prof. Dr. Mustafa SAĞSÖY  
Enstitü Müdürü

*(Signature of Prof. Dr. Mustafa Sağsöy)*