

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Ag KATKILI Bİ-2223 SÜPERİLETKEN
SERAMİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
SAPTANMASI

Emine Burcu CEVİZCİ

Mart, 2013
İZMİR

**Ag KATKILI Bİ-2223 SÜPERİLETKEN
SERAMİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
SAPTANMASI**

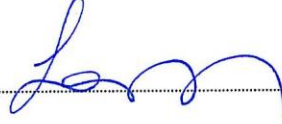
**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı**

Emine Burcu CEVİZCİ

**Mart, 2013
İZMİR**

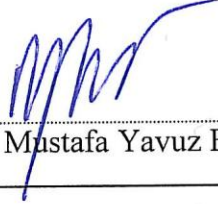
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

EMİNE BURCU CEVİZCİ tarafından PROF. DR. KEMAL KOCABAŞ yönetiminde hazırlanan “Ag KATKILI Bİ-2223 SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN SAPTANMASI” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.



Prof. Dr. Kemal KOCABAŞ

Danışman



Prof. Dr. Mustafa Yavuz ERGÜN

Jüri Üyesi



Doç. Dr. Serpil ŞAKIROĞLU

Jüri Üyesi



Prof. Dr. Ayşe OKUR

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŐEKKÜR

Tez alıőmam sırasında bana rehber olan, eleőtiri ve önerileriyle beni yönlendiren deęerli hocam, danıőmanım Prof. Dr. Kemal Kocabaő'a, bilgi ve tecrübeleriyle bana yol gösteren, yakın ilgi ve yardımlarını esirgemeyen, sevgili arkadaşlarım Özlem Bilgili ve Hasan Durmuş'a, alıőmam boyunca bana motivasyon kaynaęı olan, yakın dostluklarıyla beni cesaretlendiren arkadaşlarım, Araő. Gör. Sevil Sarıkurt, Araő. Gör. Ufuk Paksu, Mehmet Aęartıoęlu, Merve İzmirli ve Duygu Barut'a,

Bu uzun süreçte hep desteęini hissettięim, güç aldığım canım aileme, son olarak sabrı ve sevgisiyle desteęini esirgemeyen sevgili eőim Umut Cevizci' ye ok teőekkür ederim.

Emine Burcu CEVİZCİ

Ag KATKILI Bİ-2223 SÜPERİLETKEN SERAMİKLERİN MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN SAPTANMASI

ÖZ

Bu çalışmada bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletken seramik sistemlerine bakır eksilterek yapılan gümüş katkısının mekanik ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkileri incelendi. Örnekler bakır yerine değişen katkı oranıyla gümüş eklenerek katıhal tepkime yöntemi ile hazırlandı. Örneklerin karakterizasyonu x-ışını kırınım desenleri (XRD), Ac manyetik alınganlık, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve mikrosertlik ölçümleri alınarak yapıldı.

XRD sonuçları silver katkının artmasıyla örneklerin yüksek sıcaklık fazının hacim kesrinin azaldığını ve 0,03 katkıdan sonraki örneklerde düşük sıcaklık fazına kaydığı görülmektedir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafları gümüş katkının artmasıyla örneklerin tanecik boyutunun ve boşlukların arttığını gösterir. AC manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı grafiğinden örneklerin kritik sıcaklıkları belirlendi. Bu sonuçlara göre katkılı örneklerin kritik sıcaklıkları 108-69 K aralığında değişmektedir.

Vickers sertlik testi beş farklı yük (0,294 – 2,942 N) aralığında yapıldı. Yüke bağlı sertlik değerleri Ag katkının artmasıyla artmıştır. Vickers mikrosertlik, yükten bağımsız sertlik, young modülü, kırılma tokluğu ve akma dayanımı katkılı ve katkısız örnekler için hesaplandı. Sertlik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar Meyer yasası, PRS modeli, MPRS modeli, Elastik-plastik deformasyonmodeli ve HaysKendall yaklaşımı kullanılarak analiz edildi. Sonuç olarak Hays- Kendall yaklaşımı bizim örneklerin mekanik özelliklerini tanımlamada en başarılı model olarak belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Ag katkı, BSCCO, Vickers sertliği.

TO DETERMINE MECHANICAL PROPERTIES OF AG DOPED Bi-2223 SUPERCONDUCTORS CERAMICS

ABSTRACT

In this study, the effect of silver substitution for copper on mechanical and superconducting properties of silver doped Bi-2223 have been investigated. The samples were prepared by substituting silver (0.00-0.12) for copper with changing ratios by solid state reaction method. The prepared samples were characterized using X-ray powder diffraction(XRD), Ac magnetic susceptibility, scanning electron microscope (SEM), and microhardness measurements (Hv).

X-ray diffraction (XRD) analysis suggests that the fraction of high-temperature phase decreases with silver substitution and after substitution of 0.03 the system shifted to the low-temperature phase. Scanning electron microscopy (SEM) examination reveals that both the number and size of the voids at the sample surface increase with Ag- doping rate. The critical temperatures were estimated from the temperature dependence of the ac susceptibility curves. We observed from the results that all the doped samples had a critical temperature in the range of 108-69 K.

The Vickers hardness test applied to samples with five different load (0.294 – 2.942 N). The values of load dependent hardness increase with increasing Ag amount. Vickers microhardness, load independent hardness, Young's modulus, fracture toughness and yield strength values were calculated separately for doped and undoped samples. Experimental results of hardness measurements were analyzed using the Meyer's law, proportional sample resistance (PSR) model, modified proportional sample resistance (MPRS) model, Elastic-Plastic deformation model (EPD), and Hays-Kendall (HK) approach. Finally, the Hays-Kendall (HK) approach was determined as the most successful model describing the mechanical properties of our samples.

Keywords: Ag substitution, BSCCO, Vickers Microhardness.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
ÖZ	iv
ABSTRACT.....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xi
BÖLÜM BİR - GİRİŞ	1
1.1 Süperiletkenlik Tarihi.....	1
1.2 Süperiletkenlerin Fiziksel Özellikleri.....	3
1.2.1 Sıfır Direnç.....	3
1.2.2 Kritik Sıcaklık (T_c)	4
1.2.3 Kritik Manyetik Alan	6
1.2.4 Kritik Akım (I_c) Ve Kritik Akım Yoğunluğu (J_c)	6
1.2.5 Meissner Olayı	8
1.3 I. Ve II. Tip süperiletkenler	10
BÖLÜM İKİ - SÜPERİLETKELİK TEORİLERİ.....	13
2.1 London Teorisi	13
2.2 Ginzburg – Landau Teorisi.....	16
2.3 BCS Teorisi	18
BÖLÜM ÜÇ - SÜPERİLETKENLERİN KRİSTAL YAPILARI.....	20
3.1 Y-Ba-Cu-O (YBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları	21
3.2 Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları.....	23
3.2.1 $Bi_2Sr_2CuO_6$ Bileşiğinin Kristal Yapısı	24
3.2.2 $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ Bileşiğinin Kristal Yapısı	24

3.2.3 Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀ Bileşiğinin Kristal Yapısı.....	25
3.3 Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları	26
3.4 Hg-Ba-Ca-Cu-O (HBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları	27
3.5 Demir Tabanlı Süperiletkenlerin Kristal Yapıları	28
BÖLÜM DÖRT – MEKANİK ÖZELLİKLER	31
4.1 Zor- Zorlanma	32
4.2 Zor- Zorlanma Diyagramı	34
4.3 Şekil Değiştirme	35
4.3.1 Elastik Şekil Değiştirme.....	36
4.3.2 Plastik Şekil Değiştirme	39
BÖLÜM BEŞ - SERTLİK.....	40
5.1 Çizme Yöntemi ile Sertlik Tayini	41
5.2 Sıçratma yöntemi ile sertlik Tayini	41
5.2.1 Shore Sertliği.....	41
5.3 Girinti (penetrasyon) ile Sertlik Tayini	42
5.3.1 Brinell Sertliği	42
5.3.2 Rockwell Sertliği.....	43
5.3.3 Vickers Sertliği.....	43
5.3.4 Knoop sertliği.....	44
BÖLÜM ALTI – YAPILAN ÇALIŞMLAR	46
BÖLÜM YEDİ - DENEYSEL YÖNTEMLER	51
7.1 Örneklerin hazırlanması	51
7.2 XRD Ölçüm Yöntemi	52
7.3 AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi.....	54
7.4 SEM Ölçümü	55

7.5 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri	55
BÖLÜM SEKİZ - DENEYSEL SONUÇLAR VE BULGULAR.....	57
8.1 XRD Ölçüm Sonuçları.....	57
8.2 SEM Ölçüm Sonuçları	62
8.3 AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Sonuçları.....	64
8.4 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri ve Değerlendirildiği Metodlar	67
8.4.1 Meyer Kanunu	71
8.4.2 Hays-Kendall Yaklaşımı	73
8.4.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli	76
8.4.4 Enerji Dağılım Modeli	77
8.4.5 Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli	79
8.4.6 MPSR (Modifiye edilmiş Orantılı Örnek Direnci) Modeli.....	82
BÖLÜM DOKUZ- SONUÇ VE TARTIŞMA	84
KAYNAKLAR	87

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 Süperiletken maddelerin keşif yılları ve sıcaklığı.....	2
Şekil 1.2 Süperiletken bir malzemenin direnç-sıcaklık grafiği.....	5
Şekil 1.3 Sıcaklığa bağlı olarak normal durumdan süperiletkenlik duruma geçişin şematik gösterimi	5
Şekil 1.4 Kritik yüzey faz diyagramı	8
Şekil 1.5 Değişen manyetik alana karşı oluşan perdeleme (girdap) akımları	9
Şekil 1.6 Normal ve süperiletken durum (Meissner Etkisi).....	9
Şekil 1.7 (a) I. Tip ve (b) II. Tip Süperiletkenlere ait manyetik alan-sıcaklık grafikleri	12
Şekil 2.1 Örnek yüzeyinden itibaren manyetik alanın penetrasyonu.....	16
Şekil 2.2 Elektron-fonon etkileşimi ve cooper çifti oluşumu	19
Şekil 3.1 Simetrik bir perovskit kristalin örgü yapısı	20
Şekil 3.2 CuO ₂ Düzlemi.....	21
Şekil 3.3 YBCO süperiletken seramiğinin kristal yapısı	22
Şekil 3.4 Bi-2201 fazının kristal yapısı.....	24
Şekil 3.5 Bi-2212 bileşiğinin kristal yapısı	25
Şekil 3.6 Bi-2223 bileşiğinin kristal yapısı	26
Şekil 3.7 HgBa ₂ Ca _{n-1} Cu _n O _{2n+3} sisteminin farklı fazları için kristal yapısı.....	28
Şekil 3.8 Cuprateler ve Fe- tabanlı süperiletkenlerin iletkenlik tabakası ve yük sağlayan tabakaların şematik gösterimi	29
Şekil 3.9 (a) LaOFeAs ve (b) K/sr Fe ₂ As ₂ kristal yapıları	30
Şekil 4.1 (a) Normal gerilme ve (b) teğetsel gerilmenin şematik gösterimi	32
Şekil 4.2 Silindirik cismin kuvvet etkisiyle boyunda meydana gelen değişim.....	33
Şekil 4.3 Zor-zorlanma Diyagramı	34
Şekil 4.4 Zayıf ve güçlü bağlı atomlar için kuvvet-atomlar arası mesafe grafiği	38
Şekil 4.5 Kristal yapıları bir metalde kayma düzlemi	39
Şekil 5.1 Brinell girinti ucu.....	43
Şekil 5.2 Vickers girinti ucu ve iz şekli	44
Şekil 7.1 Örnek hazırlarken kullanılan ölçüm cihazları ve fırın	52
Şekil 7.2 Pik deseninin yarı genişliği (FWHM)	53

Şekil 7.3 Ac manyetik alınganlık ölçüm cihazı	54
Şekil 7.4 HM-200 serisi dijital vickers mikrosertlik cihazı	56
Şekil 8.1 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ ($x=0.00$) örneği için XRD deseni.....	57
Şekil 8.2 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,97}Ag_{0,03}O_y$ ($x=0.03$) örneği için XRD deseni	58
Şekil 8.3 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,94}Ag_{0,06}O_y$ ($x=0.06$) örneği için XRD deseni	58
Şekil 8.4 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,91}Ag_{0,09}O_y$ ($x=0.09$) örneği için XRD deseni	59
Şekil 8.5 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,88}Ag_{0,12}O_y$ ($x=0.12$) örneği için XRD deseni.....	59
Şekil 8.6 Bi-(2223) ve Bi-(2212) fazlarının hacim kesirleri	61
Şekil 8.7 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ ($x=0.00$) örneği için SEM görüntüsü	62
Şekil 8.8 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,97}Ag_{0,03}O_y$ ($x=0.03$) örneği için SEM görüntüsü	62
Şekil 8.9 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,94}Ag_{0,06}O_y$ ($x=0.06$) örneği için SEM görüntüsü.....	62
Şekil 8.10 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,91}Ag_{0,09}O_y$ ($x=0.09$) örneği için XRD deseni	63
Şekil 8.11 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,88}Ag_{0,12}O_y$ ($x=0.12$) örneği için XRD deseni.....	63
Şekil 8.12 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ Ac manyetik süseptibilite sıcaklık eğrisi	64
Şekil 8.13 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,97}Ag_{0,03}O_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi	65
Şekil 8.14 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,94}Ag_{0,06}O_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi	65
Şekil 8.15 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,91}Ag_{0,09}O_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi	66
Şekil 8.16 $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{2,88}Ag_{0,12}O_y$ Ac manyetik süseptibilite- sıcaklık eğrisi	66
Şekil 8.17 A, B,C, D ve E örnekleri için yükü mikrosertliğin değişim grafiği.....	70
Şekil 8.18 Tüm örnekler için uygulanan yükün ($\ln F$) köşegen ($\ln d$) ile değişimi	72
Şekil 8.19 Uygulanan yük - girinti izinin köşegen uzunluğunun karesi	74
Şekil 8.20 Tüm örneklere ait $\ln(F-W_{HK}) - \ln d$ grafiği	75
Şekil 8.21 Tüm örneklere ait köşegen uzunluğunun fonksiyonu olarak uygulanan yükün karekök grafiği	76
Şekil 8.22 Uygulanan yükün girinti köşegen uzunluğunun karesine göre grafiği	78
Şekil 8.23 Tüm örnekler için $F/d - d$ çizgileri.....	80
Şekil 8.24 Tüm örnekler için girinti köşegen uzunluğuna göre uygulanan yükün değişimi.....	8

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 7.1 $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ sistemimi için gerekli tozların ağırlık hesabı	52
Tablo 8.1 Örneklerin hücre parametreleri, Bi-(2223) ve Bi-(2212) fazlarının hacim kesirleri ve tanecik boyutları	61
Tablo 8.2 A, B, C, D ve E örneklerine ait uygulanan yükün fonksiyonu olarak H_v , E , Y ve K_{IC} değişimleri	69
Tablo 8.3 Eşitlik 8.1'e göre deneysel verilerden elde edilmiş en iyi değerler	73
Tablo 8.4 Eşitlik (8.2) ve (8.3)'e göre deneysel verilerin en iyi fit değerleri	75
Tablo 8.5 Eşitlik (8.4)'e göre deneysel verilerin en iyi fit değerleri	77
Tablo 8.6 Deneysel verilerin eşitlik (8.5)'e göre en iyi fit-edilmiş sonuçları	78
Tablo 8.7 Eşitlik (8.6)' ye göre deneysel verilerin en iyi fit edilmiş sonuçları	80
Tablo 8.8 Hesaplanmış yükten bağımsız H_0 , E , Y , ve K_{IC} değerleri	82
Tablo 8.9 Eşitlik (11) ve (12)' ye göre deneysel verilerin fit edilmiş değerleri	83

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

1.1 Süperiletkenlik Tarihi

1908 yılında Hollandalı Fizikçi H.Kammerling Onnes' un kaynama sıcaklığı 4,2 K olan Helyumu sıvılaştırmasıyla metallerin düşük sıcaklıklarda dirençlerinin sıcaklıkla değişiminin araştırılmasını mümkün hale getirmiştir. Onnes, sıvılaştırdığı helyumu kullanarak metallerin değişen sıcaklıklardaki öz dirençlerini incelemiştir. 1911 yılında cıvanın direncini ölçen Onnes, direncin 0 K' de sıfıra gitmesini beklerken 4,19 K'de ve bu sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda hep “sıfır direnç” gösterdiğini keşfetmiştir. K. Onnes cıvanın sonsuz iletkenlik sergilemesini yani direncini sıfıra düşürmesini süperiletkenlik olarak adlandırmış ve yaptığı keşif ona 1913 yılında Nobel Fizik Ödülünü getirmiştir. Bu keşiften hemen sonra süperiletkenlik üzerine yoğun çalışmalar başlamış ve periyodik cetvelde bulunan Pb (7,2 K), Nb (9,2 K) gibi bazı elementlerin süperiletkenlik sergilediği gözlenmiştir.

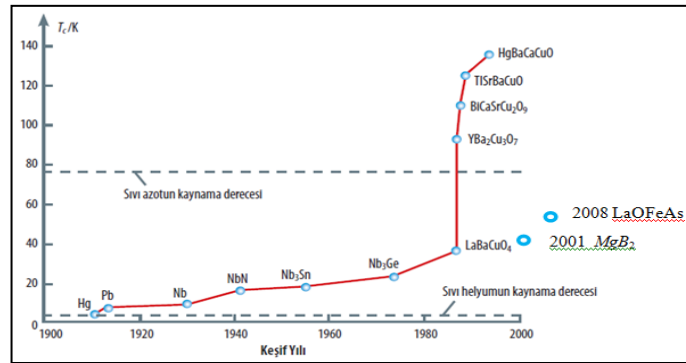
Süperiletkenliğin keşfinden 25 yıl sonra 1933 yılında Walter Meissner ve doktora öğrencisi Robert Oschenfeld geçiş sıcaklığının altında soğutulan bir kürenin manyetik alanı dışladığını ve süperiletkenliğin belirleyici unsurlarından bir diğeri olan diyamagnetik özellik sergilediklerini gözlemlemiştir (Meissner ve diğer., 1933). Süperiletkenlerin göstermiş olduğu bu özellik Meissner etkisi olarak adlandırılır.

Heintz ve Fritz London kardeşler 1935 yılında süperiletkenlerin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ve temeli Maxwell denklemlerine dayanan ilk teoriyi ileri sürmüşlerdir. London modeli adı verilen bu teoride uygulanan bir manyetik alanın süperiletken içerisine ne kadar nüfuz edebileceğini (λ_L); London nüfuz derinliği ifadesini ortaya atarak göstermişlerdir. 1940' lı yıllara kadar saf materyaller üzerine yoğunlaşan süperiletkenlik araştırmaları daha sonraları metal oksitlere ve 1950 li yıllarda da metalik ve metalik olmayan alaşımlara değişim göstermiştir.

Bir düzen parametresi yardımıyla süperiletkenliği tanımlayan Landau ve Ginzburg 1950 yılında süperiletkenliğin ilk kuantum mekaniksel teorisini ileri sürmüşlerdir. Kuantum mekaniğini kullanarak süperiletkenlerin elektriksel davranışını açıklamaya çalışmışlar ve London nüfuz derinliğine ek yeni bir karakteristik parametre olarak eşuyum uzunluğunu (ξ) tanımlanmışlardır.

Süperiletkenliğin doğasının anlaşılmasını sağlayan süperiletken maddenin mikroskobik yapısı dikkate alınarak 1957 yılında J. Bardeen, L. Cooper ve J. R. Schrieffer tarafından BCS teorisi ortaya atılmıştır. Bu teoriye göre süperiletken akım, bağlı elektron çiftleri tarafından taşınmakta ve normal durum ile süperiletken durum arasında bir yasak enerji aralığı olduğu kabul edilmektedir. Bu teori Bardeen, Cooper ve Schrieffer' a 1972 Nobel ödülünü getirmiştir.

1980' li yıllarda K. A. Müller, düşük elektron yoğunluğunun perdeleme etkisini azalttığını ve bir şekilde Cooper çiftlerinin oluşumunu sağlayan etkileşimi kuvvetlendirdiğini düşünmüş ve meslektaşı George Bednorz ile birlikte bu etkiyi görebilmeyi ümit ederek özel bir dizilişe sahip yüzlerce seramiği (perovskiti) incelemişlerdir. Sonunda 1986 yılında lantan, baryum, bakır ve oksijenden oluşan (LaBaCuO) bir seramiğin 35 K'de süperiletken olabildiğini gözlemlemişlerdir (Ünalın, 2011). Bu yeni tip süperiletkenler “Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri” (HTSC) olarak adlandırılmıştır. Bu çalışmaları ile 1987 yılında J. G. Bednorz ve K. A. Müller, Nobel fizik ödülünü almışlardır. Bu keşif üzerine dünyanın her yerinden araştırmacılar daha yüksek kritik sıcaklıklığa (T_c) sahip süperiletkenler elde etmek için çeşitli seramik kombinasyonları üzerine çalışmalar yapmışlardır.



Şekil 1.1 Süperiletken maddelerin keşif yılları ve sıcaklığı.

1987 yılında, C.W.Chu ve M.K. Wu başkanlığındaki bir grup araştırmacı, LaBaCuO sisteminde La yerine Y katarak YBaCuO bileşiğinde 93 K' lik kritik sıcaklığa ulaşmayı başardılar. Böylece ilk kez sıvı azottan (77° K) daha yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik elde edilmiştir. 1988 yılının başlarında BiSrCaCuO bileşiğinin bulunması ile birlikte geçiş sıcaklığı 110° K'e ulaşmıştır (Maeda ve diğer., 1988; Michel ve diğer., 1987). 1988 yılında geçiş sıcaklığı 120 K- 125 K olan Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemi bulunmuştur. (Sheng ve Herman,1988). 1995 yılında kritik sıcaklığı 138 K olan Hg-Tl-Ba-Ca-Cu-O seramik sistemleri keşfedilerek normal basınç altında en yüksek kritik sıcaklığa sahip yüksek sıcaklık süperiletkenleri bulunmuştur.

2001 yılında Akimutsu ve diğerleri 39 K'de geçiş gösteren MgB₂' ün süperiletkenlik özelliği sergilediğini görmüşler. Metalik bir süperiletkene göre bu bileşik yüksek bir kritik sıcaklık sergilemektedir.

Hosono ve diğerleri 2008 yılında 26 K civarında geçiş gösteren demir tabanlı LaOFeAs bileşiğini sentezlemişler ve ilk kez demir içerikli bir malzemede süperiletkenlik gözlemlemişlerdir. Bu malzemelerin kritik sıcaklığı yapılan katkılımlarla 55 K' e kadar yükseltilmiştir.

1.2 Süperiletkenlerin Fiziksel Özellikleri

1.2.1 Sıfır Direnç

Sıfır direnç özelliği, süperiletken durumun belirlenmesinde en temel özelliktir. Süperiletkenlerin sıfır direnç durumu direnç-sıcaklık ve manyetik duygunluk ölçümleri ile belirlenebilmektedir. Metallerde direnç; elektronların fononlar, safsızlıklar ve kristal kusurlarından saçılmaları ile oluşmaktadır. Elektronlar metalik bir iletken boyunca örgü titreşimleri (fononlar), örgü kusurları ve safsızlıklar tarafından saçılmaya uğrarlar.

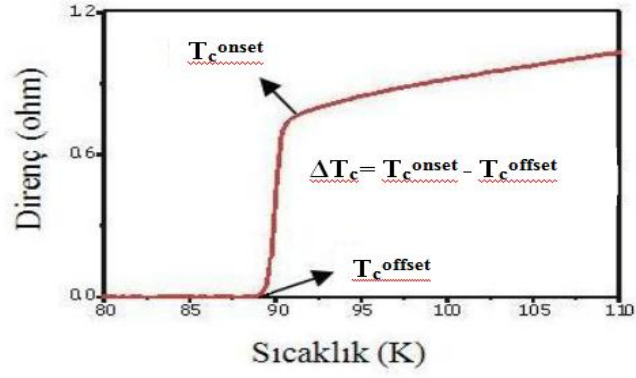
Matthissen kuralına göre bir metalin direnci fononlardan gelen katkı ve örgü kusurlarından gelen katkıdan oluşur (Poole, 1995).

$$\rho(T) = \rho_o + \rho_f(T) \quad (1.1)$$

ρ_o ; örgü kusurlarından gelen sıcaklıktan bağımsız katkıyı ifade ederken, $\rho_f(T)$; fononlardan gelen sıcaklığa bağlı katkıdır. $\rho_f(T)$ fonon terimi yüksek sıcaklıklarda T sıcaklığıyla orantılı iken, düşük sıcaklıklarda T⁵ ile orantılıdır (Poole, 1995). Yani herhangi bir metalin daima safsızlıklara sahip olması nedeniyle elektronlar sıcaklıktan bağımsız olarak saçılırlar ve sıcaklık 0 K' e giderken direnç gösterirler. Ancak bir süperiletkende sıcaklığın düşmesiyle direnç sürekli olarak azalır ve kritik sıcaklığa gelindiğinde direnç aniden sıfıra gider. Süperiletken durumda doğru akım için elektriksel direnç sıfırdır bu yüzden süperiletken bir halkada akım çok uzun süre enerji kaybı olmadan akabilir. Tanecikli yapıya sahip yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde sıfır direnç tanecikler arasındaki bağlantı sağlandığı zaman oluşmaktadır.

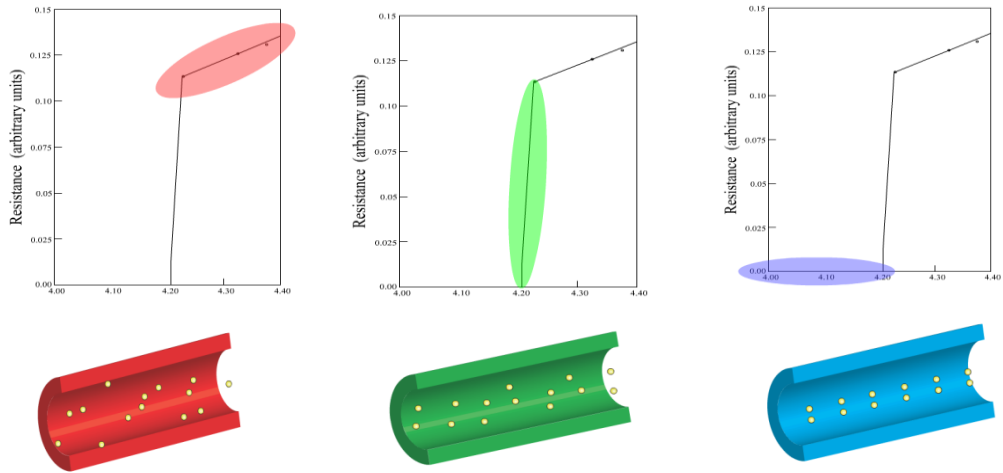
1.2.2 Kritik Sıcaklık (T_c)

Süperiletkenlik sergileyen element, alaşım ve bileşiklerin direnç ve manyetik alınganlık ölçümlerindeki direncin sıfırlandığı sıcaklık değerine karşılık gelen sıcaklık değeri, kritik sıcaklık değeri olarak tanımlanır. Kritik sıcaklık da süperiletken maddenin temel özelliklerinden biridir. Süperiletken malzemenin sıcaklığı bu değer altına getirildiğinde direncin aniden sıfıra düştüğü ve diyamanyetik özellik sergileyerek uygulanan manyetik alanı dışladığı görülür.



Şekil 1.2 Süperiletken bir malzemenin direnç-sıcaklık grafiği.

Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı, malzeme direncinin düşmeye başladığı sıcaklık (T_c^{onset}) ile direncin sıfır olduğu andaki sıcaklık (T_c^{offset}) arasındaki farka eşit bir ΔT_c sıcaklık aralığına sahiptir (Şekil 1.2). ΔT_c aralığının geniş olması örneğin saf bir süperiletken olmadığı, dar olması ise örneğin saf, homojen, tek kristalli yapıda olduğunu gösterir. BPSCCO, YBCO gibi II. Tip süperiletkenler polikristal yapıya sahip olup içersinde çok miktarda safsızlık barındırır bu nedenle bu süperiletkenlerin ΔT_c aralığı I. Tip süperiletkenlere oranla daha geniştir.



Şekil 1. 3 Sıcaklığa bağlı olarak normal durumdan süperiletkenlik duruma geçişin şematik gösterimi.

1.2.3 Kritik Manyetik Alan

Süperiletken özellik sergileyen bir malzemeyi bir manyetik alan içerisine yerleştirdiğimizde örneğin manyetik alanı dışarıladığını, yani diyamanyetik özellik sergilediğini görürüz. Manyetik alanın şiddeti arttırılmaya başlandığında örnek belli bir değere kadar süperiletkenlik özelliğini korurken, manyetik alan şiddeti belli bir kritik değere ulaştıktan sonra normal duruma geçer ve akıma karşı direnç göstermeye başlar. Sıcaklığın bir fonksiyonu olan ve süperiletkenliği bozan bu alan kritik manyetik alan (H_c) olarak tanımlanır.

Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlı ilişkisi

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(T/T_c \right)^2 \right] \quad (1.2)$$

(1.2) denklemi ile verilmektedir. Burada $H_c(0)$ mutlak sıfır sıcaklığı için kabul edilen kritik manyetik alan değeridir. Bu denkleme göre sıcaklık T_c kritik sıcaklık değerine yaklaştıkça kritik manyetik alan değeri azalmaktadır. Sıcaklık T_c değerine ulaştığında kritik manyetik alanın değeri $H_c(T) = 0$ olur. Yani dış manyetik alan örnek içine tamamen girer ve süperiletkenlik özellik kaybolur. Örnek üzerine uygulanan dış manyetik alan değeri kritik manyetik alan değerinden düşükse malzemenin akıma karşı gösterdiği direnç sıfır, kritik akım değerinden yüksek ise direnç sıfırdan farklıdır.

1.2.4 Kritik Akım (I_c) Ve Kritik Akım Yoğunluğu (J_c)

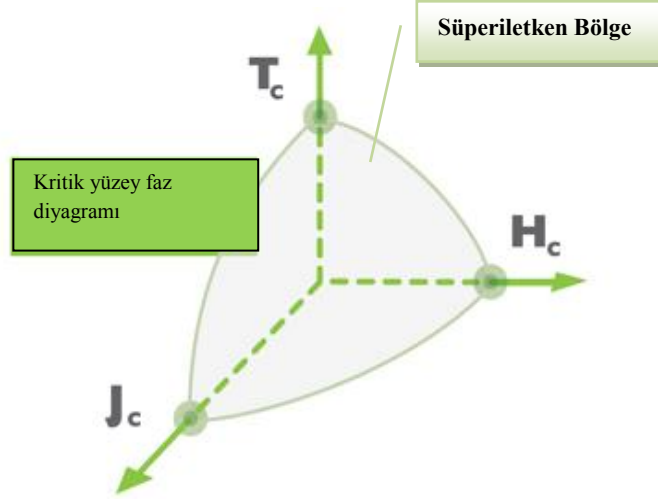
Hareketli yüklü parçacıklar etrafında bir manyetik alan oluşturur. Dolayısıyla bir tel iletken içerisinde geçen akım da bir manyetik alan kaynağıdır. Süperiletken içinden geçen akımın oluşturduğu manyetik alan süperiletkenlik özelliğini bozabilir. Bu nedenle belli bir akım limiti olmalıdır. Bu akım limitine “Kritik Akım” denir. I_c ile gösterilir. Akım şiddeti bu kritik değeri aşarsa direnç ortaya çıkar. Kritik akım

değerini aşan akımlar süperiletken hali normal hale dönüştürür. Bir süperiletken malzemenin taşıyabildiği maksimum akım şiddeti malzemenin geometrisine ve yapısal özelliklerine bağlıdır.

Tel şeklinde bir süperiletken içerisinde herhangi bir noktadaki akım yoğunluğu \vec{J} ;

$$\vec{J} = \vec{J}_t + \vec{J}_s \quad (1.3)$$

şeklinde verilen toplam ifadesinden bulunur (Aymak, 2007). \vec{J}_t ; iletim akımlarından kaynaklanan akım yoğunluğu iken \vec{J}_s ; akım yoğunluğu perdeleyici akımlardan kaynaklanır. Süperiletken malzemeyi dışarıdan uygulanan bir manyetik alan içerisine yerleştirildiğinde oluşan perdeleme akımları da iletken içerisine giren manyetik akı yoğunluğunu yok edecek şekilde dolanırlar. Bu nedenle bir süperiletken içindeki kritik akım yoğunluğu bu iki bileşenin toplamına eşittir. Süperiletkenlik, toplam akım yoğunluğu \vec{J} 'nin büyüklüğü kritik akım yoğunluğu \vec{J}_c değerini aşarsa bozular. Süperiletken örnek üzerindeki akım yoğunluğu \vec{J}_c kritik değerine ulaştığında bununla ilişkili manyetik alan şiddeti de H_c değerine sahip olacaktır. Kritik manyetik alan şiddeti (H_c) sıcaklığa bağlıdır ve sıcaklık artıkça değeri azalır, sıcaklık T_c kritik sıcaklığa ulaştığında sıfıra düşer. Bu durum, kritik akım yoğunluğunda da geçerlidir. Yani kritik akım yoğunluğu yüksek sıcaklıklarda azalır (Şekil 1.4).

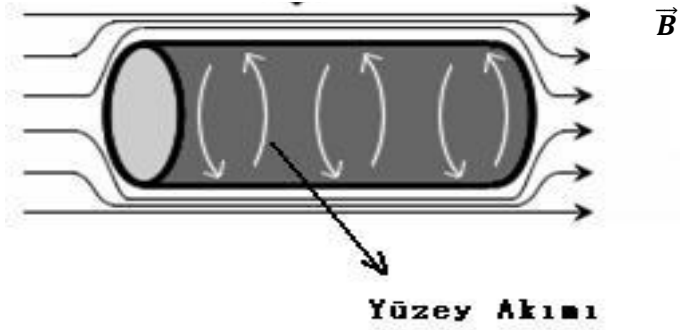


Şekil 1.4 Kritik yüzey faz diyagramı.

1.2.5 Meissner Olayı

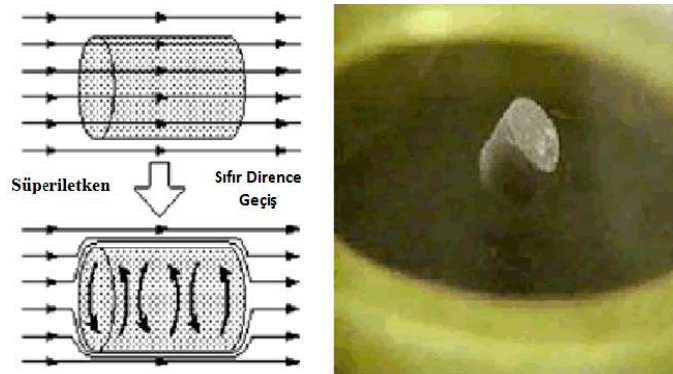
Süperiletken bir maddenin içinden geçen akıma karşı bir direnç göstermemesi süperiletken durumun karakteristik özelliklerinden biri olarak bilinir. Ancak böyle süperiletken malzemelerin manyetik özellikleri nelerdir ve bir manyetik alan içine yerleştirildiğinde ne gibi tepki verirler? 1911 yılında K. Onnes'un sıfır elektrik direncini keşfetmesinden 22 yıl sonra Meissner ve Ochsenfeld süperiletken maddelerin sahip olduğu mükemmel diyamanyetizma olarak tanımlanan ikinci temel bir karakteristik özellik sergilediklerini deneysel olarak gözlemleyerek bu soruların yanıtlarını bulmuşlardır. Bu çalışmayla süperiletkenlerin manyetik özellikleri üzerine yapılan tartışmalara önemli bir katkı sağlamışlardır.

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



Şekil 1.5 Değişen manyetik alana karşı oluşan perdeleme (girdap) akımları.

Eğer süperiletken maddeyi kritik sıcaklığın altındaki bir sıcaklığa soğutup bir manyetik alan içine koyarsak süperiletken yüzeyinde dış manyetik alanın örnek içine girmesini engelleyen indüksiyon yoluyla üretilen kalıcı perdeleme akımları oluşur (Şekil 1.5). Bu akımlar, manyetik alan şiddeti maksimum değerini alsın, yani manyetik alanda zamanla değişim olmadığında, ya da manyetik alan kaldırılrsa dahi örnek içinde varlığını korur. Süperiletken yüzeyinde oluşan perdeleme (girdap) akımları süperiletkenin içinde ve dışında bir alan yaratır. Süperiletken maddenin içinde, uygulanan alan ve indüklenen manyetik alan nötrleşirken süperiletkenin dışından toplanır. Bu sonucu \vec{B} manyetik alanın dışarılanması olarak gözleriz. Örneğin içinde manyetik alan sıfır iken örneğin dışında yüzeye yakın bölgelerde artan bir alan gözlenir. Bu süreç Şekil 1.6' da gösterilmektedir.



Şekil 1.6 Normal ve süperiletken durum (Meissner etkisi).

Manyetik bir madde içinde manyetik alanı hesaplamak için kullanılan temel eşitlik (1.4)'deki gibidir.

$$B = \mu_o(H + M) \quad (1.4)$$

Süperiletkelik durumunda

$$B = \mu_o(H + M) = 0 \quad (1.5)$$

eşitlik 1.5 'deki gibi olur.

$$M = -H \quad (1.6)$$

Bu yüzden mükemmel bir diyamanyetiklik için uygulanan alana karşı maddenin tepkisini belirten manyetik alınganlık değeri eşitlik 1.7' de olduğu gibi (-1)'dir.

$$\chi = \frac{dM}{dH} = -1 \quad (1.7)$$

Süperiletken bir maddenin kritik sıcaklık altındaki (T_c) sıcaklıklarda manyetik geçirgenliği ise $\kappa = 1 + \chi = 0$ olur (Fossheim ve Sudbo, 2004).

1.3 I. Ve II. Tip Süperiletkenler

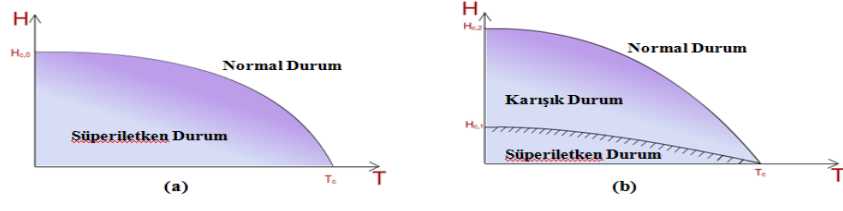
Süperiletkenler üzerine uygulanan dış manyetik alana bağlı olarak ya normal durum ya da süperiletken durumda olmak üzere iki durumda karşımıza çıkarlar. Eğer dışarıdan uygulanan manyetik alan değeri, her süperiletken madde için farklı değerlere sahip kritik manyetik alan (H_{co} , H_{c1} ve H_{c2}) değerlerinin üzerinde artılırsa malzemenin Meissner etkisini bozar. Yani dışarıdan uygulanan manyetik alan süperiletkenin içerisine nüfus etmeye başlar (Fossheim ve Sudbo, 2004). Süperiletkenler, Tip I ve Tip II süperiletkenleri olmak üzere manyetik alandaki davranışlarına göre iki grupta incelenir.

Civa, kurşun, Aliminyum (Nb, Va hariç) gibi tüm elementler birinci tip süperiletkenler olarak adlandırılır. T_c kritik sıcaklığın altındaki herhangi bir T

sıcaklığında bulunan bir süperiletken uygulanan manyetik alanının belirli bir H_{c0} maksimum değerine kadar mükemmel diyamanyetik özellik sergilerken, bu kritik değer üzerinde örnek normal duruma geçer manyetik alan tamamen örneğin içine nüfus eder ve örnek artık süperiletkenlik özelliğini yitirir. Birinci tip süperiletkenlerde tek bir kritik manyetik alan değeri vardır (Şekil 1.7a).

Nb_3Sn , $NbTi$ gibi alaşım ve geçiş metalleri ve tüm yüksek sıcaklık süperiletkenleri II. Tip süperiletkenlik özelliği sergilerler. II. Tip süperiletkenleri H_{c1} ve H_{c2} olmak üzere iki kritik manyetik alan değerine sahiptirler. Bu tip süperiletken malzemeler alt kritik manyetik alan değerine ulaşıncaya kadar I. Tip süperiletkenler gibi tüm manyetik alanı dışarılarlar; meissner fazındadırlar. Dış manyetik alan H_{c1} değerini aştıktan sonra alanın bir kısmı dışlanırken bir kısmı malzemenin içersine nüfus etmektedir. Bu durumda örnek hala süperiletkenlik özellik sergilemektedir. H_{c1} ile H_{c2} değerleri arasında uygulanan alanlarda malzeme karışık durum olarak tanımlanan manyetik alanın süperiletken malzemeye akı çizgileri ve akı tüpleri şeklinde girdiği durumdadır. Küçük silindirik normal bölgeler formundaki bu akı çizgiler “vorteks” olarak adlandırılır ve süperiletken bölgeler tarafından sarılmış durumdadırlar. Manyetik alan değerinin artmasıyla sayıca artan vorteksler birleşip büyüyerek normal hale geçerler. Yani uygulanan manyetik alanın değeri üst kritik manyetik alan değerini geçtikten sonra örnek artık süperiletkenlik özelliğini yitirir ve uygulanan alan tamamen örneğin içine girer. II. tip süperiletkenler düşük H_{c1} ve yüksek H_{c2} değerlerine sahiptirler (Şekil 1.7b).

Tipik bir I.tip süperiletkende T_c kritik sıcaklığın altındaki bir sıcaklıkta kritik manyetik alan değeri yaklaşık 10^2 gauss civarındadır. Buna rağmen II. Tip süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan değeri 10^5 gauss civarında olabilir. Bu nedenle II. Tip süperiletkenler yüksek şiddete sahip mıknatıs yapımında oldukça öneme sahiptir (Ashcroft ve diğer., 1976).



Şekil 1.7 (a) I. Tip ve (b) II. Tip Süperiletkenlere ait manyetik alan-sıcaklık grafikleri.

BÖLÜM İKİ

SÜPERİLETKELİK TEORİLERİ

2.1 London Teorisi

1935 yılında Fritz ve Heinz London kardeşler süperiletkenlerin iki temel elektrodinamik özelliğini, mükemmel iletkenlik (sıfır direnç) ve mükemmel diyamanyetizma özelliklerini açıklamışlardır. Bu iki temel özelliği birleştiren London denklemlerini oluşturmuşlardır. Süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk teoriyi ortaya atmışlardır.

London kardeşler, klasik yüklü bir sıvının sürtünmesiz aktığı ve akımın girdapsız olduğunu kabul ederek iki akışkan modelini ortaya atmışlardır. Bu modele göre süperiletken içerisindeki elektronların yoğunluğu ($n_0 = n_s + n_n$) şeklinde ifade eder. n_s ; süperelektronların yoğunluğu n_n ; normal elektronların yoğunluğudur, n_0 ; birim hacime düşen elektron sayısıdır. Süperiletkenlerin sıcaklığı 0 K' den kritik sıcaklığa, T_c , yükseltildiğinde, süperelektronların yoğunluğu n_s den sıfıra düşer.

I. tip süperiletkenler için ohm yasasını değiştirerek, hem elektriksel iletkenliği hem Meissner etkisini açıklamışlardır. London kardeşler Maxwell denklemlerine ek olarak süperiletkenlerdeki elektromanyetik alanı ifade eden iki yeni denklem ortaya koymuşlardır (Saxena, 2010).

\vec{E} elektrik alanında kaynaklanan elektriksel kuvvet altında hareket eden süperelektronların hareket denklemi:

$$m \frac{d\vec{v}_s}{dt} = -e\vec{E} \quad (2.1)$$

şeklinde ifade edilir.

Süperakım elektronlarının yoğunluğu \vec{J}_s ,

$$\vec{J}_s = n_s(-e)\vec{v}_s \quad (2.2)$$

Akım yoğunluğunun zamana göre türevini alındığında,

$$\frac{d\vec{J}_s}{dt} = n_s(-e) \frac{d\vec{v}_s}{dt} \quad (2.3)$$

$$\frac{d\vec{J}_s}{dt} = \frac{n_s e^2}{m} \vec{E} \quad (2.4)$$

(2.4) eşitliği elde edilir. Bu ifade I. London denklemi olarak ifade edilir. Kararlı durumda süperakım yoğunluğu süperiletken içinde sabittir. Süperakım yoğunluğunun zamana göre türevi sıfırdır. Yani kararlı durumda, süperiletken içinde elektrik alanın sıfır olduğu sonucuna ulaşırız. Diğer bir deyişle süperiletken boyunca voltaj düşmesi sıfırdır (Davarcioğlu, 2006).

Birinci London denkleminin rotasyonelini alalım;

$$\vec{\nabla} \times \frac{d\vec{J}_s}{dt} = \frac{n_s e^2}{m} \vec{\nabla} \times \vec{E} \quad (2.5)$$

Maxwell denklemlerini kullanarak,

$$\frac{d\vec{B}}{dt} = -\vec{\nabla} \times \vec{E} \quad (2.6)$$

$$\frac{d\vec{B}}{dt} = -\vec{\nabla} \times \left[\frac{d\vec{J}_s}{dt} \frac{m}{e^2 n_s} \right] \quad (2.7)$$

$$\nabla \times \vec{J}_s = - \left(\frac{e^2 n_s}{m} \right) \vec{B} \quad (2.8)$$

(2.8) ifadesi ikinci London denklemi olarak bilinir. Bu denklemden, amper yasasını eşitlik (2.9) kullanarak Meissner etkisini açıklayan denklem türetilebilir.

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_o \vec{J} \quad (2.9)$$

$$\frac{\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{B}}{\mu_o} = - \frac{e^2 n_s}{m} \vec{B} \quad (2.10)$$

$$\vec{B} = -\frac{m}{\mu_0 e^2 n_s} (\vec{\nabla} x \vec{\nabla} x \vec{B}) \quad (2.11)$$

$$\vec{\nabla} x \vec{\nabla} x \vec{B} = \vec{\nabla} \cdot (\vec{\nabla} \cdot \vec{B}) - \nabla^2 \cdot B \quad (2.12)$$

$$\vec{B} = -\frac{m}{n_s \mu_0 e^2} \nabla^2 \cdot B \quad (2.13)$$

Denklemleri tek boyuta indirgeyelim

$$\frac{d^2 B}{dx^2} - \frac{n_s \mu_0 e^2}{m} B = 0 \quad (2.14)$$

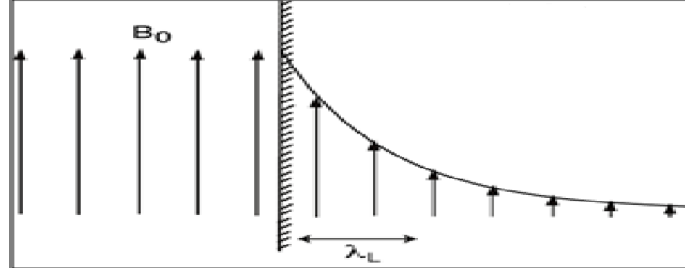
Meissner etkisi düşünüldüğünde sınır şartları $B(0) = B_0$ ve $B(\infty) = 0$ olarak alınır. Böyle bir ikinci dereceden denklemin çözümü

$$B(x) = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (2.15)$$

(2.15) eşitliğinde verildiği gibidir. Süperiletken örneklerde meydana gelen yüzey akımları, manyetik alanın maddenin iç noktalarından dışarılanması sonucunu oluşturmaktadır. Bu akımlar yalnızca yüzeyde çok ince bir tabakada oluşmazlar. Aksine oluşan bu yüzey (perdeleme) akımları, yüzeyden maddeye nüfus ederek sonlu kalınlıkta bir tabaka üzerine dağılırlar. Manyetik alan da bu ince tabakalarda derinlik ile (2.15) eşitliğinde olduğu gibi bağlıdır. Bu eşitlik manyetik alanın süperiletken yüzeyden itibaren üstel değişimini gösterir. Tam yüzeydeki B_0 değerinden sıfır değerine üstel olarak azalmaktadır (Şekil 2.1). Burada

$$\lambda = \left(\frac{m}{n_s \mu_0 e^2} \right)^{1/2} \quad (2.16)$$

(2.16) eşitliği ile verilen λ değeri nüfus derinliğini ve karakteristik bozunma uzunluğunu ifade eder. (2.5) ve (2.15) denklemleri süperiletkenliğin iki temel özelliğini mükemmel diyamanyetizma ve sıfır direncin doğru tanımlamasını verir.



Şekil 2.1 Örnek yüzeyinden itibaren manyetik alanın penetrasyonu.

2.2 Ginzburg – Landau Teorisi

1950 yılında London teorisine alternatif olarak sunulmuş süperiletkenliğin ilk kuantum teorisidir. Ginzburg-Landau teorisinde bütün elektronlar özdeş davranış gösterdiği kabul edilir ve bu şekilde tüm elektronların tek bir uzaysal koordinata bağlı, tek parametrelili dalga fonksiyonu ile temsil edilmesi mümkündür. Süperiletken içerisinde bulunan n tane elektronun hareketini temsil eden tek bir dalga fonksiyonu vardır. Bu fonksiyon kompleks pseudo-dalga fonksiyonu $\psi(r)$ ile tanımlanır.

Süperiletkenliğin termodinamiği incelendiğinde $T=T_c$ da ($H_c=0$ yani dış manyetik alan uygulanmadığında) entropideki değişim sıfırdır ve süperiletkenin öz ısısında bir süreksizlik görülür. Bu durum normal durumdan daha düzenli bir durum olan süperiletkenlik fazına geçişin ikinci dereceden bir faz geçişi olduğunun göstergesidir. İkinci dereceden faz geçişi, bir süperiletken için düzen parametresinin ψ fonksiyon $T \geq T_c$ olduğunda yok olacağını, kritik sıcaklık yakınlarında $|T - T_c| \leq T_c$, sıfırdan farklı olacağı anlamına gelir. Böylece teori basitleşir ve davranış GL denklemleri tarafından tanımlanabilir.

GL teorisinde ψ parametresi,

$$|\psi|^2 = n_s \quad (2.17)$$

süperelektronların yoğunluğu olarak tanımlanır. Süperiletkenlerin Ginzburg-Landau serbest enerjisi, süperiletken ve normal durumlar arasındaki geçiş için düzen parametresinin yerine konan $\psi(r)$ dalga fonksiyonunun terimlerinde açılır.

Manyetik alan içerisinde bulunan bir cismin süperiletkenlik fazının serbest enerjisine manyetik alan, $\frac{H_c^2}{8\pi}$ terimi ek olarak girer. Ψ etkin dalga fonksiyonu olduğundan dolayı, bir H dış manyetik alan varlığında, serbest enerji birim hacim başına sadece $\frac{H_c^2}{8\pi}$ ile artmayacak bir de Ψ ' nin gradyeni olan bir terimin katkısıyla artacaktır. Çünkü manyetik alanın varlığında Ψ değişmez değildir. Bu nedenle serbest enerji ifadesine ekstra bir terim eklenir.

$$\frac{1}{2m} \left| -i\hbar\nabla\Psi + \frac{e^*}{c}\vec{A}(\vec{r})\Psi \right|^2 \quad (2.18)$$

$\vec{A}(\vec{r})$, uygulanan H manyetik alanın vektör potansiyelidir ve e^* , etkin yüküdür.

Dış bir manyetik alan içinde bulunan süperiletken bir cismin serbest enerji ifadesi eşitlik 2.19' daki gibi olur.

$$F_s = F_n + \int \left\{ \alpha|\psi| + \frac{1}{2}\beta|\psi|^2 + \frac{H_c^2}{8\pi} + \frac{1}{2m} \left| -i\hbar\nabla\Psi + \frac{e^*}{c}\vec{A}(\vec{r})\Psi \right|^2 \right\} dv \quad (2.19)$$

Sistemin denge durumunu bulmak için, burada minimum değere sahip olan serbest enerji kullanılmalıdır. Serbest enerji varyasyonu yöntemiyle serbest enerji $\delta\Psi$ ' ye göre minimize edilip sonuçlar sıfıra eşitlenerek basitçe I.Gizburg-Landau denkleminde ulaşılır.

$$\alpha|\psi| + \beta|\psi|^2\psi + \frac{1}{2m} \left(-i\hbar\nabla - \frac{e^*}{c}\vec{A} \right)^2 \psi = 0 \quad (2.20)$$

Bu eşitlik bize birinci Landau denklemini verir. Bu denklem ψ ' nin uzaysal değişimin dengesi olarak tanımlanır.

Aynı şekilde serbest enerji ifadesini $\overline{\delta A'}$ ya göre minimize edersek II. Gizburg-Landau denklemi elde edilir.

$$\vec{j} = \frac{ie^*\hbar}{2m} (\psi^*\nabla\psi - \psi\nabla\psi^*) - \frac{e^{*2}}{mc} |\psi|^2 \vec{A} \quad (2.21)$$

Bu ifade e^* yüklü ve m kütleli parçacıklar için kuantum mekaniksel akım ifadesiyle aynıdır (Saxena, 2010).

GL Teorisi, pek çok durum için kullanışlı olmasına rağmen önemli bir sınırlama söz konusudur. Süperiletken durumun serbest enerjisini düzen parametresinin seri açılımıyla ifade ettiği için, yalnızca açılıma yakın noktalarda yani süperiletken taşıyıcı yük konsantrasyonunun sıfıra gittiği T_c kritik sıcaklığı civarında geçerlidir (Müller ve Ustinov, 1997).

2.3 BCS Teorisi

Kritik sıcaklığın altındaki geleneksel süperiletkenlerde, süperiletkenlik durum iki ayrı özellikte karakterize edilir: Mükemmel elektriksel iletkenlik ($\rho=0$) ve mükemmel diyamanyetizm ($B=0$).

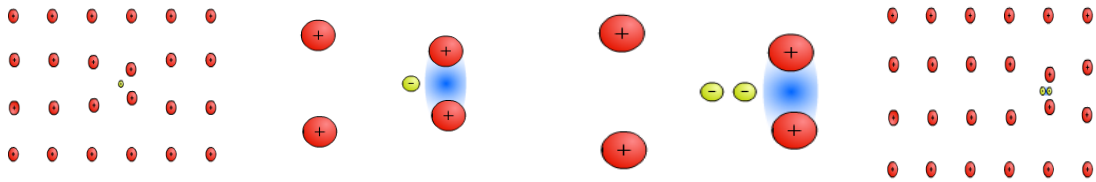
Süperiletkenliğin keşfinden sonra birçok araştırma yapılmış, bazı metaller ve alaşımlar düşük sıcaklıklarda mükemmel iletkenlik gösterirken bazıları ise sıfır direnç durumuna geçiş gösterememişlerdir. Süperiletkenliğin bilinen özelliklerine dayanan pek çok teori ileri sürülmesine rağmen, teorilerden hiçbiri süperiletkenliğin temel mekanizmasını yani elektronların nasıl olup da süperiletken hale geçtiklerini açıklayamamıştır.

1957 yılında Bardeen, Cooper ve Schrieffer süperiletkenliğin ilk mikroskobik teorisi olan BCS teorisini ortaya koymuşlardır. Çiftlenmiş elektronlara ait dalga fonksiyonunun nasıl inşa edildiğini göstermişlerdir. Serbest enerjiyi minimize ederek elde edilmiş dalga fonksiyonu mikroskobik teorinin temelini oluşturur. Buna göre süperiletkenlik durumu makroskobik ölçüde bir kuantum durumudur.

Metallerde kristal örgü ve elektronlar arasındaki etkileşme elektriksel direncin temel mekanizmasını oluşturur. Bazı koşullar altında elektron-örgü etkileşimi direncin yok olmasına neden olur. Bakır, gümüş, altın gibi iyi iletkenlerde oldukça zayıf elektron – örgü etkileşiminden dolayı süperiletkenlik özelliği oluşmaz.

Negatif yüklü elektron ve pozitif yüklü örgü arasındaki Coulomb etkileşiminden dolayı elektron, örgü bozukluğu yaratma eğilimindedir (Mourachkine, 2002). İyon örgüsü süperiletkenlik durumunu yaratmada aktif katılım sağlar. Elektronlar ve kristal örgünün kuantize olmuş uyarılmaları (fononlar) arasındaki etkileşme, elektronlar arasında ek bir etkileşme meydana getirir. Bir elektronun yarattığı örgü bozukluğu ikinci bir elektrona bu bölgeye geçer. Bu durum iki elektron arasındaki zayıf çekici etkileşmenin ortaya çıkmasına neden olur. İki elektron arasındaki çekici etkileşme, elektronlar arasındaki itici coulomb itmesinden daha güçlü olursa, bu elektronlar süperiletkenlik durumunu oluşturan çiftler oluştururlar (Şekil 2.2).

İki elektron arasındaki bu çekici etkileşim fononlar aracılığıyla sağlanır. Bir metalde mutlak sıfır sıcaklığına erişildiğinde fonon oluşmaz o halde fononlar yardımıyla elektronlar nasıl etkileşir? Kristal içinde \vec{k}_1 dalga vektörüne sahip serbest bir elektrona ele alalım. Bu elektron bazı anlarda bir örgü titreşimini uyarır. Yani elektron daha önce mevcut olmayan yeni bir fonon yaratır ve \vec{k}_1 durumuna geçiş yapar. Yaratılan fononun dalga vektörü \vec{q} olsun. \vec{q} dalga vektörüne sahip fonon, \vec{k}_2 dalga vektörüne sahip başka bir elektron tarafından soğurur (Müler ve Ustinov, 1997).

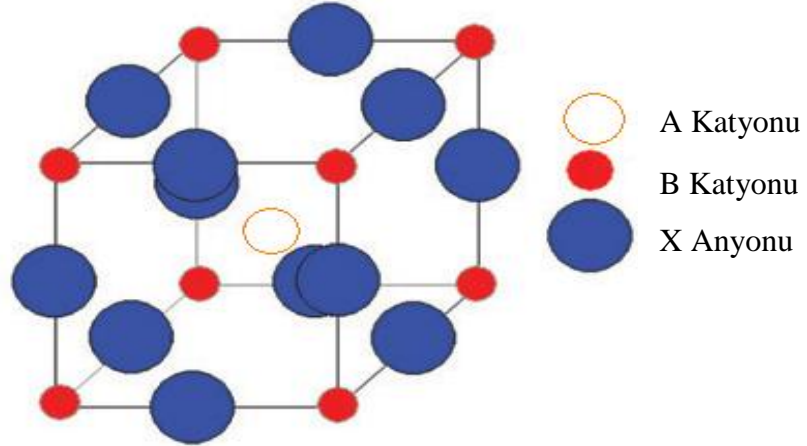


Şekil 2.2 Elektron-fonon etkileşimi ve cooper çifti oluşumu.

BÖLÜM ÜÇ

SÜPERİLETKENLERİN KRİSTAL YAPILARI

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri yapısal olarak perovskit adı verilen kristalografik ailenin üyesidirler. Perovskitler özel bir atomik dizilişe sahip seramiklerdir. Bu yapının ideal şekli ABX_3 şeklinde formüle edilen üç ayrı kimyasal elementten oluşan küplerden meydana gelir. İdeal bir perovskit yapıda, A ve B atomları metalik katyonlar (pozitif yüklü), X atomları metalik olmayan anyonlardır (negatif yüklü). A atomları B atomlarına göre daha büyük ve kübün merkezinde bulunur (Şekil 3.1). Daha küçük olan B katyonları kübün köşelerine yerleşmiştir. X anyonları ise 12 kenarın orta noktalarına dizilmiştir (Saxena, 2010).



Şekil 3.1 Simetrik bir perovskit kristalin örgü yapısı.

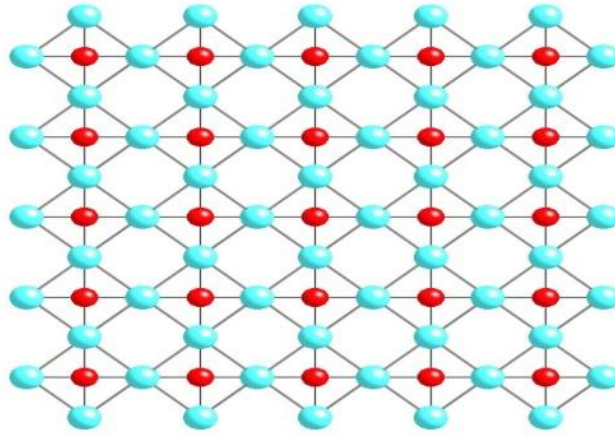
CuO_2 düzlemleri içeren süperiletkenlerin (Cuprate) fiziksel özelliklerini anlamak için kristal yapısını (atomların yerlerini) bilmek gerekir. CuO_2 düzlemleri oldukça yüksek anizotropik kristal yapıya sahiptirler. Böyle bir yapı cupratelerin birçok fiziksel özelliklerini belirler. Geleneksel süperiletkenlerde koherens (eşyuum) uzunluk London girinti derinliğinden daha uzun olduğundan dolayı yapısal etkinin bir önemi yoktur. Ancak cuprateler için bu durum geçerli değildir.

Genellikle, yüksek sıcaklık süperiletkenleri tetragonal yapıya sahiptirler. Hepsinde bir ya da birden fazla çok iyi iletken olan CuO_2 düzlemleri vardır. CuO_2

düzlemleri nadir toprak elementlerinden (Bi, O, Y, La, Ba vb.) oluşan yalıtkan düzlemlerle ayrılmaktadır. Bu tabakalar yük depoları olarak isimlendirilirler ve CuO_2 düzlemlerine yük taşıyıcıları sağlarlar.

CuO_2 düzlemlerinde, her bir bakır iyonu yaklaşık $1,9 \text{ \AA}$ aralıkla dört oksijen iyonu ile sıkıca bağlıdır (Şekil 3.2). Karakteristik CuO_2 düzlemleri içeren birçok bileşik üretilmiştir. Bu bileşiklerde birim hücre başına düşen CuO_2 düzlemlerinin sayısı (N_1) farklıdır (Mourachkine, 2002).

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerindeki CuO düzlemleri sayısı ile kritik sıcaklık arasında doğrudan bir ilişki olduğu öne sürülür. CuO düzlemleri periyodik olarak kendini tekrarlayınca kadar eklenmesi süperiletkenlik geçiş sıcaklığını (T_c) artırır. CuO_2 düzlemlerinin sayısı arttıkça süperiletkenlik geçiş sıcaklığı (T_c) önce artar, düzlem sayısı maksimum $N_1 = 3$ ulaştıktan sonra düşer (Bilgili, 2007).

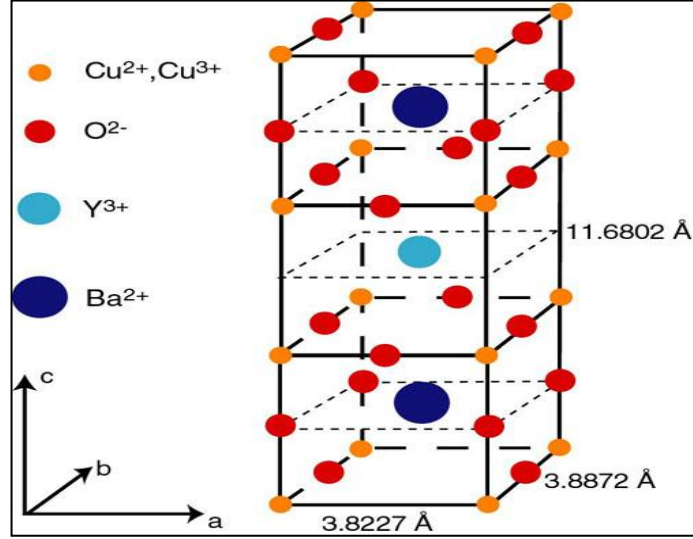


Şekil 3.2 CuO_2 düzlemi.

3.1 Y-Ba-Cu-O (YBCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları

Sıvı azot sıcaklığının üzerinde geçiş sıcaklığı $T_c > 77 \text{ K}$ gösteren ilk süperiletken malzemedir. Bu süperiletken sistemine ait kararlı bileşiklerden en çok çalışılan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_n$ genel formülü ile verilmektedir. Yapıdaki atom oranlarına bağlı olarak YBCO süperiletken malzemeler 1-2-3 malzemeleri olarakta anılmaktadırlar (Zan,

2006). Kristal yapısında ortorombik bir birim hücreye sahiptir. Örgü sabitleri $a \approx 3,82 \text{ \AA}$, $b \approx 3,89 \text{ \AA}$ ve $c \approx 11,7 \text{ \AA}$ dır.



Şekil 3.3 YBCO süperiletken seramiğin kristal yapısı.

$\text{CuO}_2\text{-Y-CuO}_2$ tabakası dışında BaO düzlemleri ve Cu-O zincirleri vardır. İki CuO_2 düzlemi BaO tabakası tarafından ikiye ayrılır. Tek bir Yitriyum atomu CuO_2 düzlemlerini bir arada tutmayı sağlar (Şekil 3.3). Yapıda rolü çok büyük değildir. Lantanit serisinden +3 değerliğe sahip başka bir nadir-elementi Y yerine sisteme koymak sistemin süperiletkenlik özelliğinde fark edilebilir derecede değişime sebep olmaz. CuO_2 düzlemindeki her bir bakır iyonu beş oksijen iyonu piramidi tarafından sarılmıştır (Mourachkine, 2002).

YBCO tek boyutlu Cu-O zincirlerine sahip tek yüksek- T_c süperiletkenidir. Bu zincirlerdeki oksijen atomlarının varlığı süperiletkenlik için oldukça önemlidir. Bu süperiletken bileşikler oksijen stokiyometrisine çok hassastır ve buna bağlı olarak farklı fiziksel ve yapısal özellikler göstermektedir. Bu bileşiğinin genel formülü $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ($0 \leq x \leq 1$) şeklindedir. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 'nin kritik sıcaklık değeri (T_c) x-değerlerinin değişimiyle değişir. $x \geq 0,6$ olduğunda yapıda artık oksijen atomlarının zincirleri bulunmaz ve sistem süperiletkenlik özelliğini yitirir (Saxena, 2010).

3.2 Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) Bileşiklerinin Kristal Yapıları

1987 yılında Micheal ve arkadaşları 22 K sıcaklıkta akıma karşı direnç göstermeyen yeni bir bileşik *Bi-Sr-Cu-O* keşfetmişlerdir. Maeda ve grubu Bi-tabanlı bu süperiletken bileşiğe Ca ekleyerek 1988 yılında kritik sıcaklığı 105 K'e yükseltmeyi başarmışlardır. Aynı yıl Tokano ve arkadaşlarının Bi-Sr-Ca-Cu-O bileşiğine kurşun ekleyerek 110 K sıcaklığında sıfır direnç gösteren Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O süperiletken bileşiğini keşfetmişlerdir.

Bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletken ailesinin üç üyesi vardır. Bi- Sr- Ca- Cu- O sisteminin üç fazı $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ ($n = 1, 2$ ve 3) genel formülü ile verilir. Bi: Sr: Ca: Cu: O katyonlarının oranlarına göre 2201, 2212, 2223 fazları olarak adlandırılırlar. Bu sistem fazları $Bi_2Sr_2CuO_6$, $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$, $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ şeklindedir.

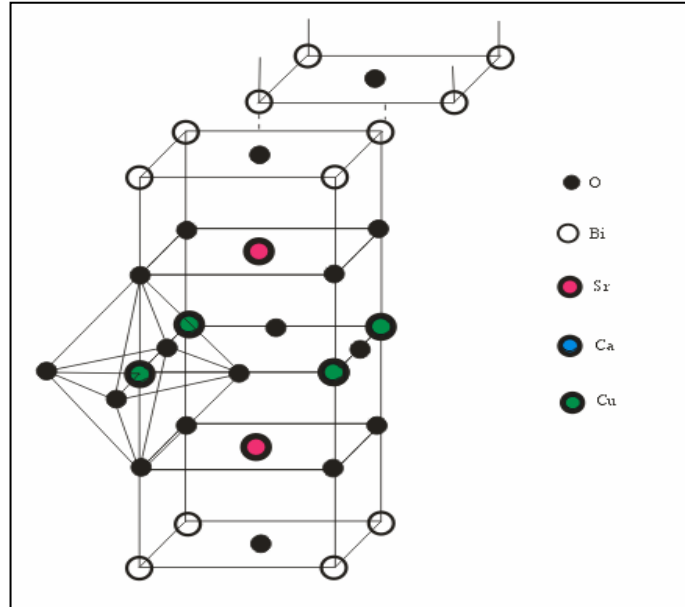
n=1 $Bi_2Sr_2Cu_1O_y$ için tabakaların sıralanışı Bi- Sr- Cu- Sr- Bi
n=2 $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_2O_y$ için tabakaların dizilişi Bi-Sr-Cu- Ca- Cu- Sr- Bi
n=3 $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ için tabakaları Bi-Sr-Cu- Ca-Cu - Ca- Cu- Sr- Bi
şeklindedir.

CuO_2 düzlemi artıkça T_c kritik sıcaklık artar. Bi-tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkeleri (2212, 2223) YBCO bileşiklerine göre daha üstündür. Bu süperiletken bileşikler suya ve nemli atmosfere karşı daha dirençlidir. Oksijen dengesi avantajına sahiptir. Yani 850°C ısıtıldığında süperiletkenlik fazlarında oksijen kaybı ya da kazancı yoktur. Bi-O tabakaları Vander walls bağlarından oluşur ve böylelikle materyal kolayca yuvarlanabilir. Bu özellik onun bant şeklini almasını sağlar ve ayrıca bu malzemeler tünelleme ve diğer ölçümler için oldukça uygundur (Saxena, 2010). Bi tabanlı yapılarda oksijen içeriği oda sıcaklığında sabittir. Bi-O tabakaları arasındaki bağ oldukça zayıftır, bu yüzden kolayca bölünebilir.

3.2.1 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ Bileşiğinin Kristal Yapısı

İlk kez Tarascon ve arkadaşları tarafından bulunan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ (2201) örneğinde bir Cu-O, iki Sr-O ve iki Bi-O düzlemi vardır. Ca düzlemi yoktur. Şekil 3.4’de görüldüğü gibi Bi-O düzlemi tabanda, Cu-O düzlemi merkezde bulunmaktadır. Sr-O düzlemi ise Bi-O ile Cu-O düzlemi arasında yer almaktadır.

Bu fazın birim hücreleri orijine göre $(1/2, 1/2, z)$ kayma şeklinde istiflenmektedir. Bu istiflenmede bir düzlemin Bi atomu sıradaki ardışık oksijen atomunun aşağısında yer alır. Cu atomunun oksijen atomuna göre koordinasyonu oktahedraldir (Boğaz, 2006). Yani bu bileşiklerde bir Cu atomu, altı komşu oksijen atomu ile kare tabanlı oktahedral yapı oluşturur.

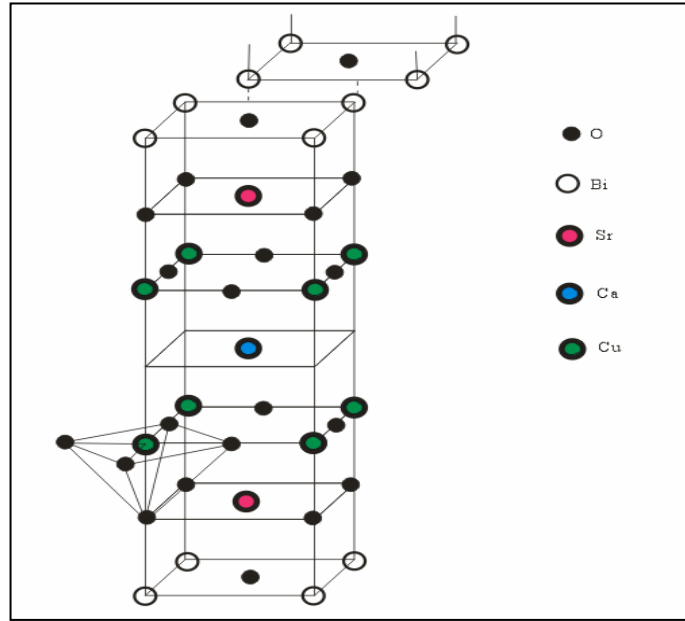


Şekil 3.4 Bi-2201 fazının kristal yapısı.

3.2.2 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ Bileşiğinin Kristal Yapısı

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ bileşiği $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$ genel serisinde $n = 2$ değerine göre oluşan ve düşük sıcaklık fazı olarak da (2212) adlandırılan bir bileşiktir. Maeda ve arkadaşları (Maeda, 1988), (2201) fazını oluşturan üçlüye kalsiyum (Ca) ilave ederek

(2212) fazının kritik sıcaklığını 85 °K olarak bulmuşlardır. Şekil 3.5, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ bileşiğinin kristal yapısını göstermektedir. Bi-2212 bileşiğini oluşturan kristalin birim hücresinde, (2201) bileşiğini oluşturan düzlemlere ek olarak, SrO düzlemlerinin arasına yerleşmiş bir Ca-CuO₂ tabakası yer almaktadır. Yapısal olarak iki CuO₂ düzlemi, oksijen atomu içermeyen bir Ca tarafından ikiye ayrılmaktadır. Birim hücrede bulunan katmanların istif sırası [(BiO)₂ - SrO -CuO₂ – Ca - CuO₂ - SrO -(BiO)₂] şeklindedir. Bu bileşikteki Cu atomlarının her biri, beş komşu oksijen atomu ile kare tabanlı piramit şeklinde bir bağ yapmaktadır. Bi-2212 tetragonal bir örgü yapısına sahiptir ve örgü sabitleri $a \approx b \approx 5,4 \text{ \AA}$ ve $c \approx 30,89 \text{ \AA}$. Ca atomu iki CuO₂ tabaka arasına girer, birim hücre iki yarı iletken BiO ve iki yalıtkan SrO tabakalarından oluşur (Mourachkine, 2002).

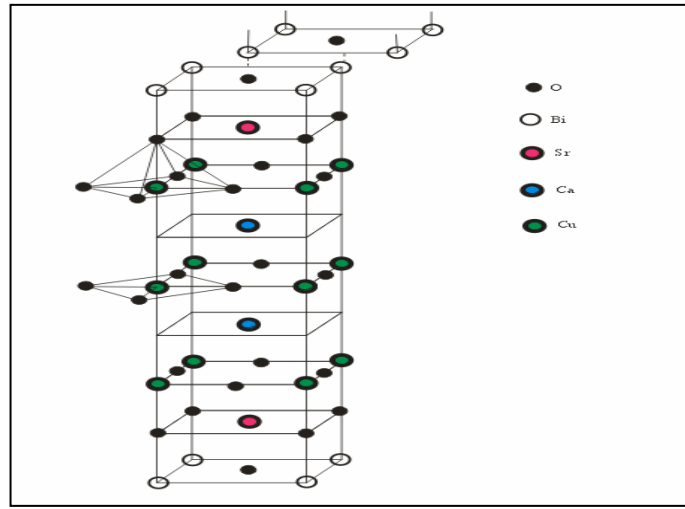


Şekil 3.5 Bi-2212 bileşiğinin kristal yapısı.

3.2.3 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ Bileşiğinin Kristal Yapısı

Geçiş sıcaklığı 110°K olan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{n+4}$ genel serisinde $n = 3$ değerine göre oluşan ve yüksek sıcaklık fazı olarak da (2223) adlandırılan süperiletken bir bileşiktir. Şekil 3.6'da Bi-2223 bileşiğinin kristal yapısını göstermektedir. (2212) fazının kristal yapısındaki düzlemlere ilave bir Ca-CuO₂ katmanı bulunan bileşik en yüksek kritik sıcaklık değerine sahiptir. Böylece, SrO katmanları arasında

sandviçlenen üç adet CuO_2 düzlemleri vardır. Bu CuO_2 düzlemlerinin her biri, diğerinden oksijen içermeyen bir Ca düzlemi ile ayrılmıştır. Bu katmanlar [$(\text{BiO})_2 - \text{SrO} - \text{CuO}_2 - \text{Ca} - \text{CuO}_2 - \text{Ca} - \text{CuO}_2 - \text{SrO} - (\text{BiO})_2$] şeklinde sıralanır. (2223) bileşiği iki farklı Cu atomu içeren düzlemlere sahiptir. Cu atomları ise atomu oksijen atomlarıyla koordinasyona sahiptir. Dört komşu oksijen atomu ile birleşen Cu atomları merkezde bulunur ve iki boyutlu kare örgü şeklinde koordine olur, aşağı ve yukarıdaki Cu atomları beş komşu oksijen atomlarıyla kare tabanlı piramitsel yapıda koordine olurlar.



Şekil 3.6 Bi-2223 bileşiğinin kristal yapısı.

3.3 Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları

Tl- Ba- Cu-O sisteminde süperiletkenlik ilk kez Sheng ve Herman tarafından 1987 yılında gözlenmiştir. Sheng ve Herman'nın oluşturduğu örnekler Ca atomu içermemektedir ve bu örneklerin nominal bileşenleri $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$ ve $\text{TlBaCu}_3\text{O}_{5,5+x}$ şeklindedir. Bu örnekler 80 K üzerinde sıfır direnç göstermektedir. Kısa bir süre sonra bu örnekler Ca ekleyerek bu sistemin kritik sıcaklığını 100 K üzerine çıkarmayı başarmışlardır. Sheng ve Herman'nın örneklerindeki süperiletkenlik fazları ($\text{TlBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ ve $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$) Hazen ve ark. tarafından tanımlanmıştır. Parkin ve ark. $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ süperiletken fazının miktarını artırmak için işleme koşullarını değiştirmişler ve 125 K 'de bir süperiletken bulk üretmişlerdir (Saxena, 2010).

Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemleri $Tl_mBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2(n+1)+m}$ ($m=1, 2$ ve $n=1-6$) genel formülüyle ifade edilir. Bu sistem $n = 1, 2$ ve 3 olmak üzere üç farklı sınıfta incelenmiştir.

$n = 1$ için $\rightarrow Tl_2Ba_2CuO_6 \rightarrow 2021$ fazı $\rightarrow T_c \approx 80$ °K \rightarrow tetragonal yapı

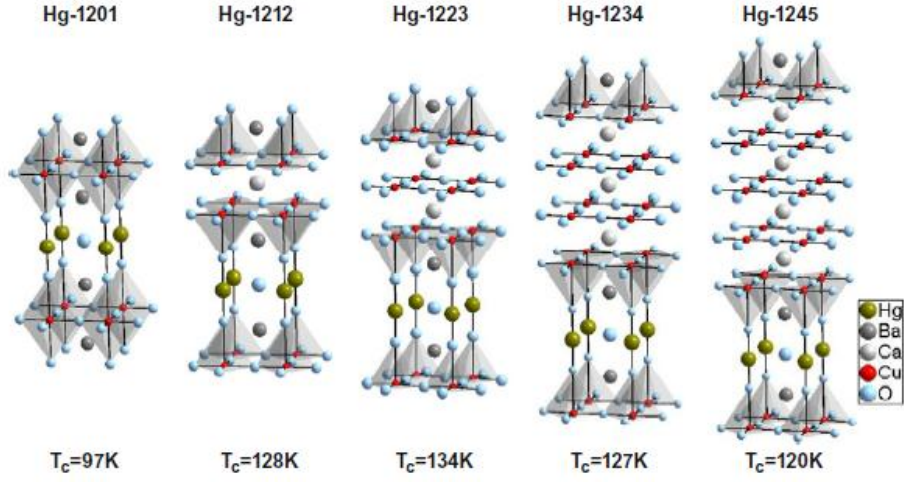
$n = 2$ için $\rightarrow Tl_2Ba_2CaCu_2O_8 \rightarrow 2122$ fazı $\rightarrow T_c \approx 110$ °K \rightarrow tetragonal yapı

$n = 3$ için $\rightarrow Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10} \rightarrow 2223$ fazı $\rightarrow T_c \approx 125$ °K \rightarrow ortorombik yapı

Talyum oksitlerin hepsi oda sıcaklığında tetragonal yapıya sahiptirler. Talyum tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin kristal yapısı Bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin kristal yapısına çok benzerdir. Bu bileşiklerde Bizmut yerine Talyum, Stronsiyum yerine Baryum atomları geçer. Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemi Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemi ile aynı kristal yapıya sahip olmasına rağmen farklı süperiletkenlik ve normal durum özelliklerine sahiptir (Mourachkine, 2002). Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemleri Tl- Ba- Cu- Ca- Cu- O şeklinde dizilişe sahiptir. Ca burada CuO tabakalarını bir arada tutar.

3.4 Hg-Ba-Ca-Cu-O (HBCCO) Sistemlerinin Kristal Yapıları

$HgBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$ ($n= 1, 2, 3$) genel formülüne sahip kritik sıcaklığı 134 K'e kadar artırılmış bir yüksek sıcaklık süperiletken ailesidir. 1993 yılında Putlin ve diğer. birim hücre başına tek bir CuO_2 tabakası içeren 94 K'den düşük sıcaklıkta süperiletkenlik özelliği gösteren $HgBa_2CuO_{4+\delta}$ bileşiğini sentezlemişlerdir. Aynı yıl A. Schilling ve diğer. bu sisteme kalsiyum ilave ederek geçiş sıcaklığını 130 K olarak bulduktan sonra 1994 yılında Gao ve arkadaşları geçiş sıcaklığını 133 K'e yükseltmişlerdir. Schilling ve arkadaşları yapıya ait örgü parametrelerini $a = b = 2,7$ Å ve $c = 16,1$ Å olduğunu belirleyerek yapının tetragonal olduğunu bulmuşlardır.



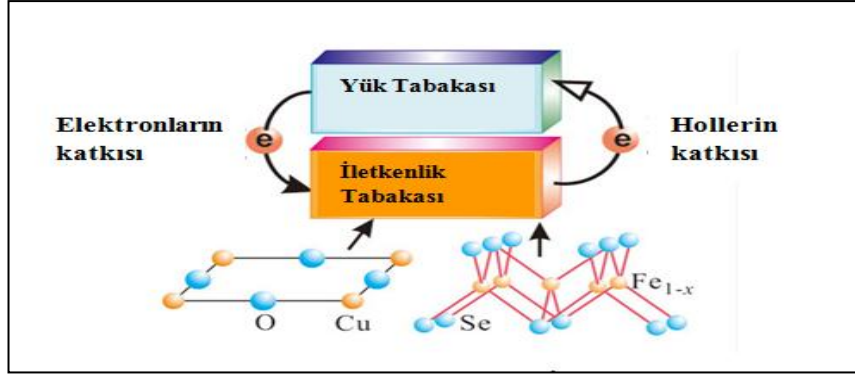
Şekil 3.7 HgBa₂Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3} sisteminin farklı fazları için kristal yapısı.

Şekil 3.7’de görüldüğü üzere CuO₂ tabakalarındaki Cu⁺² iyonları dört, beş veya altı O₂ iyonu ile birleşip oktahedral yapıda koordine olurlar, kenar paylaşımlı yarı ya da tam oktahedral bir tabakalı yapı oluştururlar. HBCCO yüksek sıcaklık süperiletken ailesinin tüm üyelerinin kritik sıcaklığı paralel basınç altında artırılabilir. n=3 için Hg-1123 bileşiğine uygulanan basınç denemelerinde T_c kritik sıcaklık 164 K’e yükseltilmiştir (Chu, 2012).

3.5 Demir Tabanlı Süperiletkenlerin Kristal Yapıları

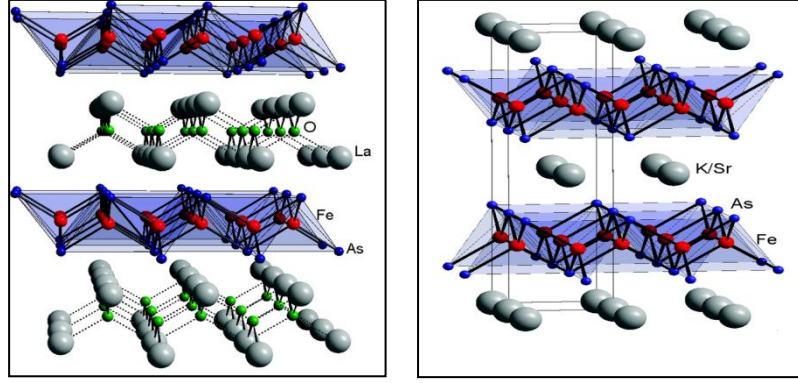
Hosono ve diğerleri 2008 yılında 26 K civarında geçiş gösteren demir tabanlı LaOFeAs (Şekil 3.9 (a)) bileşiğini sentezlemişlerdir (Kahamira, 2008). Bu keşiften birkaç hafta sonra sisteme F (Flourin) katkılanmış ve La yerine +3 değerli daha küçük iyonik çapa sahip toprak elementleri getirilerek sistemin T_c, kritik sıcaklığı 55 K’e yükseltilmiştir. Daha sonra Sasmal ve diğerleri yeni bir demir tabanlı AFe₂As₂ sisteminde A: K, Cs ve Sr elemetlerini koyarak Tc kritik sıcaklığı 38 K’e yükseltmişlerdir.

Bu sistemler (RO)TPn genel formülüne sahiptir. Bu formülde R; La gibi nadir toprak elementlerini, T; Fe ve Ni gibi geçiş metallere, Pn; P ve As gibi nitrojen gruplarını içerir.



Şekil 3.8 Cuprateler ve Fe- tabanlı süperiletkenlerin iletkenlik tabakası ve yük sağlayan tabakaların şematik gösterimi.

Tüm Fe- tabanlı süperiletken bileşiklerde (Fe_2As_2) tabakası önemli bir tabakadır. Demir tabanlı süperiletkenlerde cuprateler gibi üç şekilde sınıflandırılır. Bazı fiziksel özelliklerin farklı olmasına rağmen üç ailede süperiletkenlikten sorumlu iletkenlik tabakası ve elektron ya da hole katkısı sağlayan yük rezervuar tabakalı ortak yapıyı paylaşırlar (Şekil 3.8). Cupratelere benzer şekilde, yük taşıyıcıları Fe_2As_2 tabakaları içinde hareket eder, (R_2O_2) tabakaları modülasyon katkı tabakasıdır ve (Fe_2As_2) tabakalarının yapısal bütünlüğünü sürdürmesini sağlar. Ancak $\text{R}(\text{OF})\text{eAs}$ tabakalarının yapısı cupratelerden farklıdır. Cupratelerde dört komşu oksijen atomu ile birleşen Cu atomları kare örgü şeklinde koordine olurken, Fe^{+2} atomları dört As atomlarıyla tetrahedral şekilde koordine olur. Şekil 3.9 (b)'de görüldüğü gibi AFe_2As_2 ($\text{A}=\text{K}$ ve Cs) süperiletkenleri, ROFeAs bileşiğine benzer (Fe_2As_2) tabakaları vardır, ancak tek elemental A tabakası tarafından ayrılır (Sasmal, 2008).



(a)

(b)

Şekil 3.9 (a) LaOFeAs ve (b) K/sr Fe₂As₂ kristal yapıları.

BÖLÜM DÖRT

MEKANİK ÖZELLİKLER

Dış kuvvetlerin uygulanması halinde bir cismin şeklinin ve büyüklüğünün değişmesi olasıdır. Bu değişimler olurken, cisim bozulmaya karşı direnç gösterirler. Dış kuvvetlerin etkisi altında değişik zorlanmalar karşısında, malzemede oluşan şekil değişiklikleri ve bu etkiler altında malzemenin gösterdiği dayanma gücü özelliklerine mekanik özellikler denir (Baradan, 2003).

Süperiletken seramiklerin elastik özellikleri, süperiletkenlik olgusunun hem teoriksel anlamı hem de pratik uygulamaları için önemlidir. Süperiletkenliğin BCS teorisinde elektron-fonon etkileşimi süperiletkenlik durumlarının oluşması için çok büyük öneme sahiptir. Bu yüzden uzun dalga boylu fonon spektrumu malzemenin elastik özellikleriyle yakından ilişkilidir, bunu takiben süperiletkenlik karakteristikleri de malzemenin elastik özellikleriyle ilişkili olmak zorundadır.

Anderson'ın 1965 yılında yaptığı bir çalışmada T_c kritik sıcaklığın kesme modülünün (G) kareköküyle orantılı olarak değişmesi gerektiğini ifade etmiştir (Anderson, 1965).

$$T_c \propto G^{1/2} \quad (4.1)$$

Mekanik özellikler denince katı cisimlerin, kendilerine uygulanan kuvvetlere karşı gösterdiği yapısal tepkiler anlaşılır. Çeşitli zorlanmaların etkisiyle malzemede oluşan değişiklikler ve gerilmeler gözleme ve ölçümle tespit edilebilir. Şekil değiştirme eğer çok küçük bir gerilme altında meydana gelmişse elastik deformasyon söz konusudur. Ancak belli bir sınırın üzerindeki gerilmeler malzemede plastik, yani kalıcı şekil değişikliği yaratır (Gürü ve Yalçın, 2006). Malzemenin mekanik özelliklerini anlayabilmek için gerilme ve şekil değiştirme kavramlarını bilmek gerekir.

4.1 Zor-Zorlanma

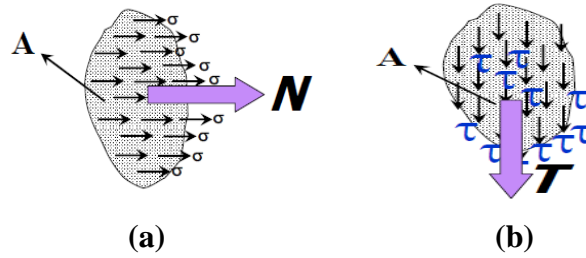
Katıların mekanik özellikleri Zor ve Zorlanma (bozulma) kavramlarıyla açıklanır. Dış kuvvetler altında dengede olan katı bir cisim düşünelim. Bu cisme uygulanan kuvvetler cismin içindeki her atoma etkiyen iç kuvvetleri oluştururlar. Atomlar arası bağları yay gibi düşünersek bu dış kuvvetler yayları gerip ya da sıkıştıran iç kuvvetleri oluştururlar. Kuvvetler yerine parça boyutundan bağımsız zorlanma şiddetini belirten gerilme tanımı yapılabilir. Zor; birim alana denk gelen kuvvet olarak tanımlanır. Yani kuvvetler altında dengede duran bir cismin birim kesitine dik olarak uygulanan kuvvetin ölçüsüdür.

$$\sigma = \frac{F_n}{A} \quad (4.2)$$

Birimi SI birim sisteminde N/m^2 'dir.

Eğer uygulanan kuvvet cismin kesitine paralel ise o zaman gerilme teğetsel gerilme (kesme, kayma, makaslama) olarak ifade edilir (Şekil 4.1).

$$\tau = \frac{F_t}{A'} \quad (4.3)$$

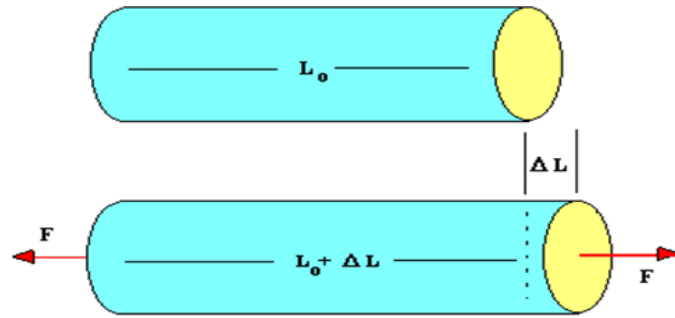


Şekil 4.1 (a) Normal gerilme ve (b) teğetsel gerilmenin şematik gösterimi.

Zor (gerilme) bir, iki ve üç eksenli olmak üzere çeşitli şekillerde cismi etkileyebilir. Tek eksenli gerilmelerde en büyük gerilme kuvvete dik olan kesitte olur. İki ve üç eksenli gerilme halinde, en büyük gerilmeler kayma gerilmelerinin sıfır olduğu asal düzlemlerde olur (Baradan, 2009).

Zorlanma ise bir cisimde bozulmanın derecesinin bir ölçüsüdür. Örneğin; silindirik şeklindeki l_0 uzunluklu A_0 kesit alanına sahip bir cisme bir ekseninde F çekme kuvvetinin uygulandığını düşünürsek cismin kuvvet yönünde boyunun değiştiğini gözlemleriz (Şekil 4.2). Cismin boyunda meydana gelen uzamaya zorlanma denir (Eşitlik 4.4). Yani cismin boyunda meydana gelen artışın cismin başlangıç boyuna bölünmesidir (Smith, 2001) .

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (4.4)$$



Şekil 4.2 Silindirik cismin kuvvet etkisiyle boyunda meydana gelen değişim.

Mekanik özelliklerin kaynağı atomlar arası bağ kuvvetleri olmakla beraber iç yapıya ve çevre koşullarına büyük ölçüde bağlıdır. Aralarında doğrudan bir bağ kurmak olanaksızdır. Atomal teoriler birçok olayları niteliksel yönden açıklamada yararlı olmakla beraber nicelik yönünden yetersizdir.

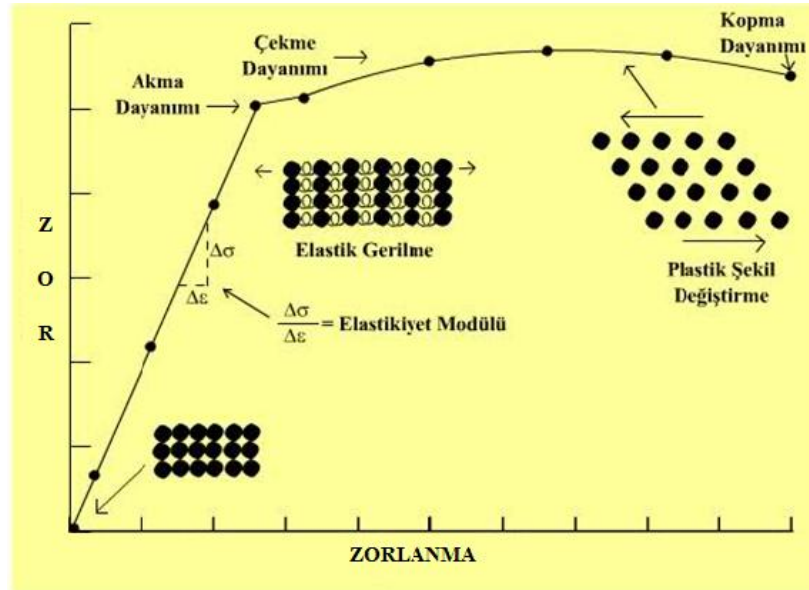
Şekil değiştirme sürecinde atomların nasıl davrandıklarını ve iç yapıda ne gibi değişikliklerin oluştuğunu bilmek gerekir. İç yapıyı değiştiren etkenler özellikleri de değiştirir. Bu etkenler ve uygulama yöntemleri iyi bilinirse iç yapıda gerekli değişiklikler yapılarak özellikler uygulama amacına uygun hale getirilebilir. Ancak bu değişiklikler doğal olarak sınırlıdır ve uygulayıcıların bu sınırları bilmesi gerekir.

Cisimlerin mekanik özelliklerin incelenirken, cisimlerin birer sürekli ortam olduğu varsayılır. Bu sürekli ortamların uygulanan dış kuvvetlere karşı tepkisi deneysel olarak saptanır. Bu aşamada atomların nasıl davrandıkları ve iç yapıda ne

gibi deęişikliklerin oluřtuęu gz nne alınmaksızın uygulanan kuvvete karřı oluřan Őekil deęiřtirmeler llr. Bylece belirli kořullar altında elde edilen zor-Őekil deęiřtirme baęıntıları malzemelerin mekanik davranıřları ile ilgili ok yararlı bilgiler saęlar. Mekanik davranıřlar incelenirken malzemenin i yapısını bilmeye gerek yoktur (Onaran, 1993).

4.2 Zor - Zorlanma Diyagramı

Zor-Zorlanma diyagramı; malzemelerin dayanımlarını belirlemek iin kullanılan ekme deneyinden elde edilen veriler kullanılarak izilen gerilme - birim Őekil deęiřtirme grafięidir (Őekil 4.3). Bu grafik malzemenin orantı sınırı, esneklik modl, akma dayanımı, ekme dayanımı ve kopma dayanımı gibi mekanik zellikleri hakkında bilgi edinmemizi saęlar.



Őekil 4.3 Zor-zorlanma diyagramı.

Orantı sınırı gerilmelerin birim Őekil deęiřimlere orantılı olduęu blgenin en byk gerilme deęeridir. Bařlangı noktasından eęriye teęet izilerek, teęetten ilk sapmanın grldę yerde orantı sınırı gzlenir. Elastik limit; kalıcı Őekil deęiřimi bırakmadan malzemenin dayanabileceęi en fazla gerilme deęeridir.

Malzemenin kalıcı şekil değiştirmeye başladığı gerilme değerine akma dayanımı denir. Gerilme bu değere ulaştıktan sonra uzamaların artması için artık gerilmelerin çoğalmasına gerek yoktur. Bu sınırdaki malzeme içinde büyük değişiklikler ve kaymalar olur. Kaymanın fark edilir ve etkili olduğu durumundaki gerilme akma dayanımıdır.

Çekme Dayanımı; akma bölgesinden sonra diyagramda tekrar bir yükselme görülür ve yine birim şekil değiştirmelerin artması ancak gerilmelerin artmasıyla mümkün olur. Bu bölgede grafiğin eğimi elastik bölgeye kıyasla küçüktür. Gerilme arttıkça bu eğim sürekli bir şekilde azalır ve sıfır olup yanal daralmaların artmasıyla malzeme kopmaya başlar. Çekme dayanımı malzemenin kopmadan evvel dayanabileceği en büyük kuvvetin ilk alana bölünmesi ile elde edilir. Kopma Dayanımı; kırılma (kopma) anında uygulanan yükün orijinal alana bölünmesi ile bulunan gerilmedir (Baradan,2009).

4.3 Şekil Değiştirme

Bir maddenin fiziksel ve elektriksel özellikleri, katıyı oluşturan atomların, iyonların ve moleküllerin dizilişine ve aralarındaki etkileşim kuvvetlerine birinci derecede bağlıdır. Bir katı maddenin iç yapısının değişimiyle mekanik özellikleri de değişmektedir. Çünkü maddenin iç yapısı ve onun mekanik özellikleri arasında sıkı bir ilişki bulunmaktadır.

Uygulanan bir kuvvetin büyüklüğüne bağlı olarak bir maddenin şeklinde meydana gelen değişim deformasyonun ölçüsüdür. Bir maddeye bir kuvvet uygulandığında o madde deformasyona uğrar. Uygulanan kuvvet (gerilme) küçük olduğunda malzemeler genellikle elastik davranış sergiler. Atomlar arası bağları yay olarak düşünelim. Yaya uygulanan kuvvet yayın esneklik sınırını aşmadığı sürece yük kaldırıldığında atomlar eski konumlarına geri dönerler. Ancak uygulanan kuvvet esneklik sınırını aşarsa yay deformasyona uğrar ve atomların bir kısmı kalıcı olarak yer değiştirir ve ilk konumlarına geri dönemezler. Deformasyon; uygulanan kuvvetin kalkmasıyla maddenin eski boyutuna döndüğü elastik deformasyon ve uygulanan

kuvvetin kalkmasıyla maddenin eski boyutuna dönemediği kalıcı etki yaratan plastik deformasyon olmak üzere iki şekilde incelenir.

Zor-Zorlanma eğrisinde elastik sınıra kadar materyal elastiktir. Elastik deformasyonda uygulanan kuvvet kalkınca madde eski haline dönebilir. Elastik sınırdan sonra ise plastiktir; yapıda oluşan deformasyon kalıcıdır. Moleküler yapı tekrar eski halini almaz (Şekil 4.3). Metaller gibi çekilebilir malzemeler plastik deformasyon gösterirken; cam, seramik gibi kırılğan malzemeler plastik deformasyon göstermez.

4.3.1 Elastik Şekil Değişirme

Bir malzeme üzerine uygulanan kuvvete karşı (zor), malzemenin tepkisi (zorlanma) orantılı olarak değişiyorsa bu malzeme elastik deformasyona maruz kalıyor demektir. Elastik deformasyon zor ve zorlanmanın orantılı değişim gösterdiği deformasyon şeklidir. Zor-Zorlanma eğrisinde bu deformasyon lineer bir doğruya denk gelir. Bu lineer kısmın eğimi elastiklik modülüne karşılık gelmektedir. Bu modül bir maddenin elastik deformasyona karşı direnci ya da maddenin sertliği olarak düşünülebilir. Elastiklik modülü ne kadar büyük olursa malzemenin sertliği o kadar büyük olur. Ürün dizayn parametresi olarak elastiklik modülü oldukça önemlidir (Callister, 1940).

Young modülü olarak da bilinen elastiklik modülü, malzemede birim şekil değiştirmek için uygulanacak gerilme olarak tanımlanır. Yani uygulanan gerilemenin elastik şekil değiştirmeye oranıdır. Elastik modülünün birimi N/m^2 dir (Eşitlik 4.5) Bir malzemenin elastiklik modülü esas olarak atomik yapısının bir özelliğidir. (Gürü ve Yalçın,2006).

$$\sigma = E\epsilon \quad (4.5)$$

Bir malzemenin elastik deformasyonu kalıcı değildir. Malzeme üzerine uygulanan yükün kalkmasıyla, madde eski haline döner.

Esneklik, bir cisme ne yapıldığı ve o cismin buna nasıl tepki verdiğinin karşılaştırılmasıdır. Bir maddenin esnekliğiyle ilgili bilgiyi esneklik modülünü bularak elde edebiliriz. Üç adet esneklik modülü tanımı vardır; katının boyundaki değişime karşı gösterdiği direncin bir ölçüsü olan “Young sabiti” (E), katının atomik düzlemlerin birbiri üzerinde kayması şeklinde ortaya çıkan harekete karşı gösterdiği direncin bir ölçüsü olan “Kesme sabiti” (G), katıların hacminde meydana gelen değişime karşı gösterdikleri direncin bir ölçüsü olan “Bulk modülü” (B).

Poisson oranı yardımıyla üç esneklik modülünü birbiriyle ilişkilendirmek mümkündür. Poisson oranı; bir maddede kuvvet uygulanan yöndeki kısalma miktarı ile diğer yöndeki uzama miktarı arasındaki bağıntıdır. Diğer bir deyişle cisimlerdeki enine kısalmanın boyuna uzamaya oranıdır. Bu oran pozitif ve negatif olabilir. Başka bir önemli elastik deformasyon bölgesi özelliğidir.

$$\nu = \frac{-\epsilon_{enine}}{\epsilon_{boyuna}} \quad (4.6)$$

ν ; poisson oranı, ϵ_{enine} ; enine uzama oranı, ϵ_{boyuna} ; boyuna uzama oranıdır. Homojen ve izotropik maddeler için G (kesme modülü), E (young modülü), B (Bulk Modülü) ve ν (poisson oranı) arasındaki ilişki eşitlik (4.7), (4.8) ve (4.9)' da olduğu gibidir (Aymak, 2007).

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (4.7)$$

$$E = \frac{9BG}{3B+G} \quad (4.8)$$

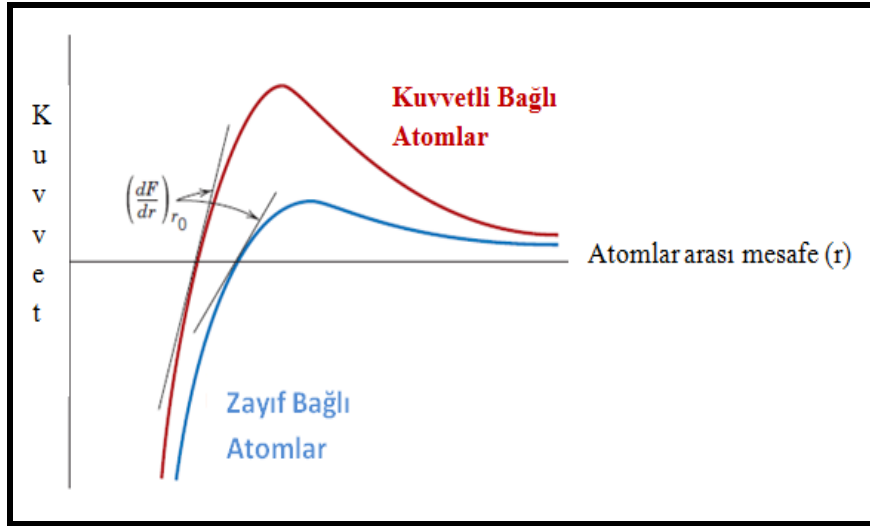
$$\nu = \frac{3B-2G}{6B+2G} \quad (4.9)$$

Atomik ölçekte, makroskobik elastik zorlanma atomlar arası bağların gerinmesinde ve atomlar arası mesafede meydana gelen küçük değişimler olarak ifade edilir. Sonuç olarak, elastiklik modülünün büyüklüğü komşu atomların ayrılmaya karşı gösterdiği direncin (yani atomlar arası bağ kuvvetlerinin) bir ölçüsüdür. Elastiklik modülü atomlar arası kuvvetin atomlar arası ayrılmaya karşı çizilen grafiğin eğimiyle orantılıdır (Eşitlik 4.10).

$$E\alpha \left(\frac{\partial F}{\partial r} \right)_{r_0} \quad (4.10)$$

Atomlar arası bağ kuvveti itici ve çekici kuvvetlerin bir bileşkesidir. Bir maddenin atomları arasında var olan bağ kuvveti ne kadar büyük olursa atomları arasında meydana gelecek ayrılma o kadar küçük, maddenin elastiklik modülü de o kadar büyük olacaktır. Yani güçlü bağ kuvvetine sahip maddelerin esneklik modülü zayıf bağlanmış maddelerin esneklik modülüne göre daha büyüktür (Şekil 4.4).

Maddelerin bir kuvvet altında elastik davranışı atomlar arası mesafe ve bağ kuvvetleri ile açıklanır. İki atom arasındaki etki ve tepki kuvvetleri göz önüne alındığında denge konumunda atomlar arasındaki kuvvetler çok küçük mertebededir. Atomlar birbirine yaklaştıkça değerlik elektronları birbirinin elektron gaz bulutuna girerler. İyonlar birbirine yaklaştıkça, elektronların iyon merkezinden olan ortalama uzaklığı azalır. Bir iletken kristalde iyonlar pozitif yüklü, elektronlar negatif yüklü olduklarından elektronların ve iyon merkezlerinin arasındaki mesafe azaldıkça sistemin potansiyel enerjisi azalır. İyonlar ve elektronlar birbirine yaklaşırken aralarında aynı oranda olmayan itici ve çekici kuvvetler oluşur. Bunların arasındaki net kuvvet bu kuvvetlerin bileşkesidir (Baradan, 2009).



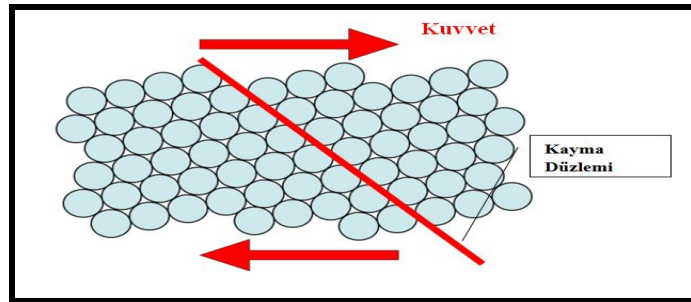
Şekil 4.4 Zayıf ve güçlü bağlı atomlar için kuvvet-atomsal mesafe grafiği.

4.3.2 Plastik Şekil Değişirme

Atomik açıdan, plastik deformasyon atomların komşularıyla yapmış olduğu bağları kırıp ve birbirine göre görece olarak hareket eden çok sayıda atomlarla ya da moleküllerle yeniden bağ oluşturmaktır. Malzeme üzerine uygulanan kuvvet kaldırılması bile atomlar eski haline dönemezler. Plastik deformasyon mekanizması kristaller ve amorf yapıları malzemeler için farklıdır. Kristal yapıları olmayan katılarda (sıvılar) plastik deformasyon bir viskoz akış mekanizması ile gerçekleşir. Amorf yapıları cisimlerin şekil değiştirmeleri de kristal yapılarda olduğu gibi iç yapıya ve iç yapı türüne büyük ölçüde bağlıdır.

Kristal yapıları katılarda plastik deformasyon, kayma etkisinde hareket eden dislokasyonlar tarafından oluşturulur. Atomların kristalografik düzlemleri üzerindeki dislokasyonlar tüm kristalografik yönlerde aynı kolaylıkla hareket etmezler. Çok kristalli malzemelerde her tane etrafındaki komşu tanelere tane sınırı ile bağlı olduğundan serbestçe hareketi imkansızdır. Herhangi bir malzemede taneler rastgele dizilmişlerdir. Yani her bir tanedeki kristal doğrultusu farklı yönlere sahiptir. Bu nedenle plastik deformasyon en uygun yönlendirilmiş tanelerde başlar (Aksoy ve Önel, 1990).

Normalde bazı özel doğrultular boyunca dislokasyonların meydana geldiği tercih edilmiş bir düzlem vardır. Bu düzlem kayma düzlemi denir ve bu düzlem kayma yönü olarak adlandırılan hareket doğrultusunu izler. Belirli bir kristal yapı için kayma düzlemi en yoğun düzlemsel yoğunluğa sahip düzlemdir. Yani atomların en yoğun yerleştiği düzlemdir. Kayma yönü ise bu kayma düzlemi içerisinde atomların birbiriyle sıkıca yerleştiği en yüksek lineer yoğunluklu doğrultudur (Callister, 1940).



Şekil 4.5 Kristal yapıları bir metalde kayma düzlemi.

BÖLÜM BEŞ

SERTLİK

Maddenin mekanik özelliklerinden biri sertliktir. Sertlik; katıların bileşiğiyle ve yapısıyla sıkıca ilişkili mekaniksel bir parametredir. Maddenin içsel bir özelliğidir. Sertlik yaygın olarak kalite kontrolü ve göreceli performans parametresi olarak kullanılan bir özelliktir. Cisimlerin kalıcı deformasyona (çizilmeye, iz oluşumu vb.) karşı gösterdikleri direnç "sertlik" olarak bilinmektedir (Askeland, 2010). Bir maddenin sertliği sert bir cisimle çizilerek ya da kesilerek bulunabildiği gibi çoğunlukla kolay uygulanabilir olduğu ve yıkıcı etkileri olmadığı için iz bırakma yöntemi kullanılarak bulunur.

Sertlik bağıl bir kavram olup, sertlik derecesinin saptanması sertliği bilinen bir referans madde (sertleştirilmiş çelik, tungsten karbür, elmas) kullanılarak belirlenebilir. Bu yöntemde belirli bir kuvvet altında sert bir girinti (elmas piramid, vb.) ucu maddenin üzerine kalıcı bir iz bırakır. Uygulanan yük ile girinti boyutu arasında ilişki kurularak maddenin sertliği hesaplanabilir.

Bir cismin sertliğinin bilinmesi bize maddenin kökeni ve diğer özellikleri hakkında bilgi verir. Örneğin, sertlik maddenin işlenebilme özelliğini gösterebilir. Genellikle sertlik ile işlenebilme özelliği arasında ters bağıntı vardır. Diğer bir deyişle, sert maddeleri işlemek zordur (Askeland, 2010). Mikrosertlik her zaman ölçülen bir mekaniksel karakteristik değil aynı zamanda yapısal parametrelerin bir araştırma yöntemi olarak gelişmektedir. Bu yüzden sertlik deneyleri bir maddeyi karakterize etmede çok önemli olmuştur (Giannakopoulou, 1999).

Sertliğin ölçümü, hangi sertlik testinin kullanıldığına bağlıdır. Bunun sonucu olarak birçok sertlik değerinden bahsedilmektedir. Bu sertlik birimlerini birbirine dönüştüren herhangi bir yöntem yoktur. Ancak sertlik, homojenlik çalışmalarında üretim kontrolü ve malzeme seçiminde çok önemli bir özelliktir. Sertlik testleri, diğer yapılan testler ile karşılaştırılınca daha az maliyetli olması ve temel olarak malzemeyi fazla tahrip etmemesi nedeniyle çok yaygındır. Sertlik değerleri deney

koşullarına çok bağlı olduğundan ancak aynı koşullar altında elde edilen sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmalıdır. Sertlik deneyleri basit ve tahribatsız olmasından dolayı malzemenin diğer özellikleri hakkında malzemeyi elden çıkarmadan fikir sahibi olunabilir.

Sertlik her ne kadar temel bir bilgi vermezken, çabuk uygulanan basit ve tahripsiz bir deney olduğundan, endüstride malzemelerin üretim kalitesinin belirlenmesi ve özellikle ısıl işlemlerin etkinliğinin kontrolünde çokça kullanılır. Ayrıca imalatın kalite kontrolünde ve kabul deneylerinde sertlik ölçümleri iyi bir fikir verir. Endüstride standardize edilmiş çeşitli sertlik deneyleri vardır. Cisimlerin sertliği ölçme yöntemleri üç gruba ayrılabilir.

5.1 Çizme Yöntemi ile Sertlik Tayini

Bu tip sertlik çizik sertliği olarak bilinir. “ Mohs sertlik” çizelgesine göre çeşitli mineraller birbirini çizme yeteneğine göre sıralanır. Bu skala 10 adet mineralin sertlik derecelerini sıraya konularak hazırlamıştır. En yumuşak mineralin çizik sertliği 1 en sert mineralin çizik sertliği 10 kabul edilir.

5.2 Sıçratma yöntemi ile sertlik Tayini

Silindirik elmas uçlu bir çekiç veya sert çelik bilye belirli bir yükseklikten malzeme üzerine düşürülür. Düşme sonunda geri zıplama yüksekliği elastik sertliğin bir ölçüsü olarak kabul edilir. Yumuşak malzemenin esneklik sınırı düşüktür. Bu nedenle daha çok enerji emer ve geri zıplama yüksekliği daha az olur. Bu sertlik derecesi ile lastikler ile plastiklerin sertlikleri ve metallerin esnekliği karşılaştırılır.

5.2.1 Shore Sertliği

Shore sertliğinin tayin için 20 g kütleli bir bilye, bir boru içersinden sertliği ölçülecek malzemenin üzerine düşürülür. Enerjinin küçük bir kısmı malzeme üzerinde şekil değiştirmeye harcanır. Sert malzemelerde bilyenin bırakmış olduğu iz

küçüktür. Enerjinin geri kalan kısmı bilyenin yukarı doğru geri sıçramasına neden olur. Geri sıçrama yüksekliği malzemenin sertliğinin bir ölçüsüdür.

5.3 Girinti (penetrasyon) ile Sertlik Tayini

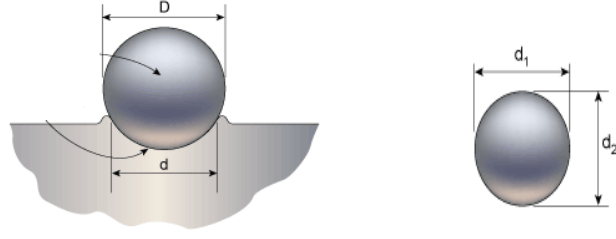
Bu yöntemde sertlik, malzemenin yüzeyine batırılan sert bir cisme gösterdiği direnç olarak belirlenir. Malzemenin sertliği yüzeyine bir uç batırılarak belirlenir. Genellikle küre, piramit ve koni şeklinde olan uç, sertliği ölçülecek malzemeden daha sert bir malzemeden yapılır. Örneğin, sertleştirilmiş çelik, volfram karbür veya elmas yaygın olarak kullanılan uç malzemelerdir. Standart sertlik deneylerinin çoğunda, yük, batıcı uç yavaşça malzeme yüzeyine dik olarak batırılır. Bir süre bekledikten sonra uç yüzeyden kaldırılır. Batma derinliği veya batma kesit alanı esas alınarak sertlik değeri hesaplanır (Smith, 2001). Kullanılan standart ucun biçimine, uygulanan yüke ve oluşan izin değerlendirme yöntemine göre farklı sertlik ölçme yöntemleri vardır.

5.3.1 Brinell Sertliği

Genellikle metaller için kullanılır. Ölçümde kullanılan girinti ucu sertleştirilmiş çelik bilyedir. Bilye çapı 2,5 mm, 5 mm, veya 10 mm dir. Fakat genellikle 10 mm çaplı bilye kullanılır. Uygulanan yük malzeme sertliğine ve örnek kalınlığına göre değişir. Bilye sertliği ölçülecek malzemenin üzerine belirli yüklerde batırılır. Bilye kaldırıldıktan sonra bilyenin malzeme üzerinde bırakmış olduğu izin çapı ölçülür. Brinell sertlik değeri (BSN)

$$BSN = \frac{F}{\left(\frac{D}{2}\right)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (5.1)$$

bağıntısıyla hesaplanır. Burada F uygulanan yük (kgf), D bilye çapı (mm) ve d iz çapı (mm)' dir. Buna göre brinell sertliğinin birimi kgf/ mm² cinsinden bulunur.



Şekil 5.1 Brinell girinti ucu.

5.3.2 Rockwell Sertliği

Brinell sertliği ölçümlerinde malzemede büyük bir iz oluşur. Bu nedenle daha duyarlı bir sertlik elde edilebilir. Diğer taraftan bu sertlik ölçümü malzeme yüzeyinde işlemeden ileri gelen hatalarından etkilenmez. Fakat deney yapılan parçayı zedelediği ve yavaş ölçme yaptığı için Brinell yerine Rockwell sertlik ölçme metodu daha çok kullanılır.

Çeşitli batıcı uç (elmas koni, 1/16 inç ve 1/8 inç çaplı çelik bilye) ve yüklere göre çeşitli Rockwell sertlik skalaları hazırlanmıştır. Değişik batıcı uçlarla farklı sonuçlar elde edilir. Bu nedenle Rockwell sertliği verilirken skalanın belirtilmesi gerekir. Rockwell sertlik derecesi $\text{Rockwell sertliği} = k - 500t$ bağıntısıyla bulunur. Burada t uç izi derinliği (mm), k ise sabit bir sayıdır (Gürü ve Yalçın,2006).

5.3.3 Vickers Sertliği

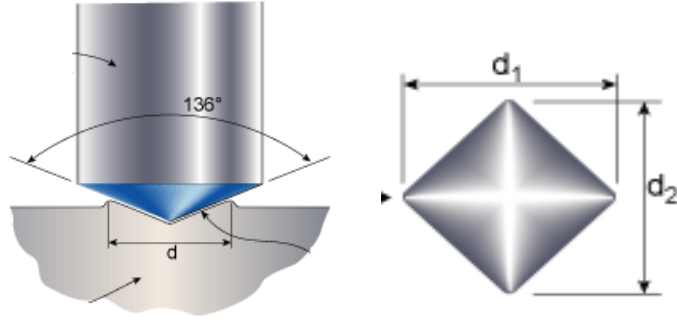
Bu yöntemde batıcı uç piramit biçiminde olup elmastan yapılmıştır. Piramidin tepe açısı 136° dir. Vickers sertlik deneyi söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında belirli bir süre batırılması ile oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir. Belirli bir yükte malzeme yüzeyine batırılan uç Şekil 25' de görüldüğü gibi bir dikdörtgen iz oluşturur.

Vickers sertlik deęeri

$$H_v = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{F}{d^2} \quad (\text{GPa}) \quad (5.2)$$

baęintısı ile elde edilir. Burada; P uygulanan yük olup, d ($d = \frac{d_1+d_2}{2}$) izin ortalama köşegen uzunluęudur.

Vickers sertlięi ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemlerinden biridir, özellikle araştırma amacı ile mikro ve nano boyuttaki sertlikleri ölçmeye elverişlidir (Aymak, 2007).



Şekil 5.2 Vickers girinti ucu ve iz şekli.

5.3.4 Knoop Sertlięi

Özellikle çok ince malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi ,Vickers sertlik testinden hem çentisinin geometrisi hem de sertlik tanımının özellięinden dolayı farklıdır. Knoop çentięi eşkenar dörtgen tabanlı piramid şeklindedir ve çentięinin zıt yüzeylerinin iki çifti arasındaki açılar eşit deęildir. Büyük açı $172^\circ 30'$ ve küçük açı 130° dir. Bir boyutu dięerinin yaklaşık 7 katı büyüklüęünde olan bir iz oluşturur.

Vickers sertlik ölçme deneyine göre daha düşük kuvvetler uygulanır. Malzeme üzerine uygulanan yük genellikle 1kgf 'dan daha küçüktür. Knoop sertlięi uygulanan yükün kalıcı izin temas yüzey alanına oranı olarak hesaplanır (Baradan,2009).

$$H_K = 14.229 \frac{F}{L^2} \quad (5.3)$$

bağıntısıyla knoop sertlik değeri hesaplanır. Burada L oluşan izin uzun köşegenin uzunluğudur.

BÖLÜM ALTI

YAPILAN ÇALIŞMALAR

1988 yılında A. Siwek ve arkadaşları (Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O) süperiletken ve paslanmaz çelik tozlarından elde edilen iki fazlı kompozit pelletlerle yapmış olduğu bir çalışmada sinterleme sıcaklığının ve çeliğin hacim kesrinin mekanik özellikler üzerine etkisini incelemişler. Sinterleme sıcaklığının ve çeliğin hacim kesrinin artmasıyla young modülü, E, ve elastik limit, R_c , değerinin azaldığını, sinterleme süresinin artmasıyla da elastik özelliklerin geliştiğini gözlemlemişlerdir. Aynı yıl Odeleye ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada da (Bi, Pb)SrCaCuO (BSCCO)'nun mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada gözenekli yapının elastik modüle, esneklik dayanımına, sertliğe ve kırılma tokluğuna etkisi araştırılmıştır. Elastik modülünün ve sertliğin gözenek hacmiyle yakın bir ilişki gösterdiği görülmüştür.

1999 yılında Michal R'abara ve arkadaşları çekme testini kullanarak mekaniksel davranışın Bi-2223 bantlarının süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisini incelemişler, belli bir zorlanma seviyesinden sonra kritik akımda küçük bir azalma meydana geldiğini görmüşlerdir. Bu seviyenin geçilmesi ile oksit seramik merkezlerin içinde geniş kırılmalar meydana geldiğini ve bu kırıkların da akımın akış yolunu etkilediğini açıklamışlardır.

Z.LU ve arkadaşları 2000 yılında yaptıkları bir çalışmada bükme ve çekme zorlarının Ag ve AgMn kaplanmış Bi-tabanlı bantların kritik akımları üzerine etkisini incelemişlerdir. Kritik akım değerleri uygulanan kuvvet değerinin artmasıyla azalmıştır. AgMn kaplı Bi- tabanlı bileşiklerin mekanik özellikleri daha iyi olduğu gözlenmiştir. Bi-2223 süperiletken bileşiklerin seçilen uygun kaplama materyali yardımıyla mekanik özellikleri geliştirilebileceği gözlenmiştir. Aynı yıl M.M. İbrahim ve arkadaşları $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_y$ bileşiğine Bi yerine Pb eklemiş ve Pb miktarının BSSCO süperiletkenlerin mikrosertliği üzerine etkisini incelemiştir. Bu çalışmada Pb miktarının belli bir değere kadar artmasıyla mikrosertlik değeri artmış

belli bir deęerden sonra mikrosertlięin azaldığı gözlenmiştir. Pb miktarı $x = 0,3$ deęerine ulaştığında en uygun deęerleri verdięi gözlenmiştir.

Khalil (2001), geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile $Bi_{2-x}Pb_xSr_2Ca_2Cu_3O_y$ ($x=0,0, 0,18, 0,22, 0,25, 0,3, 0,35$ ve $0,5$) süperiletkeni üretmişlerdir. Pb konsantrasyonundaki artma ile birlikte, Young modülü, akma mukavemeti ve sertlikte kademeli bir artışın olduğunu bildirmişler ve bu parametrelerin en yüksek deęerlerinin $x=0,3$ katkısında gerçekleştiğini bu deęerden sonra azalma olduğunu belirtmişlerdir. Bu sonuçları, taneler arası bağların mukavemeti ve malzemenin daha homojen bir yapıya sahip olmasıyla ilişkilendirmişlerdir. $x=0,3$ 'den sonraki katkılardaki azalmanın ise taneler arası zayıf bağlardan ileri geldiğini rapor etmişlerdir.

S.M.Khalil ve ark. 2005 yılında Bi-2212 sistemi üzerine ısıl işlem sıcaklığının etkilerini araştırmıştır. Bu araştırmada elde ettięi Vickers mikrosertlik deęerlerinin ısıl işlem sıcaklığının artmasıyla arttığını gözlemlemişlerdir.

2006 yılında U.Kölemen ve arkadaşları $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ seramięinin Sm (Samaryum) miktarına göre yüke baęlı görelilik mikrosertlik ve yükten baęımsız sertlik deęerlerini araştırmışlardır. Sm katkısıyla yüzeydeki gözeneklerin azaldığı ve buna baęlı olarak yükten baęımsız sertlik deęerleri Sm miktarının artmasıyla arttığını kaydetmişlerdir. S.M. Khalil aynı yıl $Bi_{1,82}Pb_{0,36}Sr_2Ca_2Cd_xCu_3O_y$ ($x = 0,0 - 0,55$) süperiletkenine deęişik oranlarda Cd (kadmiyum) ekleyerek yaptığı çalışmada Cd miktarının mekaniksel ve süperiletken özellikler üzerine etkisi incelenmiştir. Mekanik özellikler sinterlenmiş örneklerin mikrosertlik deęerleri ölçülerek karakterize edilmiştir. Cd miktarının belli bir deęere kadar artmasıyla ($x=0,35$) mikrosertlik deęeri arttığı ve belli bir deęerden sonra Cd miktarının artmasıyla mikrosertlik deęerinin azaldığı görülmüştür. Bu davranışın sebebi süperiletkenlerin tanecik anizotropisinden meydana gelen istenmeyen zorlanmaların rahatlamasına izin veren bir plastik- akış bölgesi sağlamasından kaynaklanabileceęi hatta Cd varlığı, süperiletkenler ve Cd parçacıkları arasında termal açılım uyumsuzluęundan dolayı süperiletkenlik matrisinde basınç gerilmeleri indükleyebileceğini ve süperiletkenlik

matrisindeki basınç gerilmeleri çatlakları sıkıştırabileceğini ve çatlak yayılımını önleyebileceğini ifade etmişlerdir.

M.B. Solunke ve arkadaşları (2007) $\text{Bi}_{1,7-x}\text{Ga}_x\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ ($x= 0,0-0,3$) süperiletken malzemelere Bi yerine Ga eklemiş sistemin elastik davranışını ultrasonik pulse iletim tekniği kullanarak belirlenmişlerdir. Ga (Gallium) miktarının artışıyla örneklerin atomik bağ dayanıklılığının dolayısıyla mekanik özelliklerinin arttığını gözlemlemişlerdir. K.halil ve diğer. (2007) Bi-2223 süperiletkenin vakumda sabit bir sıcaklıkta (850°C) ısıtma işlem süresini değiştirmiş, Bi-2223 süperiletken örnekleri üzerine mekaniksel ve fiziksel özelliklerini incelemiştir. Bu çalışmada ısıtma işlem süresinin artmasıyla sertlik değeri artmış, belli bir değerden sonra ise azalma görülmüştür.

M. Yılmazlar ve diğer 2007 yılında Au (altın) katkılamanın ve ısıtma işlem süresinin Bi–Pb–Sr–Ca–Cu–O’in mekaniksel özellikleri üzerine etkisini incelemişler. Deneysel verilerden elde edilenlere göre Au katkılama miktarı ve difüzyon ısıtma işlem süresinin artması süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını, Vickers sertliğini, young modülünü, akma dayanımını, kırılma tokluğunu arttırdığı ve tanecikler arası bağları kuvvetlendirdiği sonucuna varmışlardır.

2008 yılında Madre ve ark. tarafından sol- gel yöntemiyle hazırlanan ($\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$) süperiletken örneğine Ag eklenerek sistemin süperiletkenlik ve mekanik özelliklerini incelemişler. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar; Ag eklemenin oda sıcaklığındaki direnci, kritik akımı ve esneklik dayanımını arttırdığı ancak kritik sıcaklığı değiştirmediğini göstermiştir. Gümüş eklemek mekanik ve süperiletkenlik özellikleri geliştirmiştir. Aynı yıl A. Sedky Bi-2212 süperiletkenine Ca yerine nadir toprak elementinden Y, Gd, Nd, La eklemiş ve bu elementlerin sertliğin üzerine etkisini incelemiştir. Bu çalışmaya göre mikrosertlik değeri değişen Y, Ga, Nd, La miktarına göre lineer olmayan bir azalış göstermiştir.

H. Aydın ve ekibi 2009 yılında yapmış olduğu bir çalışmada $\text{Bi}_{1,8}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{2,1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ süperiletken seramiğine Gd ekleyerek sistemin mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmaya göre Gd miktarının artmasıyla kritik sıcaklık değeri (T_c), mikrosertlik (H_v), kırılma tokluğu (K_{Ic}), akma dayanımı değerlerinin azaldığı gözlenmiştir. Sisteme Gd girişi sistemin süperiletkenliğini ve mekanik özelliklerini olumsuz etkilediği görülmüştür.

2011 yılında Amira ve diğer. $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y\text{F}_x$ sistemine $x = 0, 0,2; 0,4$ ve $0,6$ oranlarında Flourin eklemiş ve sistemin süperiletkenlik, mekanik özelliklerini incelemiştir. Bu çalışmada $x=0,2$ katkılama oranına kadar sistemin Vickers mikrosertlik değerleri artarken bu değerden sonra hem süperiletkenlik hem de mekanik özelliklerinin bozulduğu görülmüştür.

Oztürk 2012 yılında yaptığı bir çalışmada $\text{Bi}_{1,8}\text{Pb}_{0,35}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{2,1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ süperiletken sistemine Fe difüze etmiş ve farklı difüzyon ısıl işlem sürelerinin süperiletkenlik ve mekanik özelliklerini nasıl etkilediğini araştırmıştır. Sistemin mekanik özelliklerini Vickers sertlik testini kullanarak incelemiş ve sistemin mekanik özelliklerini yüke bağlı ve yükten bağımsız olarak bulmuştur. Sistemin kritik geçiş sıcaklığı, c örgü parametresi, kritik akım yoğunluğu ve vickers sertliği Fe katkısı ve ısıl işlem süresi arttıkça artmaktadır.

Hermiz ve diğer. (2012), katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırladığı $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_{1,8}\text{Ba}_{0,2}\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ni}_x\text{O}_{10+\delta}$ ($x = 0; 0,8; 1, 2$) sisteminin mekanik özellikleri araştırılmış. Bi2223 süperiletken sisteminin Vickers mikrosertliği, young modülü, akma dayanımı, kırılma tokluğu ve yüzey enerji Vickers mikrosertlik testleri yapılarak değerlendirilmiş ve Ni katkısının artmasıyla sistemin mekanik özelliklerinin olumsuz etkilendiği görülmüştür.

Aşıkuzun ve ark. (2012) Bi-2212 süperiletken sisteme $0,1; 0,3; 0,5; 0,7$ ve $1,0$ % oranlarında Pr_2O_3 eklemiş ve sistemin yapısal, süperiletkenlik ve mekanik özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. Pr eklenmiş Bi-2212 sisteminin yüke bağlı ve yükten bağımsız sertlik değerleri geleneksel yöntem ve yarı deneysel teoriler

kullanılarak hesaplanmıştır. Bu sistemin yüke bağı ve yükten bağımsız sertlik değerleri Pr_2O_3 katkı miktarı arttıkça azalmıştır.

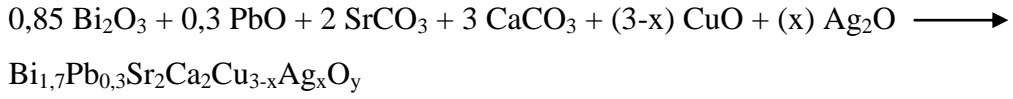
Literatürde katkılamanın, ısıl işlem sürecinin ve sıcaklığının süperiletken maddenin mikroyapısı, mekanik ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisini araştıran birçok çalışma yapılmıştır. Yapılan çalışmalara bakıldığında bazı katkı elementleri sistemin mekanik özelliklerini geliştirirken bazıları sistemin hem mekanik özelliğini hem de süperiletkenlik özelliklerini kötü etkilemiştir. Isıl işlem süresinin artması sistemlerin özelliklerini iyileştirmiştir. Ve sistem üzerine etkiyen kuvvetin değişmesi kritik akım değerini etkilemiştir.

BÖLÜM YEDİ

DENEYSEL YÖNTEMLER

7.1 $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ ($x=0,00$; $0,03$; $0,06$; $0,09$; $0,12$) Bileşiğinin Hazırlanması

$\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ seramik süperiletken örnekleri standart katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak sentezlendi. Ham madde olarak %99.99 yüksek saflığa sahip Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO ve Ag_2O tozları kullanıldı. Farklı katkılama oranlarında sisteme Cu yerine Ag_2O eklenerek beş farklı örnek oluşturuldu. Bu örnekler içerdikleri katkı miktarına bağlı olarak A ($x = 0.00$), B ($x = 0.03$), C ($x = 0.06$), D ($x = 0.09$) ve E ($x = 0.12$) şeklinde isimlendirildi.



Örnek A ($x=0,00$): $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$

Örnek B ($x=0,03$): $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2,97}\text{Ag}_{0,03}\text{O}_y$

Örnek C ($x=0,06$): $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2,94}\text{Ag}_{0,06}\text{O}_y$

Örnek D ($x=0,09$): $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2,91}\text{Ag}_{0,09}\text{O}_y$

Örnek E ($x=0,12$): $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2,88}\text{Ag}_{0,12}\text{O}_y$

Gerekli atomik oranlarına göre Tablo 7.1' de hesaplanan, ağırlıkları ölçülmüş tozlar doğrudan karıştırılıp öğütüldü. Öğütme işleminden sonra karışan tozlar 800°C sıcaklıkta 20 saat kalsine edildi. Bu süreçten sonra örnekler oda sıcaklığına soğutuldu. Kalsine edilmiş toz bileşikler iyice öğütüldükten sonra bu tozların her biri yaklaşık 4 ton basınç altında 13 mm çapında ve 1-1.5 mm kalınlığında tabletler haline getirildi.

Tabletleri sinterlemek; süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek ve kristal kusurlarını azaltmak için gereklidir. Bu nedenle hazırlanan tabletler, oda sıcaklığında

fırına yerleştirildi ve 5° C/dak. hızla 845°C'ye kadar ısıtıldı. Bu sıcaklıkta 100 saat bekletildikten sonra 5 °C/dak. hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

Tablo 7.1 Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr₂Ca₂Cu_{3-x}Ag_xO_y sistemimi için gerekli tozların ağırlık hesabı.

Örnek	x	Bi ₂ O ₃	PbO	SrCO ₃	CaCO ₃	CuO	Ag ₂ O
A(0,00)	0,00	3,9606	0,66959	2,9526	2,0018	2,38641	-
B (0,03)	0,03	3,9606	0,66959	2,9526	2,0018	2,362546	0,034761
C (0,06)	0,06	3,9606	0,66959	2,9526	2,0018	2,338682	0,069522
D (0,09)	0,09	3,9606	0,66959	2,9526	2,0018	2,314817	0,104283
E (0,12)	0,12	3,9606	0,66959	2,9526	2,0018	2,290954	0,139044
Toplam		19,8033	3,347985	14,763	10,009	11,69341	0,34761



Şekil 7.1 Örnek hazırlarken kullanılan ölçüm cihazları ve fırın.

7.2 XRD Ölçüm Yöntemi

Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr₂Ca₂Cu_{3-x}Ag_xO_y örneklerine ait X-ışını kırınım desenleri Rigaku D/Max-2200/PC diffractometresi ile 1,5418 Å 'lık bir dalga boyuna sahip CuK_α radyasyonu kullanılarak elde edildi. XRD ölçümleri (2θ) kırınım açıları 3° ile 60° arasında değişen geniş bir aralıkta tarandı. Tüm örnekler toz şeklinde öğütülerek X-ışını ölçümleri yapıldı. X-ışını ölçümleri kullanılarak örneklerin süperiletkenlik fazları, safsızlık fazları, örgü parametreleri ve kristal yapılarıyla ilgili bilgi edinilebilir. Tüm örneklere ait faz analizi X- powder programı ve Pdf2 veritabanı kullanılarak incelendi. Her bir örneğin belirgin H(hkl) ve L(hkl) yansımalarının pik şiddetleri kullanılarak Bi-2223 ve Bi-2212 fazlarının hacim kesirleri hesaplandı. Bi-

2223 ve Bi-2212 fazlarının hacim kesirleri eşitlik 7.1 ve 7.2 kullanılarak hesaplanmıştır (Bilgili ve diğer, 2008).

$$Bi - 2223(\%) = \frac{\sum I_{H(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \times 100 \quad (7.1)$$

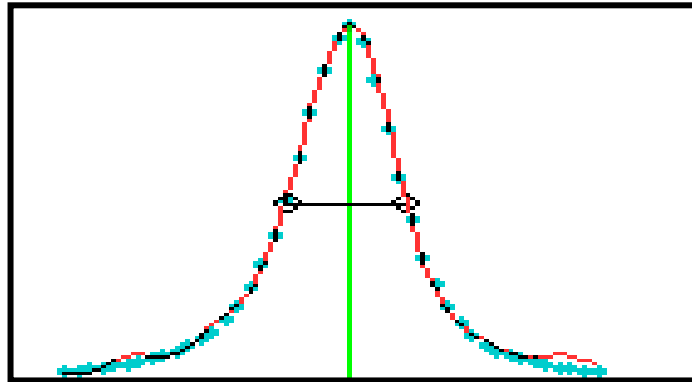
$$Bi - 2212(\%) = \frac{\sum I_{L(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \times 100 \quad (7.2)$$

Bu formülde $\sum I_{H(hkl)}$ ve $\sum I_{L(hkl)}$ sırasıyla Bi-2223 ve Bi-2212 fazları için (hkl) kırınım çizgilerinin şiddetleridir (Bilgili, 2008).

Örneklerin XRD desenlerini kullanarak aynı zamanda tanecik boyutlarını elde edebiliriz. Süperiletken örneklerin tanecik boyutlarını scherrer formülünü kullanarak hesaplayabiliriz (Eşitlik 7.3) (Ozturk, Terzioğlu ve diğer., 2011) .

$$D = \frac{0.9\lambda}{B(\text{radyan})\cos(\theta)} \quad (7.3)$$

Burada D; ortalama tanecik boyutu, λ ; ölçümde kullanılan X-ışınının dalga boyu, B, (Şekil 7.2) kırınım deseninde görülen maksimum şiddete sahip piklerinin yarısında, pikin çizgi genişliğidir (FWHM) ve θ Bragg açısıdır.



Şekil 7.2 Pik deseninin yarı genişliği (FWHM).

7.3 AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Yöntemi

Süperiletken bir maddenin iki ayırt edici özelliği vardır. Biri belli bir kritik sıcaklığın altına soğutulduğunda sıfır direnç göstermesi diğeri ise kritik sıcaklık ve kritik manyetik alan değerlerinin altında mükemmel diyamanyetik özellik sergilemesidir.

$\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ ($x=0,00; 0,03; 0,06; 0,09; 0,12$) seramik sistemlerin manyetik alınganlık değerlerinin sıcaklıkla değişimi incelendi. Örneklerin manyetik alınganlıkları, laboratuvarımızda bulunan kriyostat, Lock-in Yükseltici (Model 830 SR DSP Lock in Amplifier), Lock Share (331 Temperature controller), Vakum, Kompresör ve Bilgisayardan oluşan sistem ile ölçüldü (Şekil 7.3). Manyetik alınganlığı belirlerken kullandığımız bilgisayar programı ise LabView'dır. Bu sistem çeşitli frekanslarda ve manyetik alan genliklerinde (şiddetlerinde) alınganlık ölçümü yapmamıza olanak sağlar ve aynı zamanda alınganlığın reel ve sanal kısımlarını ölçebiliriz.

Dikdörtgen çubuk şeklinde kesilen örneklerin ölçümleri 30-150 K sıcaklık aralığında (30 K sıcaklıktan başlayarak dakikada 3 K artırılarak 150 K'e çıkartılmıştır) yapıldı. Her bir örneğin T_c^{onset} ve T_c^{offset} belirlemek için 1000 Hz frekanslı AC manyetik alanın genliği 2 Oe olarak ölçümlerimizi gerçekleştirdi.



Şekil 7.3 Ac manyetik alınganlık ölçüm cihazı.

7.4 SEM Ölçümü

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri birbirlerine zayıf bağlarla bağlanmış tanecikli yapıya sahiptirler. Zayıf bağlar tanecik sınırlarındaki düzgün olmayan yönelimler, boşluklar, oksijen eksikliği ve bileşimdeki değişimlerden kaynaklanır. Süperiletken yüzeyinde meydana gelen, kırıklar, çatlaklar, tortular, süperiletken olmayan safsızlıklar ve daha düşük geçiş sıcaklığına sahip süperiletkenlik fazları yani zayıf bağlar hakkında örneğin yüzey morfolojisi incelenerek bilgi edinilebilir. Taramalı Elektron mikroskopu ile yapılan SEM analizleri bize malzemelerde ısıl işlem süresince meydana gelen değişiklikleri yani, kristal büyümesi, atomik oranlar ve kristal yapısı gibi özellikler hakkında ayrıntılı bilgi sağlamaktadır.

Ag katkılı ve katkısız örneklerin yüzey morfoloji görüntüleri JEOL JXA 733 taramalı elektron mikroskobu (Scanning electron microscope) Süperprob cihazı ile alınmıştır. Mikrofotoğrafların büyütmesi X2000'dir.

7.5 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri

Süperiletken seramiklerin sertlik ölçümleri oda sıcaklığında Mitutoyo dijital mikrosertlik test cihazı (HM-200 serisi) (Şekil 7.4) kullanılarak yapılmıştır. Cihazın girinti ucu piramidal uç şeklinde olup uygulayabildiği kuvvet aralığı 0,4903 mN ve 1960 mN aralığında değişmektedir. Cihaz iz ölçümünde kullanılmak üzere X10, X50, X100 büyütme üç objektife sahiptir.



Şekil 7.4 HM-200 serisi dijital Vickers mikrosertlik cihazı.

Farklı yüklerde (0,245; 0,490; 0,980; 1,960 ve 2,940 N) bir Vickers piramidal uç 10 s boyunca seramik örnek üzerine batırılarak oluşturulan girintinin köşegen uzunluğu $\pm 0.1 \mu\text{m}$ hassasiyetle ölçüldü. Girintiler girinti köşegenin en az iki katı uzaklıkta olacak şekilde örnek yüzeyinin farklı kısımlarına yapıldı. Seramik yüzeyinin farklı yerlerinden alınmış 5 farklı ölçümün ortalaması alınarak her yük değeri için ortalama sertlik değerleri hesaplandı. Elde edilen girinti köşegen uzunluk değerleri hesaba katılarak Vickers Mikrosertlik (görelî sertlik) değerleri eşitlik (7.1) kullanılarak hesaplandı.

$$H_v = 1854.4 \left(\frac{F}{d^2} \right) \text{ (GPa)} \quad (7.1)$$

Burada F uygulanan test yükü olmak üzere birimi Newton, d girinti izinin köşegen uzunluğu birimi ise μm ' dir ($d=(d_1+d_2)/2$).

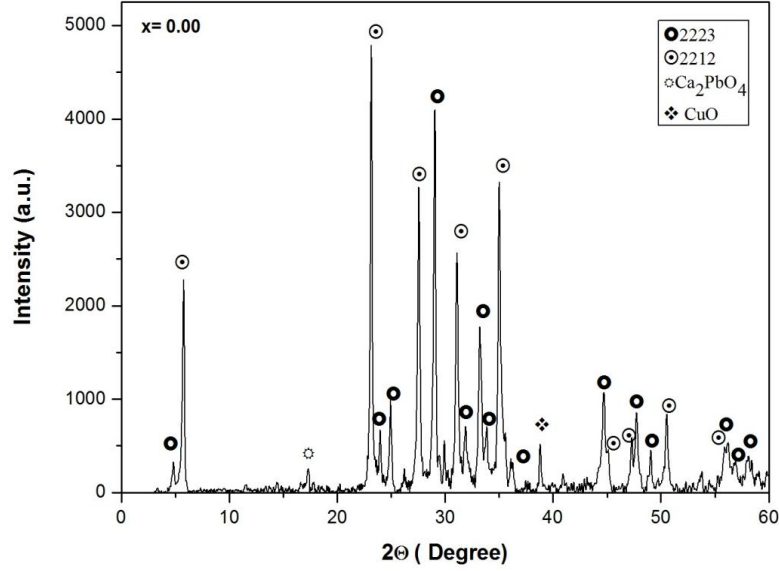
BÖLÜM SEKİZ

DENEYSEL SONUÇLAR VE BULGULAR

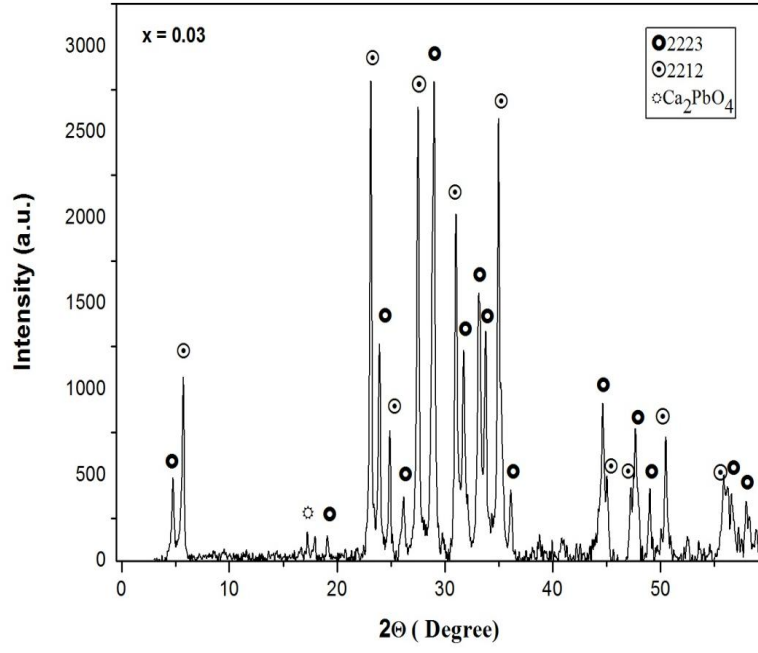
8.1 XRD Ölçüm Sonuçları

Kristal yapıya sahip olan malzemelerin yapısal analizlerinde X-ışınları kırınım desenleri analizi önemli bir yer tutar. X-ışınları analizi, üretilen seramik örneklerin kristalleşme süreci ve bu süreçte ortaya çıkan kristal fazların ve safsızlıkların tanımlanmasında büyük yararlar sağlar.

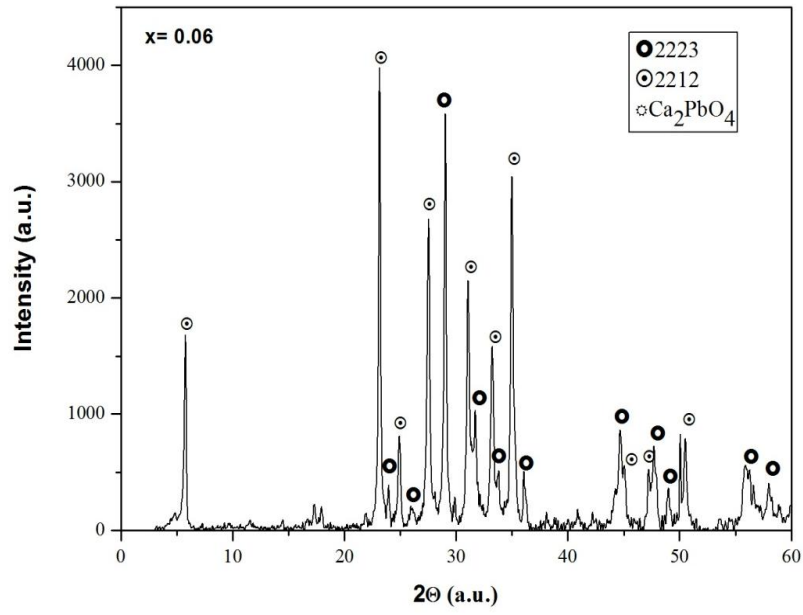
Şekil (8.1- 8.5)'de katihal tepkime yöntemiyle hazırlanan ve 845 °C'de 100 saat sinterlenen $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ ($x = 0,00; 0,03; 0,06; 0,09; 0,12$) seramik örneklerine ait X-ışınları kırınım desenleri yer almaktadır (süperiletken fazlar ve safsızlık fazları bu desenler üzerinde işaretlenmiştir).



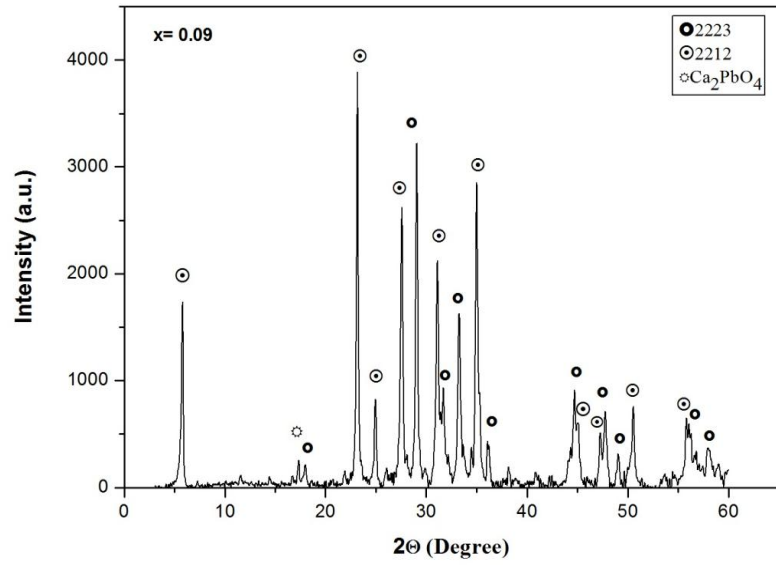
Şekil 8.1 $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ($x=0.00$) örneği için XRD deseni.



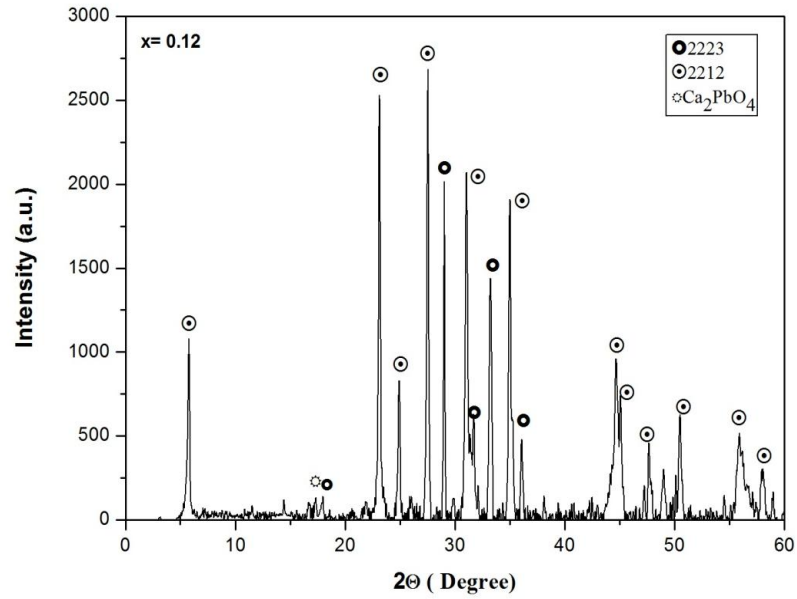
Şekil 8.2 Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu_{2.97}Ag_{0.03}O_y (x=0.03) örneği için XRD deseni.



Şekil 8.3 Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu_{2.94}Ag_{0.06}O_y (x=0.06) örneği için XRD deseni.



Şekil 8.4 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.91}\text{Ag}_{0.09}\text{O}_y$ ($x=0.09$) örneği için XRD deseni.



Şekil 8.5 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.88}\text{Ag}_{0.12}\text{O}_y$ ($x=0.12$) örneği için XRD deseni.

Analizlerden elde edilen sonuçlara göre hazırlanan Cu yerine Ag katkılı $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ süperiletken örnekleri yüksek-Tc (Bi-2223) ve düşük-Tc (Bi-2212) fazlarını bir arada barındıran çok fazlı bir yapıya sahiptir ve bu örneklerde ana faz Bi-2223 fazıdır. BPSSCO sistemine ait karakteristik pik olan H(002) ve L(002) pikleri yaklaşık $2\theta = 4,8^\circ$ ve $2\theta = 5,76^\circ$ açılarında rahatlıkla görülmektedir.

L(002) ve H(002) fazlarına ait en yüksek şiddet değerleri A örneğindedir (Şekil 8.1). H(002) karakteristik pikinin şiddeti Cu yerine katılanan Ag miktarının artmasıyla azalmıştır. $x=0,06$ katkılı örnekten sonraki örneklerde bu pik artık görülmemektedir. C ve D örneklerinde Bi-2223 fazına ait piklerin şiddetleri gittikçe düşmüş ve bu faza ait bazı pikler kaybolurken baskın pik artık Bi-2212 fazına ait pikler olmuştur. BSSCO sistemine ait fazlar en çok $2\theta=15^\circ-40^\circ$ aralığında görülmektedir. Tüm örneklerde gözlenen en belirgin pikler; L(008) yaklaşık $2\theta=23,16^\circ$, L(115) yaklaşık $2\theta=27,56^\circ$, H(0012) yaklaşık $2\theta=29,04^\circ$ ve L(0012) yaklaşık $2\theta=35,02^\circ$ açılarında görülmektedir. Tüm örneklerde gözlenen L(008) piki en yüksek şiddet değerine sahiptir. H(0012) pikinin en büyük değeri A örneğinde görülmektedir. XRD grafiklerinden görüldüğü üzere B örneği haricinde Ag_2O katkısı arttıkça H(0012) pikinin şiddeti azalmaktadır. Aynı zamanda Ag_2O katkısı arttıkça Bi-2223 ve Bi-2212 fazına ait piklerin şiddetleri azalmıştır.

XRD ölçümleri aynı zamanda safsızlık fazları hakkında bilgi edinmemizi sağlar. $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_2Cu_{3-x}Ag_xO_y$ örneklerinde görülen safsızlık fazları CuO ve Ca_2PbO_4 fazlarıdır. Katkısız örnekte $2\theta=38,8^\circ$ açısında CuO fazı görülmektedir bu faz katkılı örneklerde gözlenmemektedir. Diğer bir safsızlık fazı olan Ca_2PbO_4 fazı tüm örneklerde $2\theta=17,32^\circ$ açısında görülmektedir. A, C ve D örneklerinde Ca_2PbO_4 fazına ait piklerin en yüksek şiddet değerlerini almaktadır.

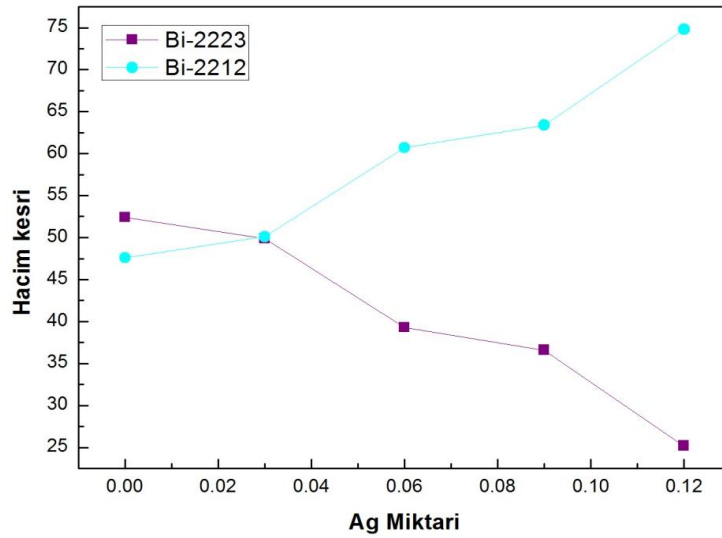
En küçük kareler yöntemini kullanarak XRD verilerinden sistemin örgü parametrelerini hesapladık. Katkısız örnekle karşılaştırıldığında Ag katkılı örneklerde c örgü sabitinin değerinin azaldığı görülmektedir. Bu sonuç $x=0,03$ katkıdan sonra sistemin düşük sıcaklık fazına kaydığını gösterir.

Örneklerin görelî hacim kesirleri ve tanecik boyutları Tablo 8.1’de özetlenmiştir. Şekil 8.6’ da görüldüğü üzere Bi-2223 fazının hacim kesri artan katkı oranıyla azalırken, Bi-2212 fazına ait hacim kesri artmıştır. Örneklerin tanecik boyutları Scherrer formülü kullanılarak hesaplanmış. Buna göre ana yansımaların kristal boyutu sırasıyla A, B, C, D, E için 35,4 nm, 35,733 nm, 36,875 nm, 37,375 nm, 43,9 nm’ dir. Bu sonuç örneklerin SEM analizi ile de desteklenmektedir. Tüm örneklerin

birim hücresi ortorombik kristal yapıya sahiptir. $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ ($x=0,00-0,12$) örneklerinin birim hücre boyutları Tablo 8.1’ de verilmiştir. Ag katkısının artmasıyla, c parametresinin değeri önemli oranda azalırken a parametresinin değeri artmıştır. Oksijen elementleri bizmut oksit (Bi_2O_3) tabakasına yerleşerek a örgü parametresinde bir artış ve c örgü parametresinde bir azalışa neden olacağı düşünülebilir. Bu sonuçlar bize şunu göstermektedir; sisteme Cu yerine yerine dahil edilen Ag_2O miktarının artışıyla süperiletkenlik örneklerin yapısal özellikleri bozulmuştur.

Tablo 8.1 Örneklerin hücre parametreleri, Bi-(2223) ve Bi-(2212) fazlarının hacim kesirleri ve tanecik boyutları.

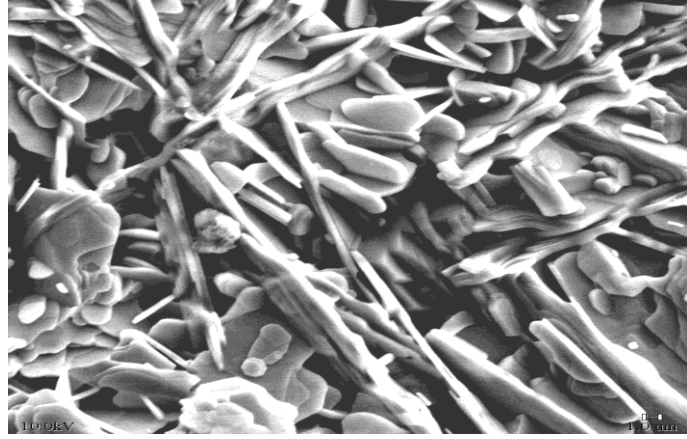
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Kristal yapı	Faz Oranı (%) 2223	Faz Oranı (%) 2212	Scherrer Tanecik boyutu (nm)
A	5.3990	5.4130	37.130	ortorombik	52.40	47.60	35.400
B	5.4084	5.4209	37.075	ortorombik	49.89	50.11	35.733
C	5.3890	5.4080	30.550	ortorombik	39.29	60.71	36.875
D	5.3946	5.3895	30.649	ortorombik	36.60	63.40	37.375
E	5.4070	5.4120	30.771	ortorombik	25.19	74.81	43.900



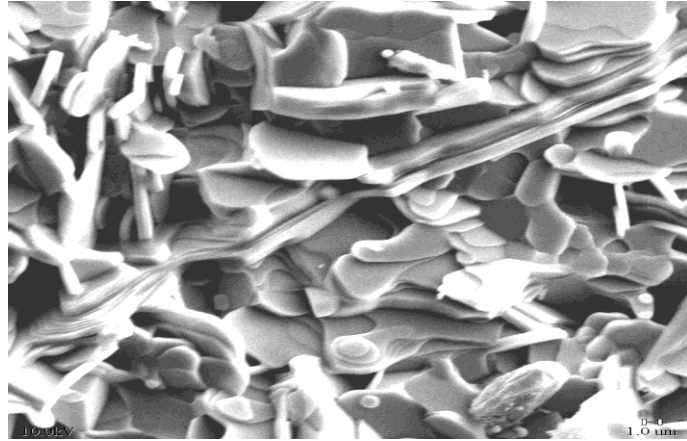
Şekil 8.6 Bi-(2223) ve Bi-(2212) fazlarının hacim kesirleri.

8.2 SEM Ölçüm Sonuçları

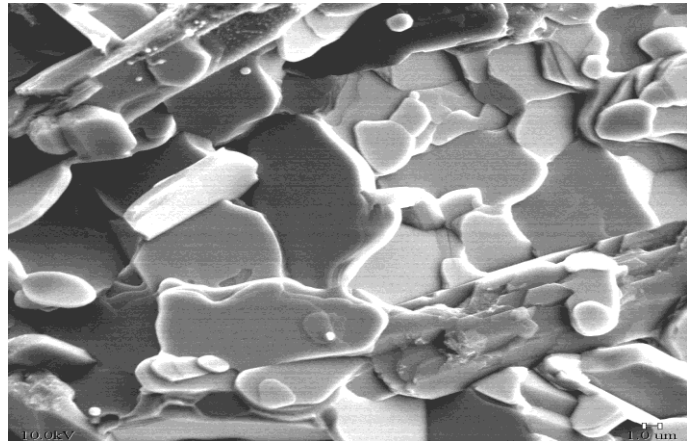
Örneklerin taramalı elektron mikroskop (SEM) fotoğrafları sırasıyla A, B, C, D, E örnekleri için Şekil 8.7, 8.8, 8.9, 8.10 ve 8.11' de verilmiştir.



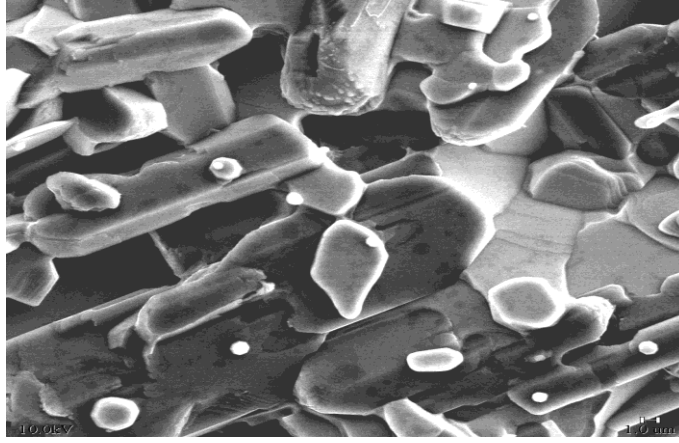
Şekil 8.7 Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu₃O_y (x=0.00) örneği için SEM görüntüsü.



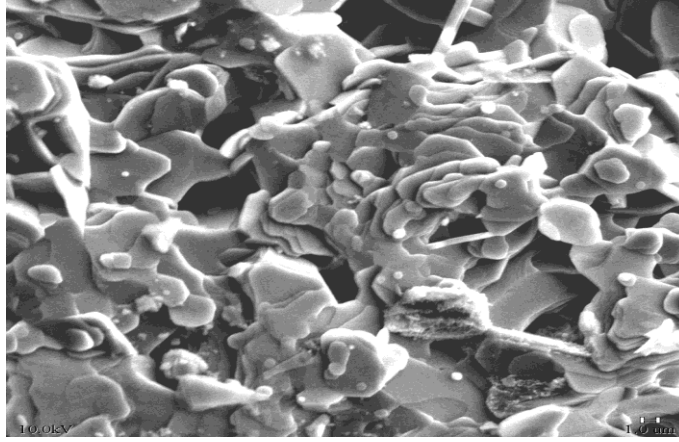
Şekil 8.8 Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu_{2.97}Ag_{0.03}O_y (x=0.03) örneği için SEM görüntüsü.



Şekil 8.9 Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu_{2.94}Ag_{0.06}O_y (x=0.06) örneği için SEM görüntüsü.



Şekil 8.10 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.91}\text{Ag}_{0.09}\text{O}_y$ ($x=0.09$) örneği için XRD deseni.



Şekil 8.11 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.88}\text{Ag}_{0.12}\text{O}_y$ ($x=0.12$) örneği için XRD deseni.

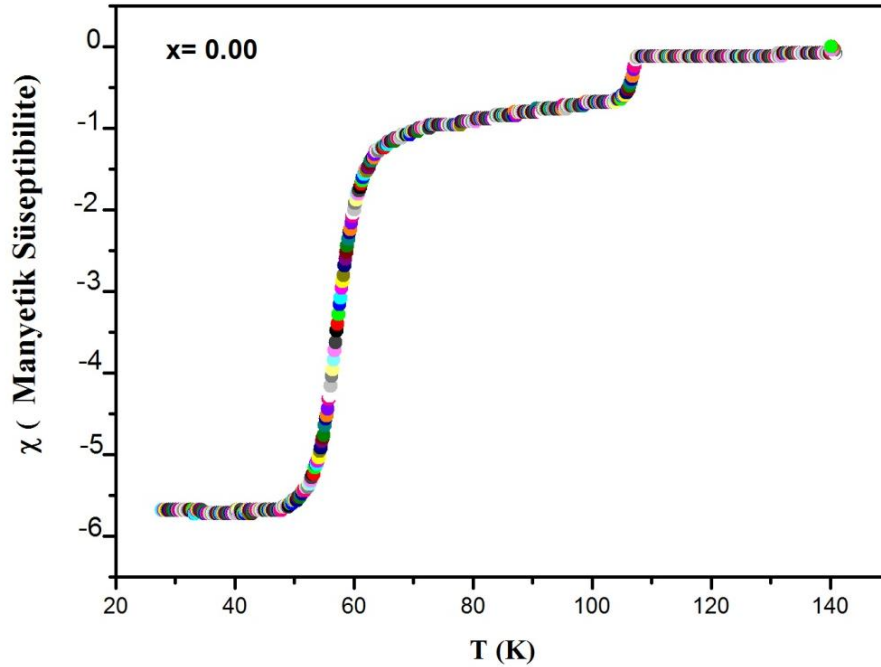
$\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ örneklerinin tanecik boyutlarını, tanecik sınırlarında meydana gelebilecek olası yığılmalarını ve yüzey morfolojilerini belirleyebilmek için SEM görüntülerinden yararlanırız. Katkısız örnekte (A) taneciklerin, Bi-2223 fazına ait olduğu düşünülen, iğne-tipi tanecik yapısı sergilediği gözlenmektedir (Öztürk, Cetinkara, Aşıkuzun ve diğer, 2011).

Şekil 8.8' de görüldüğü üzere katkısız A örneğinde iğne-tipi yapıda homojen bir oluşum ve oldukça az gözenekli yapı sergilenmektedir. A örneğinin yüzeyi düzgün ve yoğundur. A örneğinin tane boyutu katkılı örneklerin tanecik boyutuna göre daha küçüktür. Yani artan katkı oranıyla tanecik boyutunda meydana gelen artış gözle görülebilmektedir. Bunun aksine iğne-tipi tanecik oluşumu ise artan katkı oranıyla kaybolmuş ve tabaka-tipi tanecik oluşumu görülmeye başlanmıştır. Tabaka- tipi tanecik yapısının Bi-2212 fazına ait bir oluşum olduğu düşünülmektedir (Khalil,

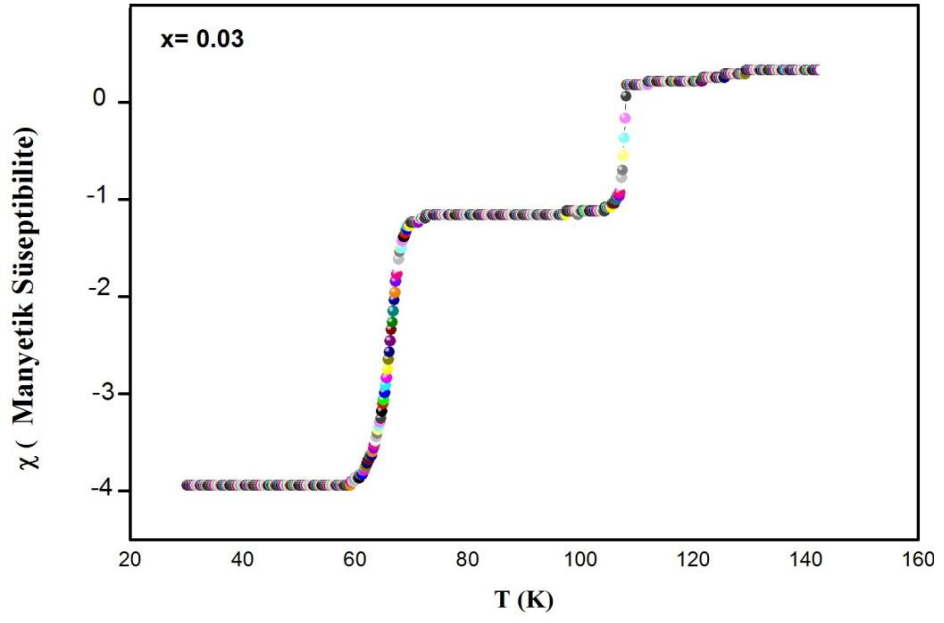
2001). SEM fotoğraflarından görüldüğü üzere, Ag katkılı örneklerin tanecikleri rastgele yönelmiş ve zayıfça bağlıdır. Artan katkı oranıyla, gözeneklilik miktarının ve safsızlık fazlarının artmaya başladığı görülmektedir. C, D ve E örnekleri büyük gözeneklere ve tabaka-tipi tanecik oluşumlarına sahiptir. Bu sonuçlar XRD sonuçlarından elde edilen sonuçlarla uyum içersindedir ve katkı miktarının artmasıyla örneklerin yüzey yapısının bozulduğu görülmektedir.

8.3 AC Manyetik Alınganlık Ölçüm Sonuçları

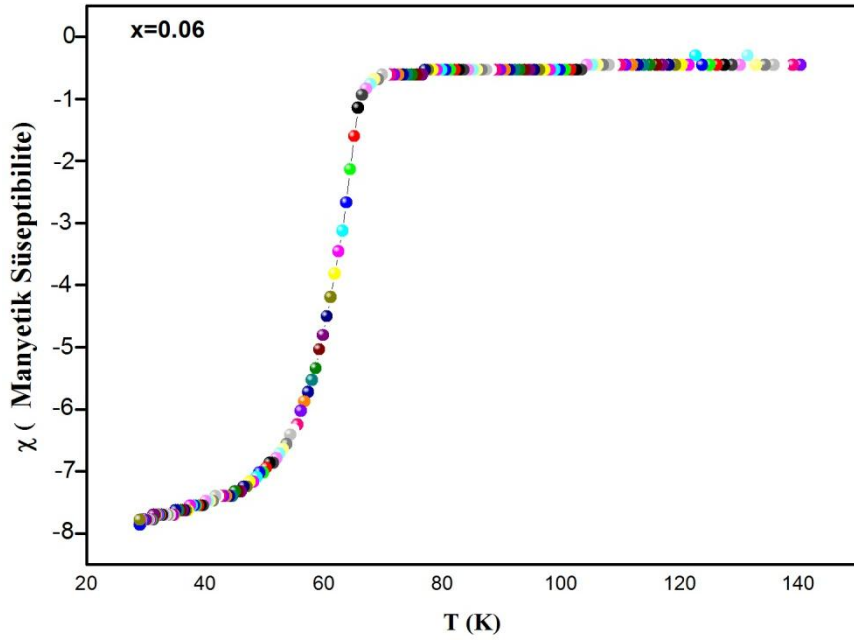
Tüm $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ süperiletken seramiklerin AC Manyetik süseptibilite- sıcaklık grafikleri şekil 8.12, 8.13, 8.14, 8.15 ve 8.16'da gösterildiği gibidir. Farklı örneklerin manyetik alınganlık değerlerinin farklı olması dışında tüm örnekler benzer davranış sergilerler. Değerlerin farklı olması örneklerin boyutlarının farklı olmasından kaynaklanmaktadır. Buna benzer bir davranış Gül ve diğer. 2006 yılında Bi (2223) sistemine farklı oranlarda Ag_2CO_3 katkılacağı örneklerde gözlenmiştir.



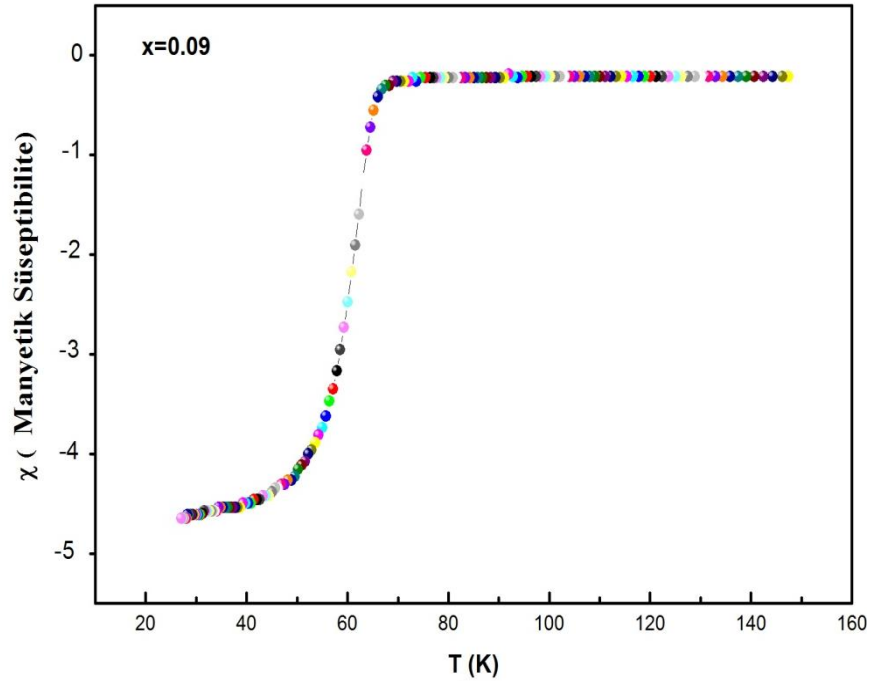
Şekil 8.12 $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Ac manyetik süseptibilite sıcaklık eğrisi.



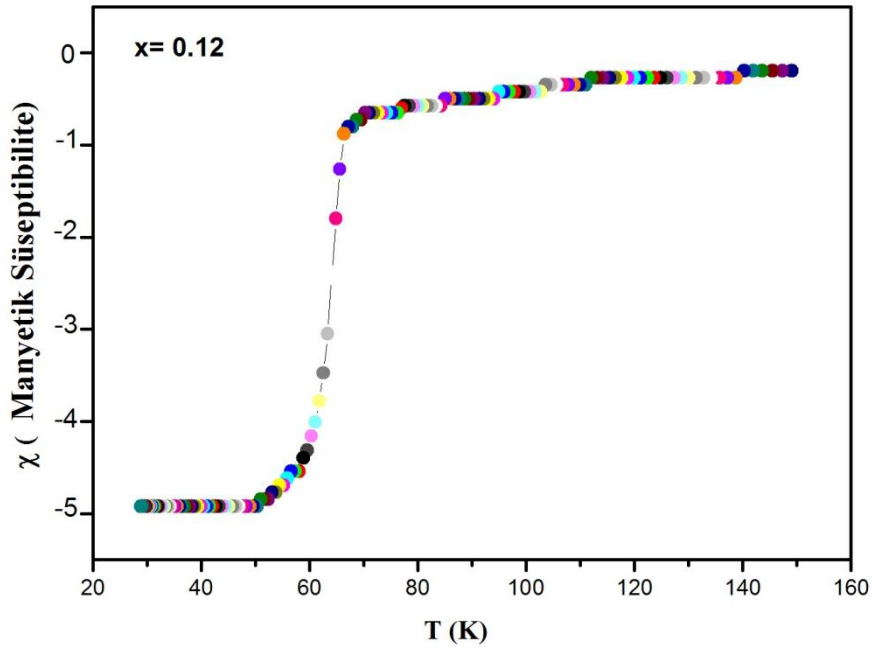
Şekil 8.13 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.97}\text{Ag}_{0.03}\text{O}_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi.



Şekil 8.14 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.94}\text{Ag}_{0.06}\text{O}_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi.



Şekil 8.15 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.91}\text{Ag}_{0.09}\text{O}_y$ Ac manyetik süseptibilite-sıcaklık eğrisi.



Şekil 8.16 $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{2.88}\text{Ag}_{0.12}\text{O}_y$ Ac manyetik süseptibilite- sıcaklık eğrisi.

A, B, C, D ve E örneklerinin sırasıyla T_c^{onset} sıcaklık değerleri 107,65 K, 108,25 K, 70 K, 72, 105 K, 70,274 K'dir. A ve B örneklerinde Şekil 8.12 ve 8.16'da görüldüğü üzere iki basamaklı geçiş gözlenir. Bu iki basamaklı geçiş BSCCO sisteminin tanecikli doğasından kaynaklanmaktadır. Yüksek sıcaklık bölgesinde görülen ilk adım tanecik içi bölgenin geçişidir. Sıcaklık T_c değerinin altına düşüncü

tanecikler manyetik alanı dışarlamaya başlarlar. Düşük sıcaklık bölgesinde görülen ikinci adım ise, tanecikler arası geçiştir. Sıcaklık değeri daha da düşmeye başladığında görülen ikinci geçiş aslında düşük- T_c fazının yoğunluğunu bize göstermektedir. Yani Kritik sıcaklığın hemen altında öncelikle tanecikler süperiletken olmakta ve ardından sıcaklık daha da düştüğünde tanecikler arası bölgeler süperiletken olmaktadır. Bu davranış BSSCO süperiletken örnekleri için literatürde yapılan bazı çalışmalarda da görülmektedir (Karaca ve diğer., 2003; Salamati ve diğer., 2010) . C, D ve E örneklerinde tek basamaklı bir geçiş görülür. Bu durum $x=0,06$ katkı değerinden itibaren Ag katkılama örneklerin tanecikler arası bağlarını geliştirmediğini gösterir (Bolat ve diğer.,1998).

8.4 Vickers Mikrosertlik Ölçümleri ve Değerlendirildiği Metodlar

Süperiletken bileşikler oldukça düşük esneklik ve yüksek kırılma dayanıklılığı sergilerler. Bu materyaller pratik uygulamalarını sınırlandıran zayıf mekaniksel özelliklere sahiptir. Mekanik özellikler yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin endüstriyel uygulamalarında dayanma gücü, kırılma tokluğu ve sertlik gibi mekanik özellikler kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu, kritik manyetik alan gibi süperiletkenlik özellikleri kadar önem taşır. Dolayısıyla süperiletken bileşikler üzerine yapılan çalışmalarda mekanik özelliklerini geliştirmek önemli bir araştırma alanı haline gelmiştir.

Bir maddenin sertliği sert bir cisimle çizilerek ya da kesilerek bulunabildiği gibi çoğunlukla kolay uygulanabilir olduğu ve yıkıcı etkileri olmadığı için iz bırakma yöntemi kullanılarak bulunur. Sertlik bağıl bir kavramdır ve bir malzemenin sertliği yine sertliği bilinen bir referans madde (sertleştirilmiş çelik, tungsten karbür, elmas) kullanılarak belirlenir. Mekanik özellikleri belirlemek için en yaygın yöntemlerden biri Vickers mikrosertlik testidir. Bu testten elde edilen sertlik değeri uygulanan yükün bir fonksiyonudur ve göreceli mikrosertlik olarak anılır.

Literatürde BSSCO süperiletken malzemelerin kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu gibi süperiletkenlik özelliklerini geliştirmek ve iyileştirmek için çok

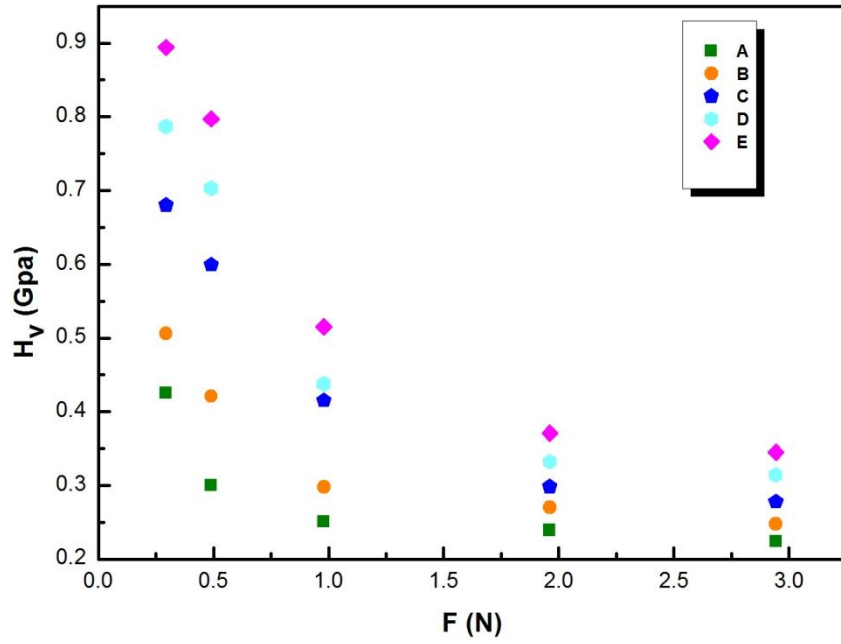
sayıda alıřmalar yapılmıřtır (Sedky, 2009; řakirođlu ve diđer., 2011). Ancak mekanik zellikleri geliřtirmek iin yapılan alıřmalar ise son yıllarda artmıřtır. Speriletken bileřiklerin ısıl iřlem sresi ve sıcaklıđı deđiřtirilerek veya katkılama yapılarak bu bileřiklerin mekanik zelliklerini geliřtirmeyi amalayan bazı alıřmalar mevcuttur (Uzun ve diđer., 2005; Szeri ve diđer., 2007; Khalil, 2007; Amira ve diđer.,2011; Awad ve diđer., 2011, ztrk, Terziođlu ve diđer., 2011).

Bi-tabanlı speriletken malzemeye Ag katkılamanın mekanik zellikler zerine etkisi incelemek iin Vickers mikrosertlik testi kullanılmıřtır. Speriletken malzemenin sertliđini hesaplamak iin test yknn (F) bir fonksiyonu olarak girinti izinin křegen uzunluđunu (d) llmřtr. Ve elde edilen verilere gre farklı ykler iin hesaplanmıř yke bađlı mikrosertlik deđerleri, Elastik modl, kırılma tokluđu ve akma dayanımı Tablo 8.2' de zetlenmiřtir.

Tablo 8.2 A, B, C, D ve E örneklerine ait uygulanan yükün fonksiyonu olarak H_v , E , Y ve K_{1c} değişimleri.

Örnek	Kuvvet (N)	H_v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K_{1c} (Pa/ m ^{1/2})
A	0,294	0,425	34,83	0,142	547,94
	0,490	0,300	24,59	0,100	460,40
	0,980	0,251	20,57	0,084	421,09
	1,961	0,239	19,59	0,080	410,93
	2,942	0,224	18,36	0,075	397,82
B	0,294	0,506	41,47	0,169	715,94
	0,490	0,421	34,51	0,140	653,10
	0,980	0,298	24,43	0,099	549,50
	1,961	0,270	22,13	0,090	522,99
	2,942	0,248	20,33	0,083	501,28
C	0,294	0,680	55,74	0,227	974,01
	0,490	0,599	49,10	0,200	914,16
	0,980	0,415	34,01	0,138	760,82
	1,961	0,298	24,43	0,099	644,82
	2,942	0,278	22,79	0,093	622,80
D	0,294	0,787	64,51	0,262	1093,03
	0,490	0,703	57,62	0,234	1033,01
	0,980	0,438	35,90	0,146	815,39
	1,961	0,332	27,21	0,111	709,88
	2,942	0,314	25,74	0,105	690,44
E	0,294	0,894	73,28	0,298	1205,16
	0,490	0,797	65,32	0,266	1137,82
	0,980	0,515	42,21	0,172	914,66
	1,961	0,371	30,41	0,124	776,35
	2,942	0,345	28,28	0,115	748,67

Tablo 8.2' den görüldüğü üzere Bi-2223 süperiletken malzemede Cu yerine Ag katkı arttıkça örneklerin mikrosertlik değerleri artmıştır. Ag katkı miktarı göz önüne alınmadan bir örneğe uygulanan yük miktarı arttıkça mikrosertlik değerleri lineer olmayan bir azalış sergilemektedir. Mikrosertlik değerinde olduğu gibi esneklik modülü (E), akma dayanımı (Y) ve kırılma tokluğu değerleri yüke bağlı olarak değişmektedir. Uygulanan yük arttıkça bu değerler azalmaktadır.



Şekil 8.17 A, B,C, D ve E örnekleri için yüklerle mikrosertliğin değişim grafiği.

Şekil 8.17, uygulanan yükün bir fonksiyonu olarak Vickers sertliğindeki değişimi göstermektedir. Tüm örnekler için mikrosertlik değerleri yüke bağlı (görelî) mikrosertlik değerleridir. Grafikten görüldüğü üzere artan Ag katkı oranıyla mikrosertlik değerlerinin arttığı gözlenmiştir.

Bi-2223 süperiletkenlerinde katkı miktarının artmasıyla Vickers sertliğinin arttığı gözlenmektedir (İbrahim ve ark., 2000; Yılmazlar ve ark., 2006; Khalil, 2007; Öztürk, 2012). 0,294- 2,942 N aralığında değişen yük miktarının artmasıyla mikrosertlik değerinde hızlı bir azalış gözlenmektedir. Bu davranışın sebebi zayıf tanecik sınırlarının dağılımıyla ilişkilendirilebilir. Hesaplanan mikrosertlik değerleri uygulanan yükün artmasıyla 1,961 N değerine kadar lineer olmayan bir şekilde düşüş gösterir. Bu değerden sonra doyuma ulaşma eğilimindedir ve mikrosertlik değerindeki değişim çok küçüktür. Bu bölge plato bölgesi olarak anılır ve örneklerin yükten bağımsız (gerçek) mikrosertlik değerlerine karşılık gelir. Bu çalışmada A (x=0,00) örneği için plato bölgesindeki gerçek sertlik değerleri $H_v = 0,239-0,224$ GPa, B için $H_v = 0,270-0,248$ GPa, C için $H_v = 0,298-0,278$ GPa, D için $H_v = 0,332-0,314$ GPa, E için $H_v = 0,371-0,345$ GPa aralığında değişmektedir.

Yükle değişen mikrosertliğin bu lineer olmayan davranışı literatürde Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O süperiletkenleri için gözlenmiş bir durumdur ve girinti boyut etkisi olarak anılmaktadır (ISE)(Nursoy ve diğer., 2008; Aydın ve ark., 2009; Terzioğlu, 2011; Cavdar ve ark., 2012). Bu etkiye göre büyük girinti kuvvetlerinde mikrosertlik değerleri küçük, küçük girinti kuvvetlerinde ise büyük mikrosertlik değerleri elde edilmektedir. Bu davranış Khalil (2001) tarafından büyük girinti kuvvetlerinde zayıf tane sınırlarının varlığının mikrosertlik değerini küçültmüş olabileceğini, küçük girinti yüklerinde ise ölçülen sertliğin büyük olması tanecik sınırlarından girişim olmaksızın tek kristal durumun göstergesi olarak atfedilmiştir.

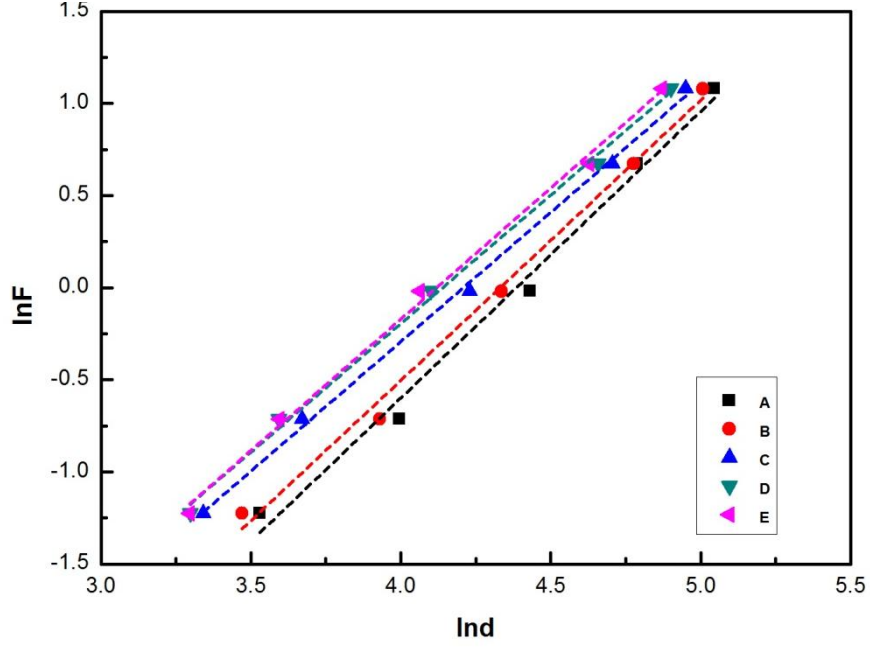
Literatürde girinti boyut etkisini araştıran birçok çalışma yapılmıştır. Sonuç olarak uygulanan test yüküyle girinti boyutunun değişimini tanımlamak için bazı yaklaşım ve modeller ortaya atılmıştır. Meyer yasası, Hays-Kendall yaklaşımı, elastik- plastik deformasyon modeli, enerji-denge yaklaşımı, orantısal örnek direnci modeli gibi deneysel ve yarı-deneysel denklemler önerilmiştir. Meyer yasası dışındaki tüm yaklaşımlar gerçek sertlik değerinin (yükten bağımsız sertlik değerinin) belirlenmesine katılır.

8.4.1 Meyer Kanunu

Girinti yük etkisini tanımlamak için kullanılan en yaygın deneysel denklem meyer yasasıdır. Dar bir girinti yük aralığında uygun sonuçlar verir.

$$F = Ad^n \quad (8.1)$$

n , kuvveti Meyer sayısıdır ve A sabiti standart sertlik sabitidir. Bu parametreler deneysel verilerden düzenlenmiş eğriden doğrudan bulunur. n değeri girinti boyut etkisinin bir ölçüsü olarak kullanılır. $n < 2$ olduğunda sertlik değeri azalan yüklerle artar. $n > 2$ olduğunda ise yük artıkça sertlik değeri de artar. $n_k = 2$ olduğunda ise sertlik uygulanan yükten bağımsızdır ve Kick yasasıyla $F = A_{1K}d^2$ verilir (Terzioğlu, 2011). Onitsch'e göre $1 < n < 1.6$ arasında ise materyal sert $n > 1.6$ olduğunda materyel yumuşaktır (Onitsch, 1947).



Şekil 8.18 Tüm örnekler için uygulanan yükün (lnF) köşegen (lnδ) ile değişimi.

Şekil 8.18'de grafiğinin eğimi n_k meyer numarası ile orantılıdır ve grafik eğrilerinin her birinin dikey kesişimi A_{IHK} standart sertlik sabiti ile orantılıdır. Lineer bağlanım analizi yoluyla Şekil 8.18'den elde edilen n_k , A ve R (bağlanım katsayısı) değerleri Tablo 8.3'de verilmiştir. Tablodan görüldüğü üzere her bir veri takımı iyi bir lineer bağlantı sergiler. R (bağlanım katsayısı) 0,99969-0,99682 aralığında değişmektedir. Grafikten elde edilen lineer bağlanım katsayısının yüksek olması PRS, MPRS ve Hays- Kendall yaklaşımını kullanarak deneysel verilerin mikrosertlik değerlerini hesaplamak için uygun olduğunu gösterir.

n_k değerleri 1,38 ile 1,59 aralığında değişmektedir. Elde edilen n_k değerleri 2 den küçüktür. Ag katkının artmasıyla n_k değerleri azalmaktadır. Elde edilen n_k değerleri örneklere uygulanan yükün artmasıyla örneklerin sertliğinin azaldığı gözlemini desteklemektedir. Elde ettiğimiz sonuçlara göre ($n < 2$), örnekler Kick yasasına uymaz. Kick yasası deneysel bir yasa olduğundan A_{IHK} parametresinin fiziksel anlamı hala bilinmemektedir. Kick yasası niteliksel olarak bizim verilerimizin girinti boyut etkisini açıklayabilir. Tüm bileşikler yüksek girinti yüklerinde doyuma ulaşır. H_v 'nin bu doymuş değeri mikrosertliğin yükten bağımsız değerine uyar. Bu yüzden

yüksek yük bölgelerinde deneysel verilerin tanımlanması için Meyer Yasası yeterli değildir.

Tablo 8.3Eşitlik 8.1'e göre deneysel verilerden elde edilmiş en iyi değerler.

Örnekler	lnA (Gpa)	Meyer numarası n_k	Lineer Bağlanım Katsayısı
A	-6,99821	1,59	0,99134
B	-6,55717	1,52	0,99969
C	-5,91609	1,41	0,99838
D	-5,73803	1,38	0,99682
E	-5,66820	1,38	0,99880

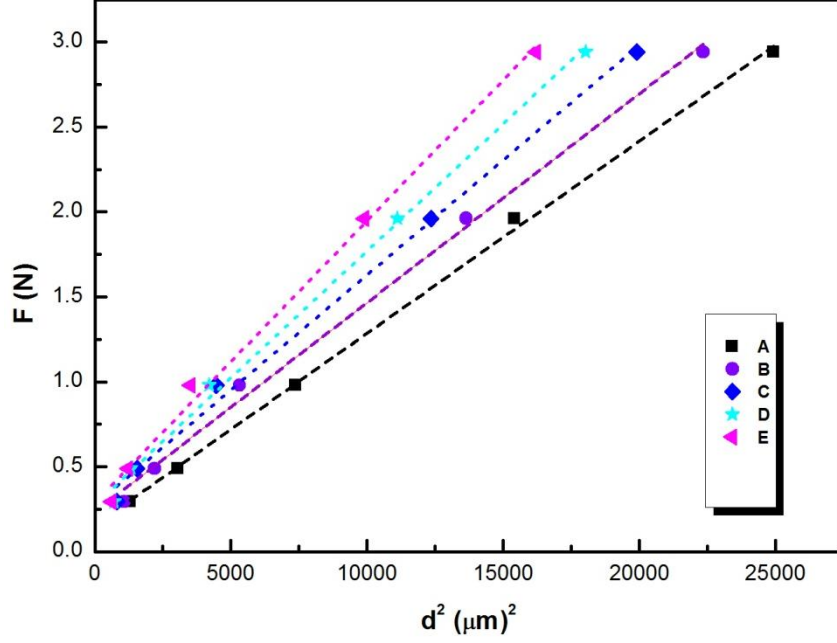
8.4.2 Hays-Kendall Yaklaşımı

Hays ve Kendall, çeşitli materyallerin mikrosertlik ölçümlerinde, uygulanan kuvvetler için kritik değerden daha düşük değerlerde sadece elastik deformasyon gözlenmediğini, aynı zamanda kritik değer üzerinde uygulanan yüklerde plastik deformasyon gözlendiğini öne sürmüşlerdir. Bu öneriden beş yıl önce Gane ve Bowden, çeşitli materyaller için, uygulanan girinti yükü belli bir kritik değere ulaşana kadar örneği delemediğini ve ancak bu kritik değer üzerinde uygulanan yüklerin aniden örnek yüzeyinde girinti oluşturduğunu gözlemlemişlerdir. Dahası, uygulanan yükün artmasıyla girinti boyutunun artmasına rağmen yük kritik değere ulaşana kadar boyut artmaz (Ozturk, Erdem ve diğer., 2013).

Girinti boyut etkisinin incelemek için, Hays Kendall bir girinti oluşturmak için minimum yük olarak isimlendirilen, W_{HK} , uygulanan test yükünün minimum seviyesinin varlığını ortaya atmışlardır. Kick yasasına etkili girinti yükünü $F_{eff} = F - W_{HK}$ eklemişlerdir. Bu yasa artık modifiye edilmiş Kick Yasası olarak anılır (Kölemen ve diğer., 2006).

$$F_{eff} = F - W_{HK} = A_{1HK}d^2 \quad (8.2)$$

Bu yaklaşım deneysel yolla elde edilen girinti iz boyutunun uygulanan yükün F yerine etkili yük $F_{\text{eff}} = F - W_{\text{HK}}$ ile orantılı olduğunu gösterir.



Şekil 8.19 Uygulanan yük - girinti izinin köşegen uzunluğunun karesi.

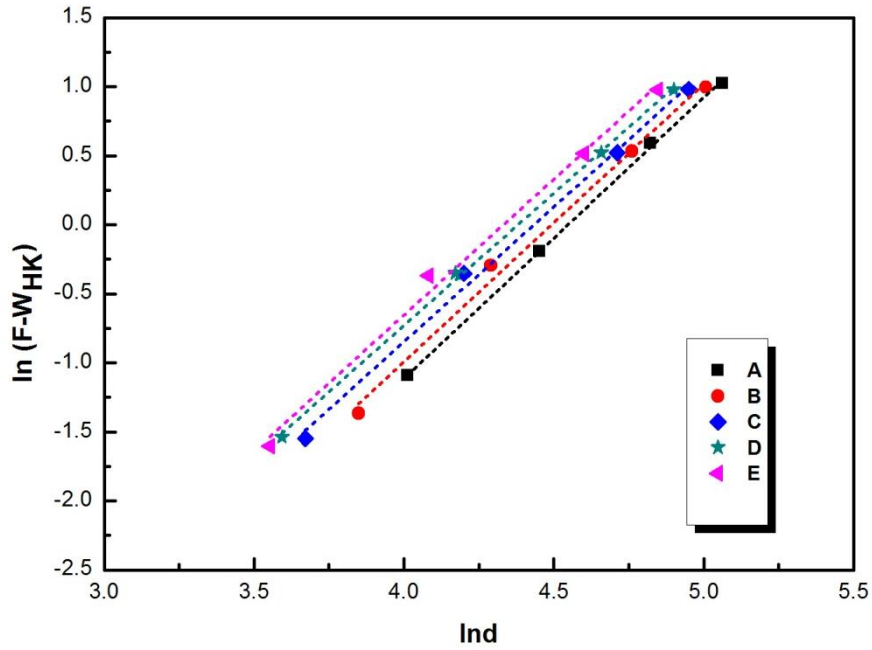
Şekil 8.19, tüm örneklerin köşegen uzunluğunun fonksiyonu olarak uygulanan yükü gösterir. Grafikten elde edilen değerler Tablo 8.4' de verilmektedir. Tablodan görüldüğü üzere her bir veri takımı iyi bir lineer ilişki sergiler. R (lineer bağlantım katsayısı) 0,99855-0,99354 aralığında değişmektedir. Her bir çizginin eğimi yükten bağımsız sertlik sabitine A_{IHK} ve her bir çizginin grafiğin dikey eksenini kesimi girinti oluşturmak için gerekli minimum yükü W_{HK} verir. W_{HK} ve A_{IHK} değerleri A_g katkının artmasıyla artmıştır. W_{HK} değerleri 0,155'den 0,289'a A_g katkının artmasıyla artmıştır. Pozitif W_{HK} değerleri, uygulanan yükün elastik ve plastik deformasyon yaratmak için yeterli olabileceği şeklinde yorumlanabilir.

$$H_{\text{HK}} = 1854,4A_{\text{IHK}} \quad (\text{GPa}) \quad (8.3)$$

Hays –Kendall yaklaşımına göre gerçek sertlik değeri eşitlik (8.3) kullanılarak hesaplanmıştır ve Tablo 8.4' de gösterilmektedir.

Tablo 8.4 Eşitlik (8.2) ve (8.3)'e göre deneysel verilerin en iyi fit değerleri.

Örnekler	Yükten Bağımsız Sertlik Sabiti A_{HK} (GPa)	Örnek direnç basıncı W_{HK} (N)	Lineer Bağlanım Katsayısı LRC	n_{HK}	Lineer Bağlanım Katsayısı LRC	Hv	Plato Bölgesindeki H_v (GPa)
A	$11,31 \times 10^{-5}$	0,155	0,99855	2,04	0,99906	0,210	0,239 – 0,224
B	$12,31 \times 10^{-5}$	0,235	0,99504	2,01	0,99083	0,228	0,270 – 0,248
C	$13,53 \times 10^{-5}$	0,277	0,99462	1,95	0,99386	0,251	0,298 – 0,278
D	$14,50 \times 10^{-5}$	0,275	0,99591	1,92	0,99850	0,269	0,332 – 0,314
E	$16,59 \times 10^{-5}$	0,289	0,99354	1,97	0,99159	0,307	0,371 – 0,345



Şekil 8.20 Tüm örneklere ait $\ln(F-W_{HK}) - \ln d$ grafiği.

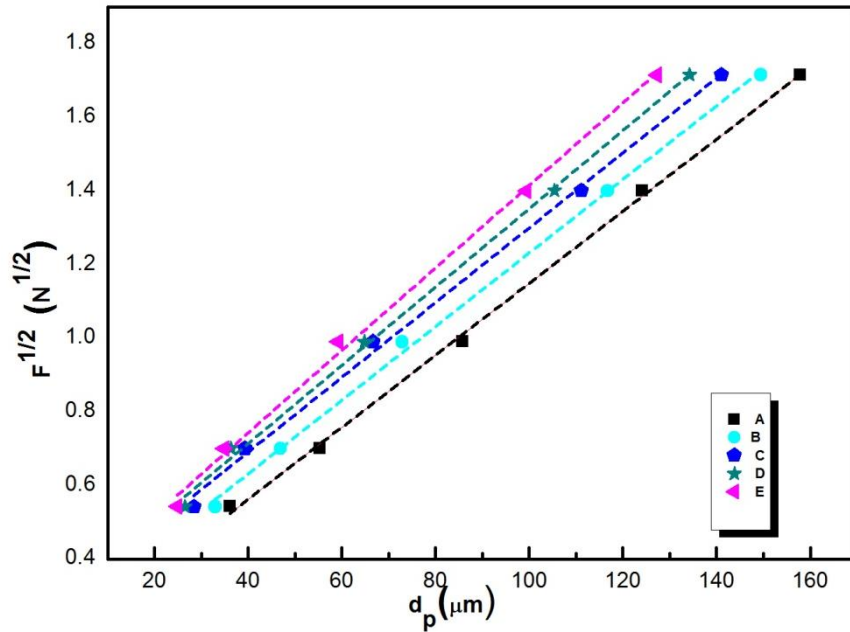
Şekil 8.20, $\ln(F-W_{HK}) - \ln d$ eğrisini göstermektedir ve bu çizgilerin eğiminden elde edilen $n_{HK} \approx 2$ değerleri Tablo 8.4'de gösterilmiştir.

HK yaklaşımı kullanılarak hesaplanan sertlik değerleri artan katkı oranıyla 0,210, 0,228, 0,251, 0,269, 0,307 şeklinde artmaktadır. Tablo 8.4'den görüldüğü üzere Hays-Kendall yaklaşımıyla hesaplanan gerçek sertlik değerleri geleneksel yolla hesaplanan sertlik değerlerinden daha düşüktür (Tablo 8.2).

8.4.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli

Girinti boyut etkisinin uygulanan yüke bağlılığını hesaplamak için ortaya atılmış bir yaklaşımdır. Bu modele göre girinti bir elastik kısım içerir. Deformasyonun elastik kısmı yük kaldırılırken rahatlar. Bu nedenle gerçek sertlik hesabı yapılırken ölçülen plastik girinti yarıköşegen uzunluğuna d_p , bir elastik bileşen d_e eklenir (Aşıkuzun ve diğer., 2012). Gerçek sertlik şu şekilde tanımlanır.

$$H_o = 1854,4 \frac{F}{(d_p + d_e)^2} \quad (\text{GPa}) \quad (8.4)$$



Şekil 8.21 Tüm örnekler için köşegen uzunluğunun fonksiyonu olarak uygulanan yükün karekök grafiği.

Eşitlik (8.4) girinti köşegenlerinin uygulanan yükün kareköküne göre çizilen eğrilerinin lineer olması gerektiğini göstermektedir. Şekil 8.21'deki çizgilerin eğimi $H_o^{1/2}$ ile orantılıdır. Her bir çizginin grafiğin x-ekseni ile kesişiminden girintinin d_e elastik kısmı bulunur.

Grafikten görüldüğü üzere böyle çizgiler 99.7%'den daha iyi olan lineer bağlanım katsayılarıyla doğrusaldır. Eşitlik (8.4) tüm örnekler için girinti verilerinin gerçek

sertliğini hesaplamak için anlamlı bir tanım sağlamaktadır. Elde edilen H_o , d_e ve LRC değerleri tablo 8.5’de verilemektedir.

Tablo 8.5 Eşitlik (8.4)’e göre deneysel verilerin en iyi fit değerleri.

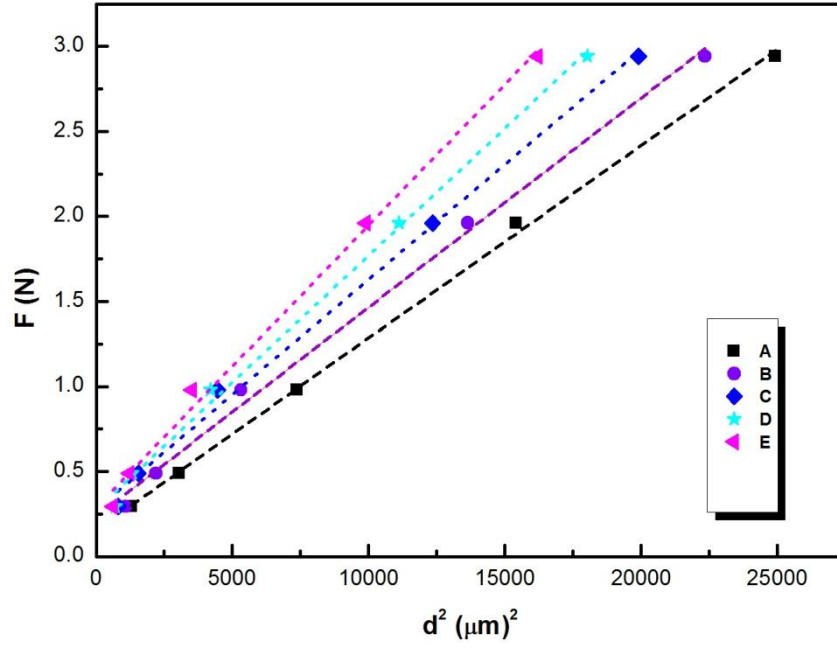
	H_o	d_e	LRC	Plato Bölgesindeki H_v (GPa)
A	0,177	-17,34	0,99844	0,239 – 0,224
B	0,185	-23,01	0,99811	0,270 – 0,248
C	0,191	-27,70	0,9969	0,298 – 0,278
D	0,209	-27,00	0,99767	0,332 – 0,314
E	0,232	-26,07	0,99673	0,371 – 0,345

Tablodan görüldüğü üzere, H_o değerleri artan katkı oranıyla artmıştır. Quinn ve arkadaşları (1997) seramik metaryeller için yapmış olduğu çalışmalarında girinti yükünün bir fonksiyonu olarak Vickers mikrosertliğinin değişimini araştırmışlardır. Sertlik-yük eğrileri sabit sertlik seviyesi platosuna (doymuş bölge) ayrı bir geçiş gösterir. Bu geçiş materyalin gerçek sertlik değerine karşılık gelmektedir. Bu çalışmada tüm örnekler için 1,961 N kuvvet değerinde bu bölgeye geçiş gözlenmiştir. Tablo 8.5’de görüldüğü üzere örneklerin gerçek sertlik (H_o), geleneksel yolla hesaplanan plato bölgesindeki sertlik değerlerine göre oldukça küçüktür. Katkısız ve Ag katkılı örnekler için d_e (elastik bileşen) büyüklüğü, A için -17,34 μm , B için -23,01 μm , C için - 27,70 μm , D için - 27,00 μm ve E için -26,07 μm dir. d_e değerlerinin negatif çıkması şunu gösterir. Malzemede sadece ya da çok yüksek olasılıkla yalnızca plastik deformasyon gözlenmiştir. Yani uygulanan yüklerde hemen hemen hiçbir elastik deformasyon gözlenmemiştir.

8.4.4 Enerji Dağılım Modeli

Bu model elastik işlemde ziyade girinti boyunca bir enerji dağılım süreci olarak düşünülebilir. Bu modelde, gerçek bir mikrosertlik değeri uygulanan yükten bir dağıtıcı kısım F_o çıkarılarak hesaplanır (Mohammed ve ark., 2011).

$$H_o = 1854,4 \frac{(F-F_o)}{d^2} \quad (\text{GPa}) \quad (8.5)$$



Şekil 8.22 Uygulanan yükün girinti köşegen uzunluğun karesine göre grafiği.

Tablo 8.6 Deneysel verilerin eşitlik (8.5)'e göre en iyi fit-edilmiş sonuçları.

	H_0	F_0	LRC	Plato Bölgesindeki H_v (GPa)
A	0,210	0,15513	0,99855	0,239 – 0,224
B	0,228	0,23549	0,99504	0,270 – 0,248
C	0,251	0,27651	0,99462	0,298 – 0,278
D	0,270	0,27536	0,99591	0,332 – 0,314
E	0,308	0,28949	0,99354	0,371 – 0,345

Şekil 8.22, tüm örneklere ait girinti köşegen uzunluğun karesinin bir fonksiyonu olarak uygulanan yükü göstermektedir. Her veri seti iyi bir lineer ilişki sergilemektedir. Grafikte yer alan her çizginin eğiminin 1854,4 değeri ile çarpımı yükten bağımsız sertlik sabitine (H_0) ve bu çizgilerin grafiğin dikey eksenini ile kesişimi ise örnek direnç basıncını (F_0) vermektedir.

Hesaplanan F_0 , H_0 ve Lineer bağlanım katsayısı Tablo 8.6'de listelenmiştir. Tabloya göre katkısız örneğin gerçek sertlik değeri katkılı örneklere göre büyüktür. Katkı miktarının artmasıyla da örneklerin gerçek sertlik değeri artmaktadır. Her bir

örneğin lineer bağlanım katsayısı değerleri oldukça iyidir. Eşitlik (8.5) deneysel verilere uygulamak tüm örneklerin girinti verileri için anlamlı bir betimleme sağlar.

8.4.5 Orantılı Numune Direnci (PSR) Modeli (Enerji Denge Modeli)

Girinti boyut etkisini analiz etmenin alternatif yollarından biri orantısal yük direnci (PRS) modelidir. Bu model girinti ucu tarafından dışarıdan yapılan işi iki bileşene ayırır. İlk bileşen izin alanıyla orantılı yüzey alanı bileşenidir. İkinci bileşen ise girinti izinin hacmiyle orantılı zorlanma enerji bileşenidir. Bu varsayım ortalama girinti köşegen uzunluğu (d) ile uygulanan yük (F) arasındaki ilişkiyi gösterir (Awad ve ark., 2011). PRS modeline göre, bu davranış

$$F = \gamma d + A_{\text{PSR}}d^2 \quad (8.6)$$

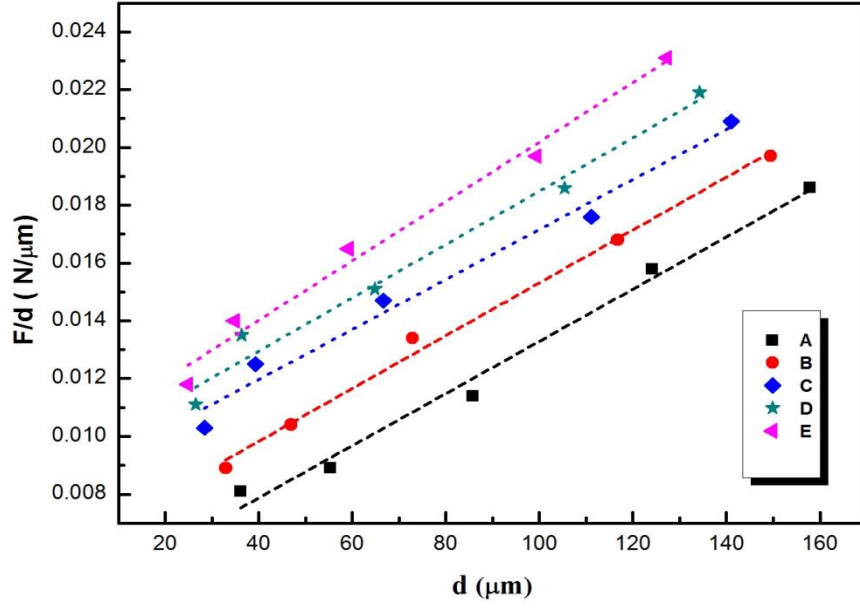
şeklinde ifade edilir.

γ and A_{PSR} katsayıları sırasıyla örneğin yüzey enerjisi ve yükten bağımsız sertlik değerlerine karşılık gelir. Bu denklem yeniden düzenlenerek şu şekilde yazılabilir.

$$\frac{F}{d} = \gamma + A_{1\text{PRS}}d \quad (8.7)$$

Deneysel gözlemlerden köşegen uzunluğunun uygulanan yüke sıkıca bağlı olduğu sonucuna ulaşılmıştır (Çetinkara ve diğer., 2009). Bu modele göre yükten bağımsız sertlik değeri eşitlik (8.8) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$H_0 = 1854.4A_{1\text{PRS}} \quad (\text{GPa}) \quad (8.8)$$



Şekil 8.23 Tüm örnekler için F/d- d çizgileri.

Tablo 8.7 Eşitlik (8.6)' ye göre deneysel verilerin en iyi fit edilmiş sonuçları.

Örnekler	H_0 (GPa)	$\gamma \times 10^{-3}$ (N/μm)	LRC	Plato Bölgesindeki H_v (GPa)
A	0,164	4,31	0,98259	0,239 – 0,224
B	0,169	6,18	0,99291	0,270 – 0,248
C	0,160	8,51	0,97546	0,298 – 0,278
D	0,171	9,26	0,97457	0,332 – 0,314
E	0,190	9,91	0,98093	0,371 – 0,345

Şekil 8.23, tüm örnekler için girintinin köşegen uzunluğun bir fonksiyonu olarak F/d değerlerini göstermektedir. Grafiğin eğimi, A_{PRS} , gerçek mikrosertlik sabitini ve her çizginin dikey eksenle kesişimi ise örneklerin yüzey enerjisi sabitini, γ , vermektedir. Grafikten elde edilen A_{PRS} , γ ve lineer bağlanım katsayısı Tablo 8.7'de verilmektedir. Tablodan görüldüğü üzere örneklerin yüzey enerjisi artan katkı oranıyla artmıştır. Bu gözlem yüzey çatlaklarının enerji dağılımıyla ilişkilendirilebilir. Tüm örneklerde yüzey enerjisinin pozitifdir bu sonuç örneklerde plastik deformasyonla birlikte elastik deformasyonda olduğunu gösterir. F/d–d eğrisinin anlamlı lineerlik göstermediği görülmektedir. Deneysel verilerin lineer bağlanım katsayısı $R < 0.99291$ iyi bir doğrusal ilişki göstermemektedir. Bu model

uygulanan yükün geniş aralığında kullanışlı değildir. Ag katkı oranı arttıkça örneklerin gerçek mikrosertlik değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Elde edilen sertlik değerleri plato bölgesindeki sertlik değerlerinden oldukça düşüktür. PRS modeli BSCCO polikristalleri için gerçek sertlik değerlerini hesaplamada yetersiz kalmaktadır.

Birçok materyalde, Elastik modül (young modülü), E, Vickers sertliği ile bağlantısı

$$E = 81,9635H_v \quad (8.9)$$

Akma dayanımının sertlik ile bağlantısı ise

$$Y \sim H_v/3 \quad (8.10)$$

ile verilmektedir.

Maddenin kırılmaya karşı gösterdikleri direncin göstergesi olarak tanımlanan kırılma tokluğu, materyalin mekanik özellikleri ile doğrusal artan bir ilişki göstermektedir. Mekanik özelliklerinin artması kırılma tokluğunun da arttığına işaret etmektedir. Dolayısıyla, bir malzemenin kırılma tokluğu mekanik özelliklerle yakından ilgili bir parametredir. Gerilim şiddet yoğunluğu olan K parametresi, çatlak civarındaki baskının bir sunumudur. Gerilme şiddet yoğunluğunun kritik değeri genellikle kırılma tokluğu olarak adlandırılır. K_{Ic} sembolü ile gösterilir. Kırılma tokluğu, E elastik modül ve γ yüzey enerjisinin kareköküyle orantılıdır. Eşitlik (8.11) ile hesaplanmaktadır. Eşitlik (8.7-8.8) denklemlerinden elde edilen gerçek sertlik değerleri ve bu değerlere bağlı olarak hesaplanan E, Y ve K_{Ic} değerleri Tablo 8.8'de listelenmektedir (Öztürk, 2007) .

$$K_{Ic} = \sqrt{2E\gamma} \quad (8.11)$$

Tablo 8.8 Hesaplanmış yükten bağımsız H_0 , E , Y , ve K_{IC} değerleri.

Örnekler	H_0 (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K_{IC} (Gpa / m ^{1/2})
A	0,164	13,442	0,0547	0,3404
B	0,169	13,852	0,0563	0,4138
C	0,160	13,114	0,0533	0,4724
D	0,171	14,016	0,0570	0,5095
E	0,190	15,573	0,0633	0,5556

Tablodan görüldüğü üzere, katkı oranının artmasıyla yükten bağımsız H_0 , E , Y ve K_{IC} değerlerinde artış görülmektedir. Tablo 8.2 ve Tablo 8.8 kıyaslandığında, yükten bağımsız sertlik değerlerinin yüke bağlı sertlik değerlerine göre daha düşük olduğu sonucuna varılmıştır. Bu durum literatürle uyum içerisindedir (Brunel ve ark., 2002).

8.4.6 MPSR (Modifiye edilmiş Orantılı Örnek Direnci) Modeli

PRS modeline göre, girinti köşegen uzunluğu $d=0$ olduğu zaman örneğin direnci ($W=\gamma d$) sıfır olmaktadır. Bu kalıcı deformasyon için gerek duyulan minimum yük miktarının sıfır olması anlamına gelmektedir. Bu nedenle PRS modeli yeniden düzenlenmiş ve modele W_{MPRS} ifadesi eklenmiştir. Bu model ISE etkisini açıklamak için önerilmiştir (Aşıkuzun ve diğer., 2012). Bu modele göre,

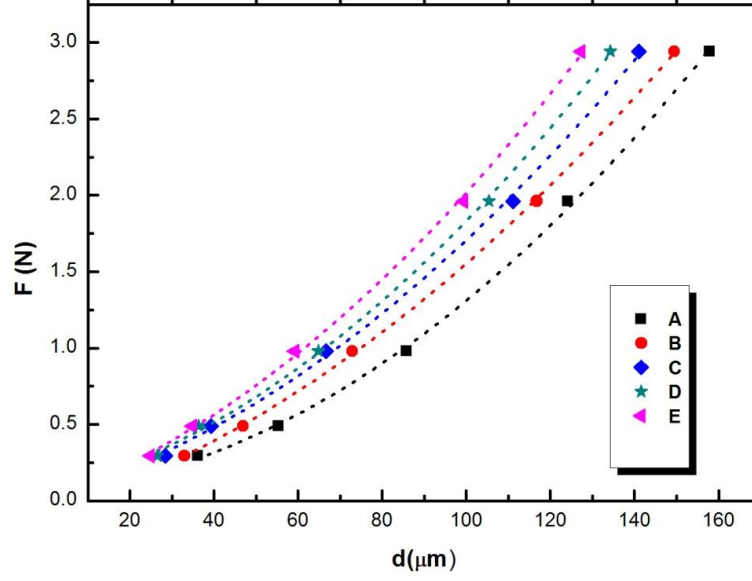
$$F = W_{MPRS} + A_{0MPRS}d + A_{1MPRS}d^2 \quad (8.12)$$

W_{MPRS} bir girinti oluşturmak için uygulanan minimum yüke, A_{0MPRS} ve A_{1MPRS} sırasıyla birim alan başına yeni yüzey oluşturmak için ve birim hacim başına kalıcı deformasyon üretmek için harcanan enerji olarak tanımlanır. A_{1MPRS} , MPSR modelinden belirlenen yükten bağımsız sertlik değerinin bir ölçüsüdür.

MPRS modeline göre

$$H_{MPRS} = 1854.4A_{1MPRS} \quad (8.13)$$

yükten bağımsız sertlik değeri eşitlik (8.13)'de verilen denklem kullanılarak hesaplanır.



Şekil 8.24 Tüm örnekler için girinti köşegen uzunluğuna göre uygulanan yükün değişimi.

Tablo 8.9 Eşitlik (11) ve (12)' ye göre deneysel verilerin fit edilmiş değerleri.

	W_{MPRS}	A_{0MPRS}	A_{1MPRS}	LRC	H_{MPRS}	Plato Bölgesindeki H_v (GPa)
A	0,059	$2,42 \times 10^{-3}$	$10,0997 \times 10^{-5}$	0,99851	0,187	0,239 – 0,224
B	-0,066	$8,36 \times 10^{-3}$	$7,83886 \times 10^{-5}$	0,99966	0,145	0,270 – 0,248
C	0,025	$7,36 \times 10^{-3}$	$9,00338 \times 10^{-5}$	0,99811	0,167	0,298 – 0,278
D	0,060	$7,11 \times 10^{-3}$	$10,6182 \times 10^{-5}$	0,99878	0,197	0,332 – 0,314
E	0,007	$9,81 \times 10^{-3}$	$10,2804 \times 10^{-5}$	0,99854	0,191	0,371 – 0,345

Şekil 8.24, tüm örnekler için girinti köşegen uzunluğuna (d) göre uygulanan yükün (F) değişimini göstermektedir. Deneysel veriler $y = A + Bx + Cx^2$ polinom denklemini kullanarak fit edilmiştir. Grafikten elde edilmiş W_{MPRS} , A_{0MPRS} , A_{1MPRS} , R ve eşitlik (8.13) kullanılarak hesaplanan gerçek sertlik değerleri Tablo 8.9'da listelenmiştir. Tablodan görüldüğü üzere, örneklerin bağlanım katsayıları $R \geq 0.99811$ yani veriler arasında kurulan ilişki oldukça iyidir. Örneklerin gerçek sertlik değeri plato bölgesindeki mikrosertlik değerinden oldukça düşüktür. MPRS modeli de ölçülen girinti verileri için bir tanım oluşturur.

BÖLÜM DOKUZ

SONUÇ VE TARTIŞMA

Standart katıhal reaksiyon yöntemiyle Ag katkılı $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ süperiletken seramikleri hazırlandı. Seramiklerin XRD ve AC manyetik alınganlık ölçümleri yapılarak süperiletkenlik özellikleri incelendi. BSCCO seramik sisteminin faz analizi, hücre parametreleri ve tanecik boyutları XRD analizi ile belirlendi. Seramiklerin yüzey morfolojisi, SEM fotoğrafları çekilerek incelendi ve mekanik özellikleri Vickers mikrosertlik testi uygulanarak belirlendi.

Seramiklerin X-ışınları kırınım desenleri incelendiğinde, Bi-2223 ait faz oranı Ag katkılama miktarı $x=0,03$ miktarına kadar artarken bu değerden sonra düşmüştür. E örneği için %36,6 değerine kadar azalmıştır. B örneğinden sonra sisteme ait fazlar düşük sıcaklık fazı olan Bi-2212 fazına doğru kaymıştır. Örneklerin tanecik boyutu ise artan katkı oranıyla artmıştır. Bu sonuç SEM fotoğraflarıyla da desteklenmektedir. SEM fotoğrafları incelendiğinde Ag katkı miktarının artmasıyla örnek yüzeyinde boşlukların sayısının ve büyüklüğünün arttığı gözlenmiştir. Katkisız örnekte (A) hemen hemen homojen bir yapı ve Bi-2223 fazına ait olduğuna inanılan iğne-tipi tanecik şekli görülürken, Ag miktarının artmasıyla Bi-2212 fazına ait olduğu düşünülen plaka-tipi tanecikler baskın olmaya başlamış ve gözenekliliğin arttığı görülmüştür.

Tüm örneklerin birim hücresi ortorombik kristal yapıya sahiptir. Ag katkısının artmasıyla, c parametresinin değeri önemli oranda azalırken a parametresinin değeri artmıştır. Bunun nedeni birim hücrede bulunan oksijen içeriğinin artmasından kaynaklanabilir. Oksijen elementleri bizmut oksit (Bi_2O_3) tabakasına yerleşerek a örgü parametresinde bir artış ve c örgü parametresinde bir azalışa neden olacağı düşünülebilir. Bu sonuçlar bize şunu göstermektedir; sisteme Cu yerine dahil edilen Ag_2O miktarının artışıyla süperiletkenlik örneklerin yapısal özellikleri bozulmuştur.

A, B, C, D ve E süperiletken seramiklerin AC manyetik alan ölçümlerinden T_c^{onset} sıcaklıkları sırasıyla 107,65 K, 108,25 K, 70 K, 72,105 K, 70,274 K olarak bulunmuştur. $x=0,03$ değerine kadar Cu yerine katılan Ag miktarının artmasıyla T_c^{onset} sıcaklığı artmış bu değerden sonra $x=0,12$ değerine kadar yaklaşık aynı değerde kalmıştır. Buna göre Cu yerine katılan Ag'ın belli bir değerinden sonra sistemin süperiletkenlik özelliklerini olumsuz etkilediğini gösterir. Ag atomları Cu atomları yerine geçememiş olabilir.

Seramik örneklerin Vickers mikrosertlik deneylerinden sertlik değerleri hesaplanmıştır. Bu değerler yüke bağlı (görelî) sertlik değerleridir. Her bir seramik örnek için büyük yük değerlerinde küçük sertlik değerleri elde edilir, küçük yük değerlerinde ise büyük sertlik değerleri elde edilir. Mikrosertliğin yüke bağlılığı lineer olmayan bir değişim gösterir. Örneklerin bu davranışı girinti boyut etkisi olarak adlandırılır. Bizim örneklerimizde de bu davranış görülmektedir. Yüke bağlı ve yükten bağımsız değerler uygulanan kuvvet 1,961 N değerine ulaşıncaya kadar lineer olmayan bir şekilde düşüş göstermiştir. Bu kuvvet değerinden daha büyük değerlerde ise sertlik değeri hemen hemen sabit kalmıştır.

Seramik örneklerin test yüküyle girinti boyutunun değişimini tanımlamak için ortaya atılan deneysel ve yarı deneysel modeller kullanılarak yükten bağımsız sertlik (gerçek sertlik) değerleri hesaplandı. Örneklerin hesaplanan yükten bağımsız mikrosertlik değerleri (H_v), elastik modülü (E), akma dayanımı (Y) ve kırılma tokluğu (K_{IC}) yüke bağlı olarak hesaplanan değerlerden daha düşüktür. Yüke bağlı ve yükten bağımsız sertlik değerleri Ag katkının artmasıyla artmıştır.

Hays-Kendall yaklaşımı ölçülen girinti verileri için anlamlı bir tanım sağlar. Örneklerin göstermiş olduğu girinti boyut etkisini incelerken, mikrosertlik değerlerini hesapladığımız diğer modeller arasında Hays- Kendall yaklaşımından elde ettiğimiz sertlik değerleri en iyi sonucu vermektedir. Bu yaklaşımdan elde ettiğimiz gerçek sertlik değerleri plato bölgesindeki sertlik değerlerine en yakın olan değerlerdir. Buna göre Hays - Kendall yaklaşımı örneklerin mikrosertliğini ve mekanik özelliklerini belirlemek için kullanılan iyi bir yöntemdir.

Vickers mikrosertlik deęerleri Ag katkı miktarının artmasıyla artmıştır bu sonuç SEM görüntüleriyle uyum göstermemektedir. Sisteme Ag ekleyerek örneklerin tanecik bağlantılarının azaldığı ve dokunun deęiştığı görülmektedir. Gümüş yumuşak ve kolay şekil verilebilir bir malzemedir. Ancak seramik malzemelerde Ag eklemek malzemelerin sertliğini artırmıştır. Bu ise şu şekilde açıklanabilir. Tanecikler arası ve tanecik yüzeyleri arasındaki boşluklara yerleşen Ag atomları örneklerin mekanik özelliklerini arttırmıştır.

Sisteme katılanan Ag miktarının artması örneklerin süperiletkenlik özelliklerini olumsuz etkilerken mekanik özelliklerini olumlu etkilemiştir. Sisteme eklenen Ag atomları süperiletkenlikten sorumlu tabaka olarak düşünölen CuO tabakalarında Cu atomları yerine geçememiş olabilir. Ancak sistem içersinde dięer atomlarla kurmuş olduęu bağlarla sistemin mekanik özelliklerini arttırmış olabilir.

Bi- tabanlı süperiletken seramik sistemine katılanan Ag₂O miktarı deęiştirilerek, sistemde bulunan dięer elementler yerine Ag katılarak, kalsinasyon ve sinterleme sıcaklıkları deęiştirilip daha iyi koşullarda hazırlanan örneklerin mekanik özelliklerinin yanı sıra süperiletkenlik özellikleri de geliştirilebilir.

KAYNAKLAR

- Aksoy, T. ve Önel, K. (1990). *Malzeme bilgisi 1* (3. Baskı). İzmir: Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik –Mimarlık Fakültesi yayınları.
- Amira, A., Saoued, A., Boudjadja, Y., Amirouche L., Mahamdioua, N., Varilci, A. ve diğer. (2011). Effect of fluorine doping on phase formation and properties of Bi(Pb)2223 ceramics. *Physica C: Superconductivity*, 471 (23-24), 1621–1626.
- Anderson, O. L. (1965). Determination and some uses of isotropic elastic constants of polycrystalline aggregates using single-crystal data. *Physical Acoustics*, 3, 43-95. (P. Mason,ed) Boston: Academic Press.
- Ashcroft, N. W., Mermin, D. (1976). *Solid state Physics*. Newyork : Holt- Saunder College Publishing.
- Askeland, D.R., Fulay, P. P. ve Wright W. J. (2010). *The Science and Engineering of Materials*, (4th ed.), USA: Cengage Learning.
- Asikuzun, E., Ozturk, O., Cetinkara, H. A., Yildirim, G., Varilci, A., Yılmazlar, M. ve diğer. (2012). Vickers hardness measurements and some physical properties of Pr2O3 doped Bi-2212 superconductors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 23,1001–1010.
- Awad, R., Abou-Aly, A.I., Abdel Gawad, M.M.H. ve G. Eldeen, I. (2011). The Influence of SnO₂ Nano -particles Addition on the Vickers Microhardness of (Bi, Pb)-2223 Superconducting Phase. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 25 (4), 739-745.
- Aydin, H., Cakiroglu, O., Nursoy, M. ve Terzioglu, C. (2009). Mechanical and Superconducting Properties of the Bi_{1.8}Pb_{0.35}Sr_{1.9}Ca_{2.1}Cu₃Gd_xO_y. *System Chinese Journal of Physics*, 47, 192 -205.

- Aymak, E. (2007). *MgB₂ süperiletkeninin gerçek sertlik değerinin dinamik mikrosertlik tekniğiyle incelenmesi*, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Tokat: Yüksek lisans tezi.
- Baradan, B. (2009). *İnşaat mühendisleri için malzeme bilgisi*, İzmir- Bornova: Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları.
- Bednorz, J. G., ve Muller K.A. (1986). Possible High Tc superconductivity In The Ba-La-Cu-O System. *Zeitschrift Für Physik.*, 64, 189.
- Bilgili, O., Selamet, Y. ve Kocabaş, K. (2008). Effects of Li Substitution in Bi-2223 Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 21, 439–449.
- Bilgili, O. (2007). *Bi-2223 süperiletkenlere Li katkısı*, Dokuz Eylül Üniversitesi İzmir: Yüksek lisans tezi.
- Boğaz, H. (2006). *Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y (x=0,0 ve 1,0) Süperiletkenlerin elektriksel karakterizasyonu*, Gazi Üniversitesi Ankara: Yüksek lisans tezi.
- Bolat, S., Çelebi, S., Gencer, A., Cömert, H. ve Yanmaz E. (1998). The effect of Ag-doping on the magnetic behaviour of Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O ceramic superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 269, 1–6.
- Bruneel, E., Degrieck, J., Van Driessche, I. & Hoste, S. (2002). Mechanical properties of Bi-2223/Ag bulk composites. *Physica C*, 372-376, 1063-1066.
- Callister, W.D. ve Retchwish, D.G. (1940). *Materials science and engineering an introduction*. (8th ed.) USA: John Wiley & Sons, Inc.

- Cavdar, S., Deniz, E., Koralay, H., Ozturk, O., Erdem, M. ve Gunen, A. (2012). The Effect of PbSe Addition on the Mechanical Properties of Bi-2212 Superconductors Investigation of some physical properties of Gd added Bi-2223 superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 25, 2297–2307.
- Cetinkara, H. A., Yilmazlar, M., Ozturk, O., Nursoy, M. ve Terzioglu, C. (2009). The influence of cooling rates on microstructure and mechanical properties of $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors, *Journal of Physics: Conference Series* 153 (012038), International Conference On Superconductivity and Magnetism (ICSM2008).
- Chu, C. W. (2012). A possible approach from BCS through HTS to RTS with three examples. *Physica C*, 482, 33–44.
- Davarcıođlu, N. (2006) *Süperiletkenlerde Ginzburg – Landau denklemi ve çözümleri*, Osmangazi Üniversitesi Eskişehir: Yüksek lisans tezi.
- Fossheim, K. ve Sudbo, A. (2004). *Superconductivity Physics and Applications*, İngiltere: John Wiley & Sons Ltd. syf: 3-23.
- Gao, L., Xue, Y. Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R. L., Ramirez, D. ve diđer. (1994). Superconductivity up to 164 K in $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{m-1}\text{Cu}_m\text{O}_{2m+2+\delta}$ ($m = 1, 2, \text{ and } 3$) under quasihydrostatic pressures. *Phys. Rev.*, 50, 4260–4263.
- Giannakopoulos, A.E. ve Suresh, S. (1999). *Scripta Materialia*, 40 (10) 1191.
- Gül, I.H., Amin, F., Abbasi, A.Z., Anis-ur-Rehman, M. ve Maqsood A. (2006). Effect of Ag_2CO_3 addition on the morphology and physical properties of Bi-based (2223) high- T_c superconductors. *Physica C*, 449, 139-147.
- Gürü, M., Yalçın, H. (2006). *Malzeme Bilgisi* (2 .Baskı). Ankara: Palme Yayıncılık.

- Hermann, A. M. ve Sheng, Z. Z. (1987). Melt-Processable Rare Earth-Ba-Cu-O Superconductors Based on Molten Ba-Cu Oxides. *Applied Physics Letters*, 51, 1854–1856.
- Hermiz, G.Y., Aljurani, B.A. ve Thabit, H.A. (2012). Mechanical Properties of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{1.8}\text{Ba}_{0.2}\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ni}_x\text{O}_{10+\delta}$ Superconducting System. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 25, 1629–1634.
- Hosono, H. (2008). Layered iron pnictide superconductors: discovery and current status. *Journal of the Physical Society of Japan*, 77, 1-8.
- Ibrahim, M.M., Khalil, S.M. ve Ahmed, A.M. (2000). Effect of Pb addition on thermoelectric power and microhardness of Bi–Pb–Sr–Ca–Cu–O superconductors. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 61, 1553–1560.
- Kamihara, Y., Watanabe, T., Hirano, M. ve Hosono, H. (2008) Iron-Based Layered Superconductor $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ($x = 0.05\text{--}0.12$) with $T_c = 26$ K, *Journal of the American Chemical Society*, 130 (11), 3296–3297.
- Karaca, I., Çelebi, S., Varilci, A. ve Malik, A. I. (2003). Effect of Ag_2O addition on the intergranular properties of the superconducting Bi–(Pb)–Sr–Ca–Cu–O system. *Superconductor Science and Technology*, 16, 100–104.
- Khalil, S.M., (2001). Enhancement of Superconducting and Mechanical properties in BSCCO with Pb addition. *The Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 62, 457-466.
- Khalil, S. M. ve Sedky A. (2005). Annealing temperature effect on the properties of Bi:2212 superconducting system. *Physica B*, 357, 299–304.

- Khalil, S. M. (2006). Effect of Cd Addition on Superconducting Fluctuations and Mechanical Properties of $\text{Bi}_{1.82}\text{Pb}_{0.36}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cd}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ System, *Journal of Low Temperature Physics*, 143, 31-44.
- Khalil, S.M. (2007). Influence of alkaline metal Li^{1+} intercalation on the excess conductivity, thermopower and hardness of BSCCO pellets. *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 391 (1), 130-135.
- Khalil, S.M. ve Ahmed, A.M. (2007). Vacuum heat treatment effect on the thermophysical properties of BSCCO system. *Physica C*, 452, 21-28.
- Kolemen, U., Uzun, O., Yılmazlar, M., Güçlü, N. ve Yanmaz E. (2006). Hardness and microstructural analysis of $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$ polycrystalline superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 415 (1-2), 300–306.
- Lu, Z., He, Y., Yang, S., Sun, J. , Huang, X., Wang, J. ve diğer. (2000). Effects of axial tensile and bending strains on the critical current of Bi-2223 superconducting tapes. *Physica C*, 337, 150–153.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M. ve Asano, T. (1988). A new high-r. oxide superconductor without a rare earth element. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2, 209-10.
- Madre, M. A., Amaveda, H., Mora, M., Sotelo, A., Angurel, L. A. ve Diez, J. C. (2008). Ag doped $(\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4})\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ textured rods. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 47, 148-152.
- Meissner, W. ve Ochsenfeld R. (1933). Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit. *Naturwiss*, 21, 787–788.

- 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.
- Mohammed, N. H., Abou-Aly, A. I., Ibrahim, I. H., Awad, R. ve Rekaby, M. (2011). Effect of Nano-Oxides Addition on the Mechanical Properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 Phase. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 24 (5), 1463-1472.
- Mourachkine, A. (2002). *High- Temperature Superconductivity in cuprates: The non-linear mechanism and tunneling measurements (Fundamental theories of physics)*. Netherhlands: Academic Publishers.
- Müller, P., Ustinov, A. V. (Eds), Schmidt, V.V. (1997). *The Physics of Superconductors, Introduction to Fundamentals and Applications*, 1-115.
- Nursoy, M., Yılmazlar, M., Terzioğlu, C. ve Belenli, I. (2008). Transport, microstructure and mechanical properties of Au diffusion-doped Bi-2223 superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 459, 399–406.
- Oduleye, O. O., Penn, S. J. ve McN, A. N. (1998). The mechanical properties of (Bi–Pb)SrCaCuO. *Superconductor Science and Technology*, 11, 858–865.
- Onaran, K. (1993). *Malzeme bilimi ders kitabı (genişletilmiş 4.Baskı)*. İstanbul: Bilim Teknik Yayınevi.
- Onitsch, E. M. (1947). Über die Mikrohärtte der Metalle *.Mikroskopie*, 2, 131.
- Ozturk, O., Terzioglu, C. ve Belenli, I. (2011). Influence of Diffusion-Annealing Temperature on the Physico-Mechanical Properties of Au-doped Bi-2223 Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 24, 381-390.

- Ozturk, O., Cetinkara, H. A., Asikuzun, E., Akdogan, M., Yilmazlar, M. ve Terzioglu, C. (2011). Investigation of mechanical and superconducting properties of iron diffusion-doped Bi-2223 superconductors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 22, 1501–1508.
- Ozturk, O. (2012). Some physical properties and Vickers hardness measurements of Fe diffusion-doped $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 23 (6), 1235–1242
- Ozturk, O., Erdem, M., Asikuzun, E., Yildiz, O., Yildirim, G., Varilci, A. ve diğ er. (2013). Investigation of indentation size effect (ISE) and micro-mechanical properties of Lu added $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ ceramic superconductors. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 24, 230-238.
- Öztürk, Ö. (2007). *The effect of Au diffusion-doped on structural, superconducting and mechanical properties of $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$* , Abant İzzet Baysal Üniversitesi Bolu: Doktora Tezi.
- Putilin, S. N., Antipov, E. V., Chmaissem, O. ve Manezio, M. (1993). *Nature*, 362, 226-228.
- Poole C.P. (2000). *Handbook of superconductivity*, USA: Academic Press.
- Quinn, J. B., Quinn, G. D. (1997). Indentation brittleness of ceramics: A fresh approach. *Journal of Materials Science*, 32 (16), 4331-436.
- Rabara, M., Sekimura, N., Kitaguchi, H., Kovac, P., Demachi, K. ve Miya K. (1999). Tensile properties and probability of filament fracture in Bi-2223 superconducting tapes. *Superconductor Science and Technology*, 12, 1129–1133.

- Sakirođlu, S. ve Kocabas, K. (2011). The Effect of Silver Substitution in $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Ag}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 24, 1321-1325.
- Salamati, H., Kameli, P., Morshedloo T., Abdolhosseini I., Ahmadvand H., Baghi M. ve diđer. (2010). The Effect of Barium Doping on the Selective Structure of Bi-2223 Phase. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, DOI 10.1007/s 10948-010-0821-x.
- Sasmal, K., Bing, L., Lorenz, B., Arnold, M. G., Chen, F., Xue, Y. ve diđer. (2008). Superconducting Fe-Based Compounds $\text{A}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ with $\text{A} = \text{K}$ and Cs with Transition Temperatures up to 37 K. *Physical review letters*, DOI: 10.1103/PhysRevLett.101.107007.
- Saxena, A.K. (2010). *High- temperature superconductors*, Berlin: Springer.
- Schilling, A., Cantoni, M. , Guo, J. D. ve Ott, H. R. (1993). Superconductivity above 130 K in the Hg–Ba–Ca–Cu–O system. *Nature*, 363, 56 – 58.
- Sedky, A. (2009). The impact of Y substitution on the 110 K high T_c phase in a Bi (Pb):2223 superconductor. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 70, 483–488.
- Sheng, Z. Z. ve Hermann, A. M. (1988). Bulk superconductivity at 120 K in the Tl–Ca/Ba–Cu–O system. *Nature*, 332, 138 – 139.
- Siwek, A., Suliga, I., Gavarrı, J.R. , Pischedda, M. H. ve Jasienska S. (1998). Sintering process and mechanical properties in steel / superconductor granular composites. *Solid State Ionics*, 112, 79–85.
- Smith, W. F. (2001). *Malzeme Bilimi ve Mühendisliđi*. (N. G. Kımkođlu, Çev.). İstanbul: Literatür yayıncılık. (Orijinal alıřma basım tarihi 1986).

- Solunke, M. B., Sharma, P. U., Lakhani, V. K., Pandya, M. P., Modi, K. B., Reddy P. V. ve diğ er. (2007). Elastic properties of gallium substituted Bi (Pb)-2212 superconducting system at 300 K. *Ceramics International*, 33, 21–26.
- Sözeri, H., Ghazanfari, N., Özkan, H. ve Kilic A. (2007). Enhancement in the high-T_c phase of BSCCO superconductors by Nb addition. *Superconductor Science and Technology*, 20, 522–528.
- Terzioğ lu, C. (2011). Investigation of some physical properties of Gd added Bi-2223 superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 87–93.
- Tokano, K. (1988). Properties of Pb-Doped Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductors. *Applied Physics Letters*, 53, 1329-1331.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S. ve Güçlü, N. (2005). Modulus and Hardness Evaluation of Polycrystalline Superconductors by Dynamic Microindentation Technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 25, 969–977.
- Ünalın, Z., (2011). Süperiletkenlik. *Tübitak Bilim ve Teknik Dergisi*.
- Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L. ve diğ er. (1987). Superconductivity at 93 K in a new mixed- phase Y-Ba- Cu-O Compound system at ambient pressure. *Physical Review Letters*, 58, 908-910.
- Yılmazlar, M., Cetinkara, H.A., Nursoy, M., Ozturk, O. ve Terzioglu, C. (2006). Thermal expansion and Vickers hardness measurements on Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y superconductors. *Physica C*, 442, 101–107.
- Yılmazlar, M., Ozturk, O., Gorur, O., Belenli, I. ve Terzioglu, C. (2007). Role of diffusion-annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au. *Superconductor Science and Technology*, 20, 365-371.

Zan, R. (2006). $Bi_{2-x}Tb_xPb_xSr_2Ca_3Cu_4O_y$ Süperiletken malzemesine Tb katkısının etkileri, Çukurova Üniversitesi Adana: Yüksek lisans tezi.