

T.C.  
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
2022-YL-076

**(Bi, Pb) – 2223 SERAMİK SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL  
ve SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE Sb – Ag  
BİRLİKTE KATKILANMASININ ETKİSİ**

**FİLİZ AKSOY**

**Danışman  
Doç. Dr. GÖNÜL BİLGEÇ AKYÜZ**

**AYDIN-2022**

## TEŐEKKÜR

Tez alıőmamın her adımında deęerli katkıları olan, öneri, yardım ve desteęini esirgemeyen alıőmalarımnda beni motive eden, yönlendiren tez danışmanım Sayın Do. Dr. Gönül BİLGE AKYÜZ' e,

Laboratuvar da pres ve tablet yapımında yardımlarını esirgemeyen Sayın Do. Dr. Coőkun DENİZ' e,

Bu alıőmamda ki katkılarından dolayı Dokuz Eylül Üniversitesi' nden Sayın Dr. Özlem BİLGİLİ' ye

Lisansüstü Araőtırma Tezimi FEF-21006 no ile destekleyen ADÜ BAP birimine,

Tez alıőmam sürecince sabır gösteren, moral veren ve desteęini hiçbir zaman eksik etmeyen, yanımda olan deęerli eőim Fatih AKSOY ve kızlarım Sernur, Beren, Eylül' e,

SAYGILARIMLA SONSUZ TEŐEKKÜRLER...

## ÖZET

### (Bi, Pb) – 2223 SERAMİK SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL ve SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE Sb – Ag BİRLİKTE KATKILANMASININ ETKİSİ

**AKSOY F. Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Aydın, 2022.**

**Amaç:** Bu çalışmamızda, Pb katkılı-Bizmut tabanlı Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzemelerin ((Bi, Pb) – 2223) farklı bölgelerine kısmi Sb ve Ag birlikte katkılanmasının yapısal etkilerini araştırdık.

**Materyal ve Yöntem:** Katı-Hal Reaksiyon yöntemini kullanarak Pb bölgesinde Sb ve Cu bölgesinde Ag kısmi yerdeştirmelerini  $x=0.00, 0.05, 0.10, 0.15$  ve  $0.20$  oranlarında gerçekleştirdik. Elde ettiğimiz yeni örneklerin yapısal karakterizasyonu için XRD, SEM, EDAX analizleri alınarak; katkılanan elementlerin, katkılama bölgesinin ve katkılama miktarının süperiletken yapıya etkisi incelenmiştir.

**Bulgular:** XRD verileri kullanılarak hazırlanan malzemelerin örgü parametreleri hesaplanmış ve malzemelerin kristal yapıları belirlenmiştir. Bunun dışında örneklerin hacimsel kesirleri, tanecik boyutları hesaplanmıştır.

**Sonuç:** Hesaplamalardan elde ettiğimiz örgü parametrelerine göre, tetragonal fazdaki yüksek sıcaklık kristal yapılarının hazırladığımız yeni örneklerde daha baskın olduğu görülmüştür. Ayrıca bu örneklerde; katkı miktarı ile tanecik boyutları ve yüksek sıcaklık Bi-2223 fazının hacim kesri artarken düşük-sıcaklık Bi-2212 fazının hacim kesrinde düşüş gözlenmiştir. Yani katkılama ile birlikte malzemelerde; düşük sıcaklık fazından yüksek sıcaklık fazına geçiş olduğu ve düşük ve yüksek sıcaklık fazlarının oluşumunun etkilendiği gözlenmiştir. Bu etkilenme, malzeme yapısal değişikliklerin var olduğunu ve süperiletkenlik özelliklerini pozitif yönde değiştirdiğini ortaya koymaktadır. Yapılan çalışmaların genel sonucunda katkılamanın, örneklerin fazları, tanecik boyutları, bağlanabilirliği ve yüzey morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu söylenebilir.

**Anahtar Kelimeler:** (Bi, Pb) – 2223, Katı-Hal Reaksiyon Yöntemi, Sb-Ag Birlikte Katkılama, SEM, XRD.

## ABSTRACT

### EFFECT OF Sb – Ag CO-DOPING ON STRUCTURAL AND SUPERCONDUCTING PROPERTIES OF (Bi, Pb) – 2223 SUPERCONDUCTING CERAMICS

**AKSOY F. Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Aydın, 2022.**

**Objective:** In this study, we investigate the structural effects of partial Sb and Ag co-substitution on different regions of Pb-doped-Bismuth-based High Temperature Superconducting Materials ((Bi, Pb) – 2223).

**Material and Methods:** We perform partial substitutions of Sb in the Pb region and Ag in the Cu region at the ratios of  $x=0.00, 0.05, 0.10, 0.15$  and  $0.20$ , by using the Solid-State Reaction method. We have investigated the crystal structure of the new samples by XRD, SEM, EDAX characterizations.

**Results:** The effects of the doping elements, doping region and the amount of doping on the superconducting structure have been investigated. The lattice parameters of the materials, the volumetric fractions and particle sizes of the samples are calculated by using XRD data. The crystal structures of the materials are also determined according to the lattice parameters.

**Conclusion:** It has been seen that the high temperature crystal structures in the tetragonal phases are more dominant in the new samples. Additionally, in these samples it is observed that the grain size and the volume fraction of the high temperature Bi-2223 phase increase, while the volume fraction of the low-temperature Bi-2212 phase decrease with the substitutions. That is, it is observed that there is a transition from the low temperature phase to the high temperature phase in the materials with the substitutions and the formation of low and high temperature phases is affected. These effects reveals that there are structural changes in the material and positively changes its superconductivity properties. As a general result of this study, it can be say that these substitutions have significant effects on the phases, particle sizes, connectivity and surface morphology of the samples.

**Keywords:** (Bi, Pb) – 2223, Method, Sb and Ag Co-Doping, SEM, Solid-State Reaction, XRD.

# İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY .....	i
TEŞEKKÜR .....	ii
ÖZET .....	iii
ABSTRACT .....	iv
İÇİNDEKİLER .....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	viii
TABLolar DİZİNİ .....	xi
EKLER DİZİNİ .....	xii
1. GİRİŞ .....	1
1.1. Süperiletkenliğin Keşfi ve Tarihsel Gelişimi .....	4
1.1.1. Süperiletkenliğin Keşfi .....	4
1.1.2. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi .....	5
2. KAYNAK ÖZETLERİ .....	9
2.1. Süperiletkenliğin Temel Kavram ve Kuramları .....	9
2.1.1. Süperiletkenliğin Temel Kavramları .....	9
2.1.1.1. Meissner Etkisi .....	9
2.1.1.2. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ ) .....	11
2.1.1.3. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	13
2.1.1.4. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ ) .....	16
2.1.5. Sızma Derinliği ( $\lambda$ ) ve Eşyuyum Uzunluğu ( $\xi$ ) .....	17
2.2. Süperiletkenliğin Temel Teorileri .....	20
2.2.1. London Denklemleri .....	20
2.2.2. BCS Teorisi .....	21

2.2.3. Ginzburg – Landau Teorisi.....	24
3. MATERYAL VE YÖNTEM .....	26
3.1. Süperiletken Sistemler.....	26
3.1.1. Bakır (Cu) – Tabanlı Süperiletkenler .....	26
3.1.1.1. YBaCuO (YBCO) Süperiletken Sistem .....	26
3.1.1.2. BSCCO Süperiletken Sistem.....	27
3.1.1.3. (Bi-2223) BSCCO Süperiletken Sistemi .....	30
3.1.1.4. BSCCO Süperiletken Sistemde Katkılama ve Yer Değişirme Çalışmaları .....	32
3.1.1.4.1. Bi- Bölgesine Yapılan Katkılama ve Yer Değişirme Çalışmaları.....	33
3.1.1.4.2. Cu- Bölgesine Yapılan Katkılama ve Yer Değişirme Çalışmaları.....	33
4. BULGULAR .....	36
4.1. Materyal ve Yöntem.....	36
4.2. Malzeme Hazırlama Yöntemleri .....	36
4.2.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi .....	36
4.2.2. Eritme-Döküm Yöntemi.....	37
4.2.3. Sol - Jel Yöntemi .....	38
4.3. Örneklerin Hazırlanması .....	39
4.4. X – Işını Kırınım Ölçümleri (XRD ) .....	44
4.5. Taramalı Elektron Mikroskobu ( SEM ) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları (EDAX) Analizleri.....	46
5. TARTIŞMA.....	49
5.1. Sonuçlar.....	49
5.2. Bi <sub>1,7</sub> Pb <sub>0,3</sub> – xSbxSr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> – xAgxOy Bileşiğinin X-Işını Kırınımı (XRD) Sonuçları .....	49
5.3. Bi <sub>1,7</sub> Pb <sub>0,3</sub> – xSbxSr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> – xAgxOy BİLEŞİĞİNİN SEM SONUÇLARI .....	55
5.4. Bi <sub>1,7</sub> Pb <sub>0,3</sub> – xSbxSr <sub>2</sub> Ca <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> – xAgxOy Bileşiğinin EDAX Sonuçları .....	61
6. SONUÇ VE ÖNERİLER .....	65

6.1. Tartışma ve Sonuç .....	65
KAYNAKLAR.....	68
EKLER.. ..	73
BİLİMSEL ETİK BEYANI.....	74
ÖZ GEÇMİŞ.....	75



## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Süperiletken madde ve normal metalin kritik sıcaklığının karşılaştırılması.....	1
Şekil 1.2. Kritik yüzey faz diyagramı şeması.....	2
Şekil 1.3. Josephson eklemlerinin elektronik ortamda gösterimi.....	6
Şekil 1.4. Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi .....	6
Şekil 1.5. Kalıcı mıknatıs deneyi görseli.....	7
Şekil 1.6. FeAs–temelli sistemlerin (a) 1111 (b) 122 (c) 111 (d) 11 kristal yapısı.....	8
Şekil 1.7. (a) Büyüyen basınçlarda ölçülen kükürthidrit ( $H_2S$ ). 135 GPa’ dan daha düşük basınçlardaki grafikler. Altta: Direnç sıfıra yakın grafikler. (b) Benzer basınçlarda sülfür dōterid ve hidridin süperiletkenlik aşamalarının karşılaştırılması. Altta: Direnç sıfıra yakın grafikler.....	8
Şekil 2.1. Meissner Etkisi: Süperiletkenin içindeki manyetik alanın dışarlanması süreci ..	10
Şekil 2.2. Süperiletken malzeme ve mıknatıs arasında oluşan manyetik levitasyon .....	11
Şekil 2.3. Civanın süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı.....	12
Şekil 2.4. I.tip Süperiletkenlerin Kritik Manyetik Alanın Sıcaklık ile Değişimi Grafiği .....	13
Şekil 2.5. I. Tip ve II. Tip süperiletken malzemelerin mıknatıslanma eğrileri grafiği.....	14
Şekil 2.6. II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan – sıcaklık ilişkisi .....	15
Şekil 2.7. Bir vorteks çekirdeğinin etrafında dönen perdeleme akımları .....	15
Şekil 2.8. Süperiletken malzeme içindeki akı tüplerinin gösterimi.....	16
Şekil 2.9. H alanının malzeme yüzeyinden x uzaklığı ile değişimi .....	18
Şekil 2.10. I. tip ve II. tip süperiletkenlerin malzeme sınırındaki eşuyum uzunluğu ve sız derinliğinin grafiği.....	19
Şekil 2.11. Örgü bozulmasından ortaya çıkan çekici etkileşmenin görseli.....	22
Şekil 2.12. a) Çekici etkileşme sebebiyle örgünün bozulması b) Fonon değişimi sonucu oluşan elektron-elektron etkileşmesi tablosu .....	23



Şekil 2.13. DC josephson olayı .....	23
Şekil 2.14. YBCO sistemin süperiletken (ortorombik) ve yalıtkan (tetragonal) kristal yapısı. ....	27
Şekil 2.15. Tetragonal formda BSCCO süperiletken sisteminin kristal yapısı .....	28
Şekil 2.16. BSCCO sisteminin n=1, 2 ve 3 fazlarının kristal yapısı .....	31
Şekil 4.1. Kern & Sohn GmbH marka hassas elektronik terazi ve agat havan görselleri .....	40
Şekil 4.2 Karıştırma sonrası elde edilen tozlar .....	40
Şekil 4.3 Kalsinasyon işlem şeması .....	41
Şekil 4.4. Protherm marka kalsinasyon fırını .....	41
Şekil 4.5. Hidroliksan marka pres aleti ve boşaltılabilir pellet kalıbı .....	42
Şekil 4.6. Presleme sonucunda elde edilen tablet.....	43
Şekil 4.7. Sinterleme İşlem Şeması .....	44
Şekil 4.8. X ışınları ve Bragg kırınımı .....	45
Şekil 4.9. Malzemelerin XRD metoduyla analiz cihazı .....	46
Şekil 4.10. SEM (Taramalı elektron mikroskobu)' in çalışma prensibinin görseli.....	47
Şekil 4.11. EDAX Trident ( EDS (Enerji Dağılımı Spektroskopisi) – EBSD ( Elektron Geri Dağılım Difraksiyonu) – WDS ( Dalga Boyu Dağılımı Spektrometresi)) Analiz Sistemi .....	48
Şekil 5.1. x=0.00 oranındaki A malzemesinin XRD deseni.....	50
Şekil 5.2. x=0.05 oranındaki B malzemesinin XRD deseni.....	50
Şekil 5.3. x=0.10 oranındaki C malzemesinin XRD deseni .....	51
Şekil 5.4. x=0.15 oranındaki D malzemesinin XRD deseni.....	52
Şekil 5.5. x=0.20 oranındaki E malzemesinin XRD deseni .....	52
Şekil 5.6. A örneğinin SEM görüntüleri .....	56
Şekil 5.7. B örneğinin SEM görüntüleri.....	57
Şekil 5.8. C örneğinin SEM görüntüleri.....	58
Şekil 5.9. D örneğinin SEM görüntüleri .....	59

<b>Şekil 5.10.</b> E örneğinin SEM görüntüleri .....	60
<b>Şekil 5.11.</b> A örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları .....	61
<b>Şekil 5.12.</b> B örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları .....	62
<b>Şekil 5.13.</b> C örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları .....	62
<b>Şekil 5.14.</b> D örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları ve atomik yüzdeleri tablosu .....	63
<b>Şekil 5.15.</b> E örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları ve atomik yüzdeleri tablosu .....	63

## TABLolar DİZİNİ

<b>Tablo 2.1.</b> I. Tip süperiletkenlerin sahip olduđu kritik sıcaklık (K) ve kritik manyetik alan $H_c(T)$ deęerleri .....	13
<b>Tablo 2.2.</b> II. Tip süperiletkenlerin sahip olduđu kritik sıcaklık (K) ve kritik manyetik alan $H_{c2}(T)$ deęerleri .....	14
<b>Tablo 3.1.</b> BSCCO'larda $n=1,2,3$ için oluřan fazların özellikleri (Maeda, A., 1990). .....	32
<b>Tablo 4.1.</b> Örneęin hazırlanmasında kullanılan malzemeler ve özellikleri .....	39
<b>Tablo 5.1.</b> A, B, C, D ve E örnekleri için Bi-2223, Bi-2212 fazlarının hacim kesri .....	53
<b>Tablo 5.2.</b> Örneklerin ortalama grain büyüklükleri .....	54
<b>Tablo 5.3.</b> Örneklerin örgü parametreleri .....	54

## EKLER DİZİNİ

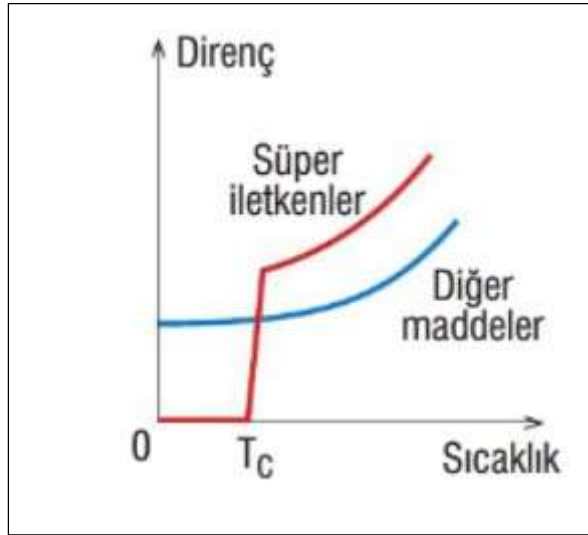
<b>Ek 1.</b> Literatürde Sinterlenmiş Tozların d Değerleri Listesi.....	73
---	----



# 1. GİRİŞ

Güç sistemleri nezdinde farklı durumlarda birçok sorunla karşılaşmaktadır. Kısa devre, aşırı yüklenme, yeni iletim hatları için yeterli alanın bulunmaması, gerilim çökmesi ve çok yüksek kayıplar olması başlıca örneklerdir. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri sahip oldukları mükemmel diamanyetik ve sıfır direnç özellikleri sayesinde elektrik güç sistemlerindeki bu problemi en aza indirebilmektedir.

Hollandalı fizikçi Onnes' un 1908 yılında kaynama sıcaklığı 4,2 K olan Helyumu sıvılaştırmasıyla düşük sıcaklık tarihi ( süperiletkenlik) başlamıştır (Oflaz, 2007, S:10). 1911' de Onnes; sıcaklık azalırken civa direncinin beklendiği gibi bir azalma gösterdiğini, fakat daha düşük sıcaklıklarda yaklaşık 4.2 K de direncinin de  $0.8 \Omega$  dan  $3 \times 10^{-6} \Omega$  gibi çok daha düşük bir değere düştüğünü gördü. Bu düşmenin  $0.01 \text{ K}$ ' lik bir sıcaklık aralığında olduğunu yani metalik civanın kritik sıcaklığın altında soğutulduğunda elektriksel direncinin keskin bir şekilde aniden düşerek, ölçülemeyecek kadar küçük değerlere ulaştığını Şekil 1.1' de de gösterildiği gibi gözlemledi. Onnes, bu sonsuz iletkenlik yani dirençsizlik durumuna kusursuz iletken anlamında **süperiletkenlik** adını verdi.



Şekil 1.1. Süperiletken madde ve normal metalin kritik sıcaklığının karşılaştırılması

Süperiletken malzemeler üzerine uygulanan manyetik alanı dışarıladığı için içindeki bütün noktalarda manyetik alan sıfırdır. Bu sebeple herhangi bir döngü içerisinde süperiletken bir malzemeye akım verildiğinde, hiçbir dirençle karşılaşmayacağı için; bir ısınma ve kayıp olmadan sonsuza kadar dolaşabilir.

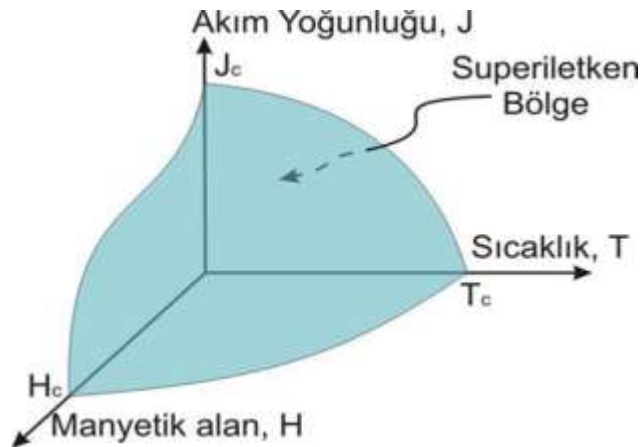
**Süperiletken;** bir malzemenin kritik sıcaklığı (bir gazın basınç uygulanarak sıvılaştırılabileceği en yüksek sıcaklığı) altına soğutulduğunda elektriksel direncinin sıfır olması ve üzerine uygulanan manyetik alanı tamamen dışarlamasıdır. Süperiletkenler manyetik alanı dışarlama özelliklerini düşük sıcaklıklarda kazanırlar. Bir süperiletken belli bir kritik sıcaklıkta ısıtıldığında, direnci olan normal bir metale dönüşmektedir. Sıcaklık ile malzemenin öz direnci azalır ve kritik sıcaklık değerine gelindiğinde öz direnç ( $\rho = 0$ ) sıfır olmaktadır. Malzeme üzerine uygulanan tüm manyetik alanı dışarlamaktadır. Bütün manyetik alanın dışarlanması olayına **Meissner Etkisi** denir.

Süperiletken malzemeler kritik manyetik alan değerlerine gösterdikleri tepkiye bakılarak; I. Tip süperiletken ve II. Tip süperiletken olmak üzere ikiye ayrılır.

• **I. Tip süperiletkenler** kritik manyetik alan  $H_c$  değerine kadar manyetik alanı dışarlayarak diyamanyetik olurlar. Kritik manyetik alandan büyük bir bölgenin varlığında süperiletkenlik ansızın ve tam olarak ortadan kalkar.

• **II. tip süperiletkenler**  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  olmak üzere iki kritik manyetik alanı vardır. Uygulanan alan  $H_{c1}$  alt kritik bölgesinden küçükse, element süperiletken ve içine manyetik alan giremez.

$H_{c1} < H < H_{c2}$  değerleri arasında ise madde karışık durumdadır.



Şekil 1.2. Kritik yüzey faz diyagramı şeması

Şekil 1.2.' de gösterildiği gibi kritik akım yoğunluğu, kritik manyetik alan ve kritik sıcaklık değerlerinin arasında kalan alan bize süperiletken bölgeyi verir. Bu değerlerin aşılması durumunda malzemenin süperiletkenliği bozulur ve normal duruma geçer.

Süperiletken malzemelerden; güç sistemlerinin uygulamalarında kullanılarak sistemin verimini artırmak, sistemin daha güvenilir ve kararlı çalışmasını sağlamak, sistemde kullanılan parçaların ağırlıklarını azaltmak, ebatını küçültmek ve karşılaştıkları güçlükleri (kayıplar, aşırı yüklenme, gerilim çökmesi vb. ) en aza indirmek, yeni teknolojilere imkan sağlamak üzere birçok uygulama üzerinde süperiletken malzeme kullanılmış ve halen geliştirilerek çalışılmaya devam edilmektedir.

Bilinen en güçlü elektromıknatıslar süperiletken mıknatıslardır. Bu süperiletken mıknatıslar, kütle spektrometrelerinde, MR makinelerinde ve parçacık hızlandırıcılarındaki ışın yöneten mıknatıslarda kullanılmaktadırlar.

Süperiletkenliğin keşfi sayesinde geliştirilen uygulamalar; Maglev Treni, manyetik rezonans görüntülemesi ( MRI ), magnetler, SQUID (kuantum girişim cihazı ), manyetik soğutucular, gemi itici gücü, dönüştürücüler ve açık deniz rüzgar jeneratörler olarak sayılabilir.

Elektrik enerjisinin hayatımızın bütün alanlarının içinde olması, güç sistemlerinin tasarlanmasının ve analizinin önemini artırmaktadır.

Kriyotron anahtarlı deneysel dijital bilgisayarlar, 1950'ler ve 1960'larda süperiletkenler malzemeler kullanılarak yapıldı. Dijital çevrimler yapmak için ise daha yakın zamanda hızlı tekil akım kuantumu teknolojisi esas alınarak süperiletkenler kullanılmıştır.

Süperiletkenler; malzemenin normal halden süperiletken hale geçmesindeki direnç değişimi dondurucu mikro-kalorimetre foton dedektörlerindeki termometreleri yapmak, aynı görüntü hassas bolometreler yapmak ve Josephson bağlantıları kurmak için de kullanılmaktadır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerde bize sağladığı ebat ve maliyet avantajı ile birkaç pazarlama alanında süperiletkenler kullanılmaya başlanmıştır. Mesela bir rüzgâr türübünün süperiletken olan malzemelerle yapılması daha ucuza mal olmaktadır (bkz. e-kaynak 1) .

Süperiletkenlik geliştikçe ileride kullanım alanları arasında elektrik gücü iletimi, manyetik yükseltim araçları, güç depolama aygıtları, süperiletken manyetik dondurma ve elektrik motorlar yer almaktadır. Ancak süperiletken malzemeler hareket eden manyetik

alanlara duyarlıdır, bu sebeple sabit manyetizmalı teknolojilere göre hareket eden manyetizmalı teknolojilerin geliştirilmesi, daha uzun sürede gerçekleşecektir. Süperiletken kablolar şu an kullandığımız elektrik kablolarına kıyasla, daha az yer kaplar ve daha verimlidir.

Bugüne kadar bulunan bütün süperiletkenlerin hala hiçbirini evlerimizde kullanamamızın sebebi, kritik sıcaklıklarının sıfırın altında ve çok düşük olmasından kaynaklanmaktadır.

Hangi malzemelerin kritik sıcaklık altında süperiletken olacağını kesin söyleyen bir kuram yoktur. Bu sebeple bilim adamları sürekli ve sabırla yeni malzemeler üretip, laboratuvarlarda çok düşük sıcaklıklara kadar soğutarak ( deneme – yanılma yöntemi ile ) yeni süperiletken malzemeler bulmak zorunda kalmaktadır.

Süperiletkenler de enerji kaybı olmadığından enerji depolanmasında kullanılabilirler ve süperiletken kablolar üretilerek güç santralleri arasında muazzam ölçüde enerji aktarılabilirler. Fermilab ve Büyük Hadron Çarpıştırıcısı'nda protonları saptıran mıknatıslar, süperiletken tellerden yapılmışlardır.

Fiziği, hızla geliştirmek ve elektronikte devrim yaratmak için fizikçiler yüksek sıcaklık süperiletkenliğini açıklayan yeni bir kuram bulmaya çalışıyorlar.

## **1.1. Süperiletkenliğin Keşfi ve Tarihsel Gelişimi**

### **1.1.1. Süperiletkenliğin Keşfi**

1908 yılında Hollandalı fizikçi Kamerlingh Onnes' un Helyumu sıvılaştırmasıyla düşük sıcaklık tarihi başlamıştır. O döneme kadar oksijen (O), azot (N), hidrojen (H) gazları sıvılaştırılmış ve sıvılaştırılmamış son katkısız gaz olarak helyum (He) kalmıştır. Onnes, 1908 yılının Temmuz ayında yaptığı çalışmaları sonucunda elde ettiği  $60 \text{ cm}^3$ ' lük sıvı helyumun yoğunluğunun mutlak sıfır civarında suya göre çok daha düşük yoğunlukta olduğunu ve böylece farklı bir fiziksel olayla karşılaştığını gördü. Daha sonra incelemelerinin doğrultusunu değiştirerek düşük sıcaklıklarda malzemelerin sistematik davranışı üzerine yoğunlaşarak çalışmalarına devam etti.



O dönemde yeni keşfedilmiş sıvı helyumu kullanan bir grup araştırmacı oda sıcaklığında (300K) mükemmel iletkenlik gösteren platinyum (Pt), bakır (Cu) ve altının (Au) davranışını incelemeye başladılar. Son derece düşük sıcaklıklarda iletkenlik özellikleri gösteren bu metallerin direncinin belli bir düzeyde sabit kaldığını gördüler. Kamerlingh Onnes, bu olayı malzemedeki safsızlıklara bağladığı için saf olarak bulunması daha kolay olan civayı (Hg) deneylerinde kullanmaya karar verdi.

Cıvanın kritik geçiş sıcaklığına en yakın olan helyumun atmosferik kaynama sıcaklığı,  $T_c = 4.2 \text{ K}$  ' dir. Cıva, o zamanda elde edilebilecek bir sıcaklıkta süperiletken malzeme haline geçmekteydi.

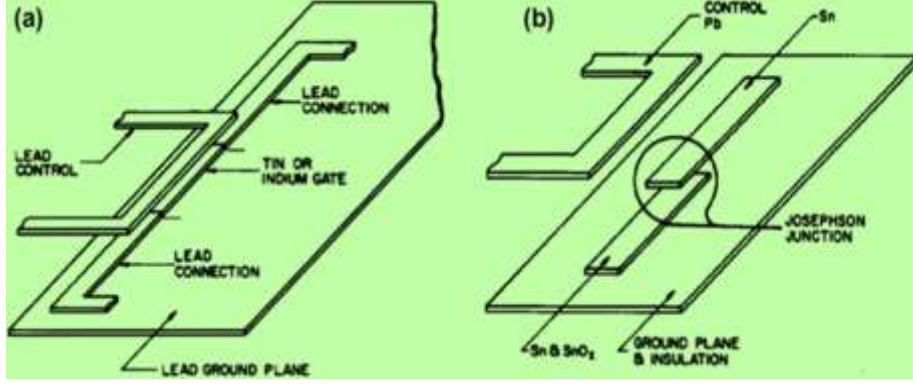
### 1.1.2. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi

1911: Kamerlingh Onnes cıva metalinde süperiletkenliği keşfetti ve 1913' te Nobel ödülü almaya layık görüldü.

1933: Walter Meissner ve Robert Ochsenfeld süperiletkenlerin manyetik alanları dışardıklarını (Meissner Etkisi) ortaya koydular. Böylece enerji harcamayan çok güçlü mıknatıslar yapıldı.

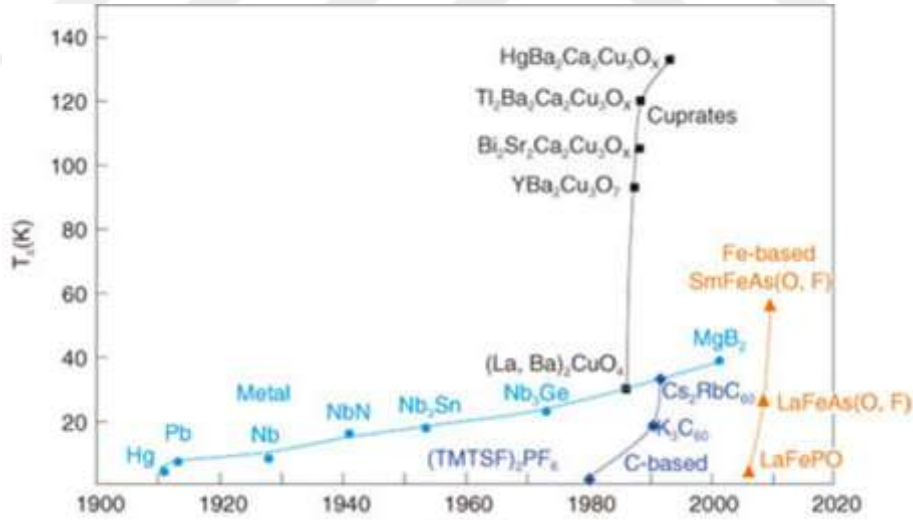
1957: John Bardeen, Leon Cooper ve John Schrieffer Süperiletkenlik mekanizmasını açıklayan BCS kuramını buldular. Bu kuram düşük sıcaklıktaki süperiletkenliğin bütün özelliklerini açıklayabiliyor. BCS kuramı 1972 yılında Nobel ödülü almalarını sağladı.

1962: Brian D. Josephson iki süperiletken malzeme arasına ince bir normal metal tabakanın sıkıştırılması sonucu içinden kararlı akımların geçebileceğini (Josephson eklemleri) öne sürdü. Bu fikir süperiletkenlerin elektronik uygulamalarda kullanılmasını sağladı.



Şekil 1.3. Josephson eklemlerinin elektronik ortamda gösterimi

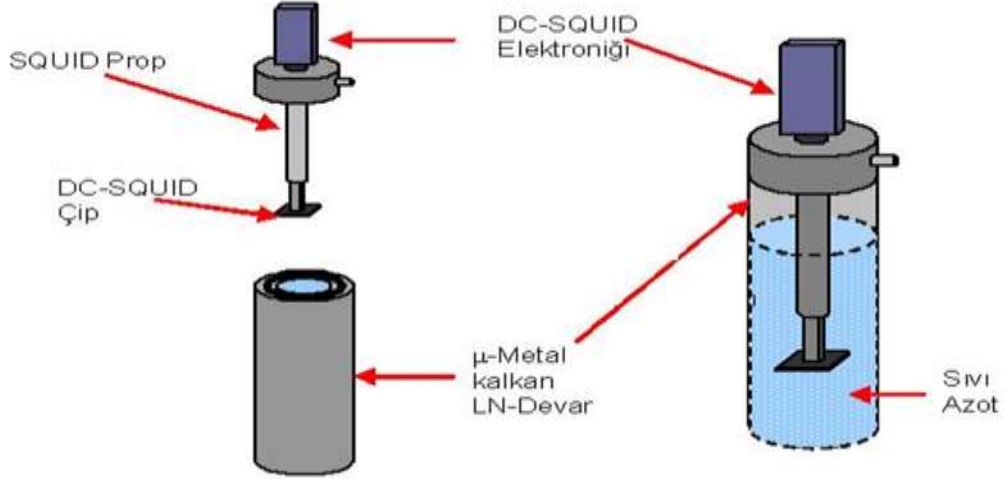
1986: Alex Müller ve arkadaşı Georg Bednorz lantan, baryum ve bakır oksit ( $Cu_2O$ ) seramiğinin üzerinde çalışmışlar ve 30 K' de seramiğin süperiletken özelliklere sahip olduğunu gösterdiler. Artık alaşımlara geçilmiş oldu. Daha önce tek elementler üzerinde çalışılırken 1986' dan sonra alaşımlarla çalışılmaya başlandı. Bir yıl sonra Nobel ödülü aldılar.



Şekil 1.4. Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi

1987: İlk defa çalışılan süperiletken malzemeler 77 K' de olan azotun kaynama sıcaklığını geçmiş oldu. Böylece Helyum yerine azot kullanarak azotla çalışan soğutucularla, süperiletkenler üzerinde işlem yapmak ve teknolojik uygulamalarda kullanmak mümkün oldu. Yitriyum tabanlı süperiletkenlerin (YBCO) bulunmasıyla yüksek sıcaklık

süperiletkenlerine geçilmiş oldu. Böylece, helyuma göre daha ucuz, avantajlı ve daha kolay bulunabilen azot kullanılmaya başlandı.



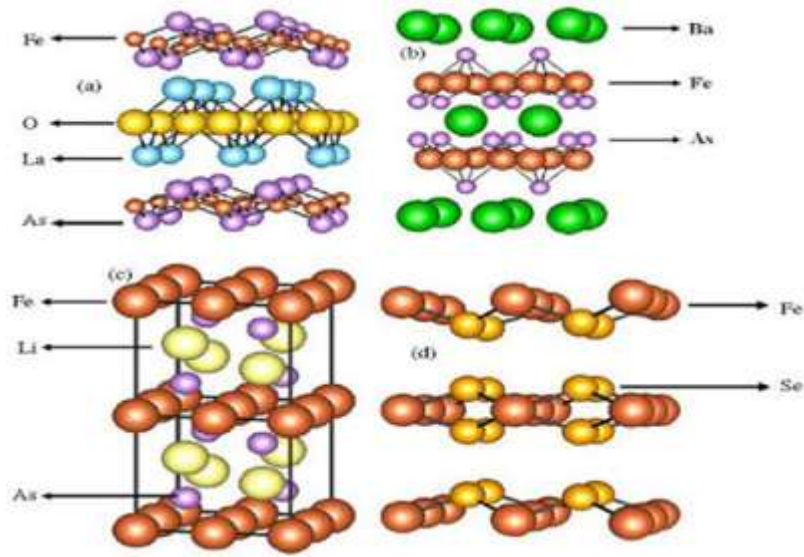
Şekil 1.5. Kalıcı mıknatıs deneyi görseli

Şekil 1.5’de bir süperiletken maddeye kritik sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda ve üstten hafif, küçük ama kuvvetli bir mıknatıs yaklaştırılmış, mıknatısın süperiletken madde üzerinde kaldığı görülmüştür. Bu olay madde süperiletken fazda kalmaya devam ettiği sürece aynı kalır.

1995: Kritik sıcaklığın 138 K olduğu cıvalı bileşikler ( HTS süperiletkenler) seramiği keşfedildi.

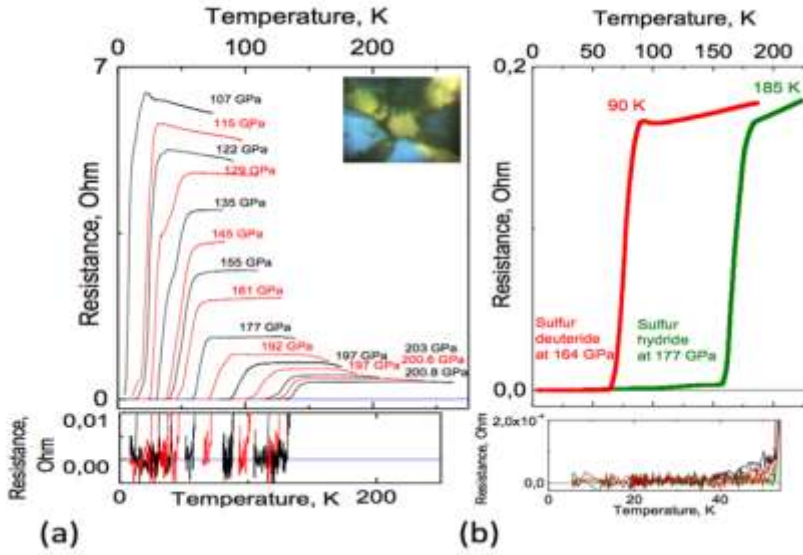
2001: Jun Akimitsu ve ekibi metalik bileşik olan  $MgB_2$ ’ ın 39 K’ de süperiletkenliğe geçtiğini gösterdiler. Mg ve B diğer süperiletken malzemelere göre düşük maliyetli materyallerdir ve herhangi bir toksin problemleri bulunmamaktadır.

2008: Demir ( $Fe$ ) tabanlı bileşiklerde 26 K geçiş sıcaklığında süperiletken olduğu bulundu. Hideo Hosono ve arkadaşları tarafından, Tokyo’nun Teknoloji Enstitüsü’ nde Lantanyum oksit demir arsenik florür ( $LaO_{1-x}F_xFeAs$ ) bileşiği bulunmuştur (Hiroki Takahashi, 2008, S. 8).



Şekil 1.6. FeAs–temelli sistemlerin (a) 1111 (b) 122 (c) 111 (d) 11 kristal yapısı

2015: Katı  $H_2S$  de megabar mertebelerindeki basınç altında 203 K’ de süperiletken keşfedildi.



Şekil 1.7. (a) Büyüyen basınçlarda ölçülen kükürhidrit ( $H_2S$ ). 135 GPa’ dan daha düşük basınçlardaki grafikler. Altta: Direnç sıfıra yakın grafikler. (b) Benzer basınçlarda sülfür döterid ve hidridin süperiletkenlik aşamalarının karşılaştırılması. Altta: Direnç sıfıra yakın grafikler

## 2. KAYNAK ÖZETLERİ

### 2.1. Süperiletkenliğin Temel Kavram Ve Kuramları

#### 2.1.1. Süperiletkenliğin Temel Kavramları

##### 2.1.1.1. Meissner Etkisi

Süperiletkenliğin bulunmasıyla, seneler içinde bir süperiletkenin sadece ideal bir iletken (sıfır dirençli bir metal) olduğu kabul edildi. Mükemmel diyamanyetik özellikler gösteren bir iletken, dış manyetik alan sıfırken, kritik sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda, manyetik alan içine sokulduğunda, manyetik alan çizgileri dışına çıkarlar. Bunun sebebi ilgili alanın iletken yüzeyine tesir etmesiyle birlikte, Lenz kuralı çerçevesinde alanın tersi yönde bir manyetik alanın ortaya çıkmasından kaynaklanır. İletkene önce bir manyetik alan uygulanıp, daha sonra soğutulduğunda, malzeme içine giren manyetik akı dış manyetik alan kaldırılrsa dahi aynı kalır. Mükemmel iletkenlerin, manyetik alan içindeki eylemi, alan değişimlerini önlemeye çalışan Eddy Akımları ile açıklanabilir.

Elektrik akımına karşı gösterilen dirence özdirenç ( $\rho$ ) denir. Sıcaklık ile malzemelerin özdirenci azalır ve kritik sıcaklık değerine ulaştığında özdirenç ( $\rho = 0$ ) sıfır olur.

Bir malzemenin akı yoğunluğunun ( birim alandaki kuvvet çizgileri miktarı =  $B$  ) elektro – mıknatıslanma kuvvetine ( alanın uyguladığı ortamdan yayılan kuvvet çizgileri =  $H$  ) oranına manyetik alınganlık ( $\mu$ ) denir ve

$$\mu = B/H \quad (2.1)$$

eşitliği ile tanımlanır.

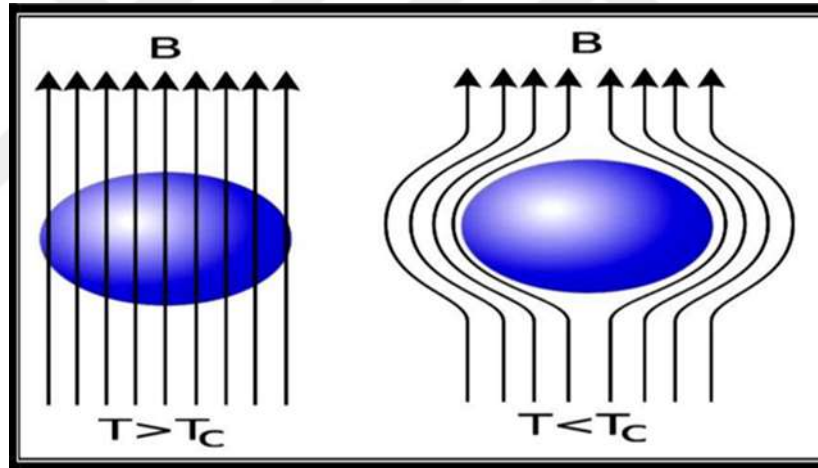
Silindir ekseni boyunca yönelmiş olan bir dış alana  $R$  yarıçaplı ideal bir süperiletken yerleştirildiğinde; perdeleme akımı, silindiri çevreleyen daire şeklindeki eksenler içinde akmaya başlar. Dış manyetik alan içine konan silindir mıknatıslanma kazanır. Malzeme içindeki indüksiyon alanı sıfır olduğu için silindirin derinliklerine doğru,  $H$  alanı

manyetizasyonu dengeler.

Bu durumda manyetik alınganlık değeri -1 olmaktadır. Malzeme üzerine uygulanan bütün manyetik alanı dışarlamaktadır ve manyetik alanın dışarlanması olayına **Meissner Etkisi** denir.

Meissner Etkisi çok önemli bir keşiftir. Bu keşifle sıfır indüksiyon,  $H < H_c$ 'de süperiletken malzemeler için ayırt edici bir özellik olarak kullanılabilir. Daha da önemlisi bu olay malzemenin süperiletken hale geçerken bir faz geçişi olduğunu gösterir.

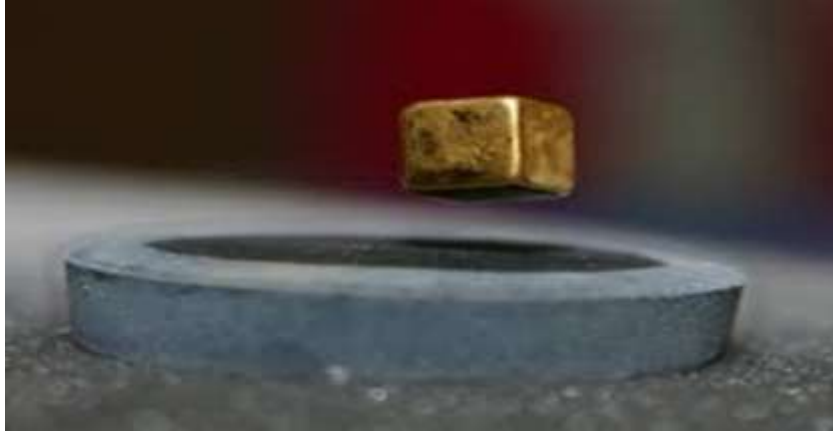
Şekil 2.1' de gösterildiği gibi süperiletken bir malzeme; sıcaklık kritik sıcaklıktan büyük ise; uygulanan manyetik alan malzemeye nüfuz eder fakat sıcaklık kritik sıcaklıktan küçük ise; malzeme, uygulanan manyetik alanı dışarlar. Bu çerçevede irdelendiğinde, zaten süperiletkenlerin mükemmel iletken değil, mükemmel diyamanyetik malzemeler oldukları ortaya çıkmıştır.



(a)

(b)

**Şekil 2.1. Meissner Etkisi:** Süperiletkenin içindeki manyetik alanın dışarlanması süreci

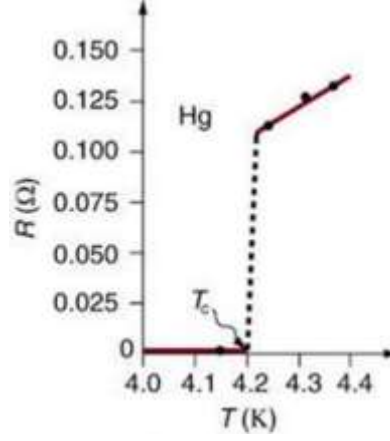


**Şekil 2.2.** Süperiletken malzeme ve mıknatıs arasında oluşan manyetik levitasyon

W. Meissner ve R. Ochsenfeld (1933) yapmış olduğu çalışmada sıcaklığın kritik sıcaklıktan küçük olduğunda ( $T < T_c$ ), süperiletken içinde indüklenen alanın ( $B$ ), dış manyetik alanın uygulanış aşamasından tam olarak serbest olarak sıfır olduğunu tespit etmişlerdir. Aynı çalışma kapsamında, süperiletken bir dış manyetik alan içinde soğutulursa, geçiş sıcaklığına eriştikten sonra, içindeki bütün manyetik alan çizgilerini uzaklaştıracağını tespit etmişlerdir ( $B=0$ ) (1933, S. 787). 1945 yılında V. Arkadiev tarafından yapılmış olan çalışmada bu özellik, bir süperiletken malzeme yüzeyinin üzerine konan küçük bir mıknatısı uzaklaştırarak gösterilmiştir ve bu Meissner Etkisini gösteren tanınmış bir deney olarak bilinir.

#### **2.1.1.2. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ )**

Sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümünde sıcaklık değeri belirli bir değerin altına inildiğinde direnç aniden sıfıra düşer (Şekil 2.3). **Kritik sıcaklık**, direncin aniden sıfıra düştüğü sıcaklık olarak tanımlanmaktadır ve  $T_c$  ile gösterilir (Kılıç, 2008).



**Şekil 2.3.** Civanın süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı

Kritik sıcaklığın başlangıç ve son noktası arasındaki fark aralığı yani dirençteki düşüşün eğimi dar ise I. tip süperiletken yani saf, kaliteli, homojen ya da tek kristal yapıdadır. Aralık geniş ise II. tip süperiletken yani saf bir iletken olmadığını gösterir.

Rose-Innes ve Rhoderick 1994 kitabında belirtildiği gibi; pek çok metal için süperiletkenliğin keşfedilmesinden sonra, kendine özgü ayrı bir değer (metallerin özelliklerine göre) altında dirençlerinin sıfıra gittiği görülmüştür. Süperiletken malzemelerin kritik sıcaklık değerleri küçük miktardaki safsızlıklara duyarlı değildir. Fakat kritik sıcaklığı manyetik safsızlıklar düşürmeye çalışmaktadır. Metal içinde çok küçük oranlarda safsızlıklar bulunmaktadır. Bu nedenden ötürü geçiş keskin olmamaktadır. Bu duruma paralel olarak geçiş sıcaklığı da net olmamaktadır. Metalin sıcaklığı yükseldiğinde örgü titreşim frekansı da artmaktadır. Bu duruma bağlı olarak, serbest elektronların hareketleri de kısıtlanarak akım azalmaktadır. Sıcaklıktan dolayı elektronların titreşim frekansı kristal örgüyle çarpışmaları sonucu ısı açığa çıkarılmaktadır. Sıcaklık düşürüldükçe elektriksel direncin gerilemesi normal metalik davranış olarak gözlemlenmektedir. Ancak, süperiletken malzemeler kritik sıcaklık değerindeki sıcaklıkta sıfıra düşebilen elemanlardır. Bu kapsamda, sıcaklık bu kritik sıcaklık değerinin altında kaldığı sürede direnç hep sıfırdır. Bu durum **süperiletken hal** olarak tanımlanmaktadır. Bu kapsamdaki geçişe **süperiletken hal faz geçişi** olarak tanımlanmaktadır.

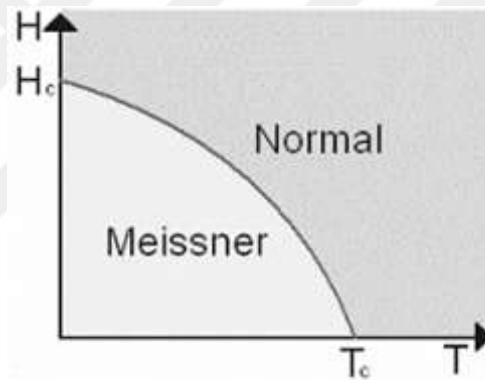
Süperiletken olmayan malzemelerin direnci, azalan sıcaklıkla düşme eğiliminde bulunsun da sıfır olmamaktadır (Kılıç, 2008).



### 2.1.1.3. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ )

**I. tip süperiletkenler** kritik manyetik alan  $H_c$  değerine kadar manyetik alanı dışarılayarak tamamen diyamanyetik yani süperiletkenlik özelliklerini gösteren malzeme olurlar (Kılıç, 2008). Kritik manyetik alandan büyük bir bölgenin varlığında süperiletkenlik durum ansızın ve tamamıyla ortadan kalkmaktadır. Kritik alan değerine kadar uygulanan alanı I. tip süperiletkenler dışarılarlar (Yazıcı, 2012). Kritik alan değeri I. tip süperiletkenlerin birçoğu için 0.1 Tesla' dır. I. tip süperiletkenlerin sahip olduğu kritik sıcaklık ve manyetik alan verileri aşağıdaki tabloda sunulmuştur.

Alüminyum (Al), Titanyum (Ti), Kalay (Sn), Kurşun (Pb), Civa (Hg) vb. metaller ilk keşfedilen süperiletkenlerdir.



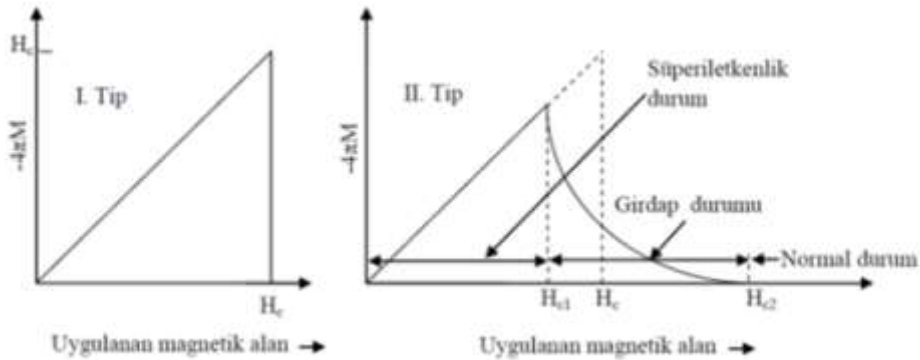
**Şekil 2.4.** I.tip Süperiletkenlerin Kritik Manyetik Alanın Sıcaklık ile Değişimi Grafiği

**Tablo 2.1.** I.Tip süperiletkenlerin sahip olduğu kritik sıcaklık (K) ve kritik manyetik alan  $H_c(T)$  değerleri

I.Tip Süperiletkenler	$T_c$ (K)	$H_{c(0)}$ (T)
Alüminyum(Al)	1.196	0.0105
Kalay(Sn)	3.722	0.0305
Civa(Hg)	4.153	0.0410
Kurşun(Pb)	7.193	0.0803
Niyobyum (Nb)	9.260	0.1991
Galyum(Ga)	1.083	0.0058
İndiyum(In)	3.408	0.0281
Tantal(Ta)	4.470	0.0829

**II. tip süperiletkenlerin** davranışları I. tip süperiletkenlerden farklılık göstermektedir. II. tip süperiletkenler, karmaşık maddeler olduğu için çoğu geçiş metalleri ve diğer alaşımlardan meydana gelmektedir. II. tip süperiletkenlerin de ilk kritik alan değerinden yüksek ikinci bir kritik alan değeri bulunmaktadır. Eğer uygulanan alan ilk kritik alan değerinden büyükse, madde tüm uygulanan alanı daha fazla dışarlamaz. Bu kapsamda, süperiletken maddenin çoğu bölgeleri normal duruma dönüşmektedir. II. tip süperiletken, manyetik alan ikinci kritik alan değerinin tamamen geçene kadar dirençle karşılaşmaksızın ilerlemeyi sürdürmektedir. Yani;  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  olmak üzere iki tane kritik manyetik alan değeri bulunmaktadır. Uygulanan alan  $H_{c1}$  alt kritik alanından küçükse, madde süperiletken ve içine manyetik alan giremez.  $H_{c1} < H < H_{c2}$  değerleri arasında ise madde karışık durumda olarak tanımlanmaktadır.

Şekil 2.5’ de süperiletkenlerin mıknatıslanma eğrileri ve Tablo 2.2’ de bazı II. Tip süperiletkenlere ait  $T=0$  K ‘deki kritik manyetik alan değerleri ve kritik geçiş sıcaklıkları verilmiştir.

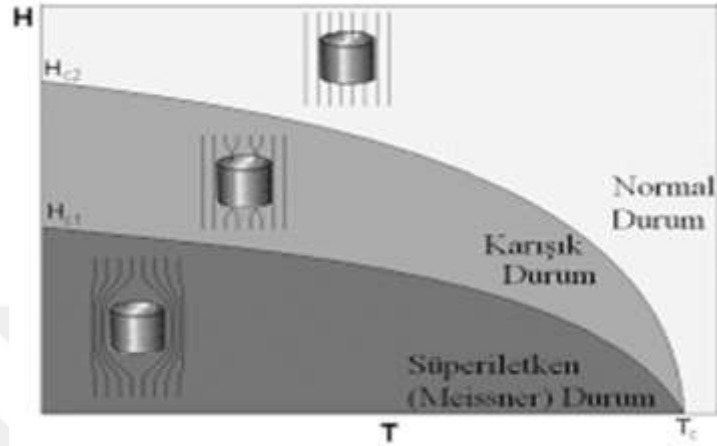


**Şekil 2.5.** I. Tip ve II. Tip süperiletken malzemelerin mıknatıslanma eğrileri grafiği

**Tablo 2.2.** II. Tip süperiletkenlerin sahip olduğu kritik sıcaklık (K) ve kritik manyetik alan  $H_{c2}$ (T) değerleri

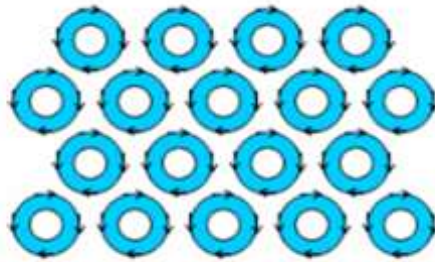
II. Tip Süperiletkenler	$T_c$ (K)	$H_{c2}$ (T)
$Nb_3Al$	18.7	32.4
$Nb_3Ge$	23.2	38
NbN	15.7	15.3
NbTi	9.3	15
$Nb_3(AlGe)$	21	44
PbMoS	14.4	60
LaSrCuO	36	32
YBaCuO	92	120
BiSrCaCuO	125	89
HgBaCaCuO	135	190

Şekil 2.6' de de görüldüğü gibi, **karışık halde** malzemeye manyetik alan kısmen nüfuz eder. Süperiletken madde sıfır dirence sahip olabilir.  $H_{c1}$  ' den büyük alanlarda manyetik alan kısmen dışlanır. Vorteksler (girdap) gerçekleşmektedir. Uygulanan alanın şiddeti arttıkça vorteks sayısı çoğalmaktadır (Kılıç, 2008) . Uygulanan alan  $H_{c2}$  ' ye ulaştığında madde tamamen normal hale ulaşmaktadır (Yazıcı, 2012).



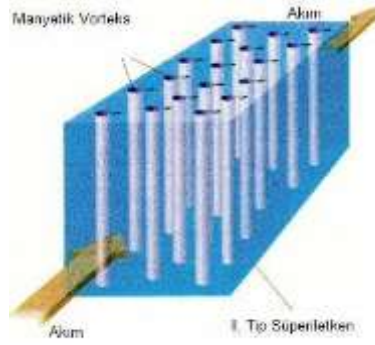
**Şekil 2.6.** II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan – sıcaklık ilişkisi

Oluşan bütün vorteksler bir manyetik akı kuantumu taşır (Tinkham, 1996). II. tip süperiletken de vorteksler düzenli üçgenel örgü formunda olup; Vorteks merkezleri de normal durumdadır (Bilgili, 2013) (Şekil 2.7).



**Şekil 2.7.** Bir vorteks çekirdeğinin etrafında dönen perdeleme akımları

Şekil 2.8 görüldüğü gibi II.tip süperiletkenlere bir akı uygulandığında karışık durumda yani ara bölgede oluşan manyetik girdaplar (vorteksler) bir kuvvet hissederler. Hissedilen bu kuvvet Lorentz Kuvveti' dir. Bu kuvvet girdabı akı geçişine doğru sağ yönde iter. Bu itme hareketi enerjiyi dağıttığı için bir direnç oluşturur.



**Şekil 2.8.** Süperiletken malzeme içindeki akı tüplerinin gösterimi

Süperiletkenin sıcaklığı  $T_c$  değerinin (kritik sıcaklık) altında bir sıcaklıkta iken malzemeye uygulanan manyetik alan değeri arttırıldığında ve belirli bir değere geldiğinde malzemede süperiletken fazdan normal faza bir geçiş olduğu görülür. Malzemeyi süperiletken özellikleri gösterdiği durumdan normal duruma geçiren ve sıcaklığın bir fonksiyonu olarak değişen manyetik alan değerine **kritik manyetik alan** denir (Ömür, N., 1915).

Malzemenin süperiletken durumda kalabilmesi için kritik manyetik alan değeri ile birlikte kritik sıcaklık değerinin de altında bulunması gerekir (Kılıç, 2008). Malzemeye uygulanan manyetik alan şiddetinin; bulunduğu sıcaklığa ait kritik manyetik alan değerinden düşük olması gerekmektedir şeklinde de açıklanabilir (Tilley, 1986). Kritik alan ve sıcaklık arasında (2.2) eşitliğinde ki gibi deneysel olarak tanımlanan bir ilişki vardır (Taşar, 1996).

$$H_c(T) = H_c(0) \left(1 - \frac{T^2}{T_c^2}\right) \quad (2.2)$$

Burada  $H_c(0)$  değeri; mutlak sıfıra denk gelen kritik manyetik alanın değeridir.

#### 2.1.1.4. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ )

Bir süperiletken malzemedan süperiletkenliğini bozmadan taşınabilecek akım miktarının üst limit değerine **kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ )** denir.

Silindirik yapıya sahip,  $r$  yarıçaplı ( $r = \lambda$  (sızma derinliği)) süperiletken malzemedan yapılmış bir telden  $I$  akımı geçirildiğinde Ampere Yasası' na göre;

$$\int \mathbf{B} \cdot d\ell = \mu_0 \cdot I \quad (2.3)$$

eşitliğine bakıldığında süperiletken teli çevreleyen bir B alanı oluşur. (2.3) eşitliğinden

$$B \cdot 2\pi r = \mu_0 \cdot I \quad (2.4)$$

elde edilir ve B alanı değeri kritik  $B_c$  değerine ulaştığında teldeki akımda kritik değerine gelmiş olur. Bu sebeple kritik akım değeri süperiletkenlerde kritik manyetik alan oluşturan akımdan daha büyük olamaz. Kritik akımın olduğu durumda tel süperiletken olma özelliğini kaybeder ve bu durumda telin kritik akımı,

$$I_c = 2\pi r B_c / \mu_0 \quad (2.5)$$

eşitliğindeki gibidir.

Kritik akım yoğunluğu da

$$J_c = 2 B_c / \mu_0 \cdot r \quad (2.6)$$

biçiminde ifade edilir.

II. tip süperiletkenlerin keşfine kadar I. tip süperiletkenler yüksek akımlar taşıyamadıkları için; günlük hatta kullanılmamışlardır (Kılıç, 2008). II. Tip süperiletkenlerin bulunması ile birlikte I. tip ve II. tip süperiletkenlerin taşıyabildikleri akım verileri arasında çok farklı değerler tespit edilmesiyle hem II. Tip süperiletkenler üzerine çalışmalar artırılmış hem de endüstride kapsamlı olarak kullanılmışlardır.

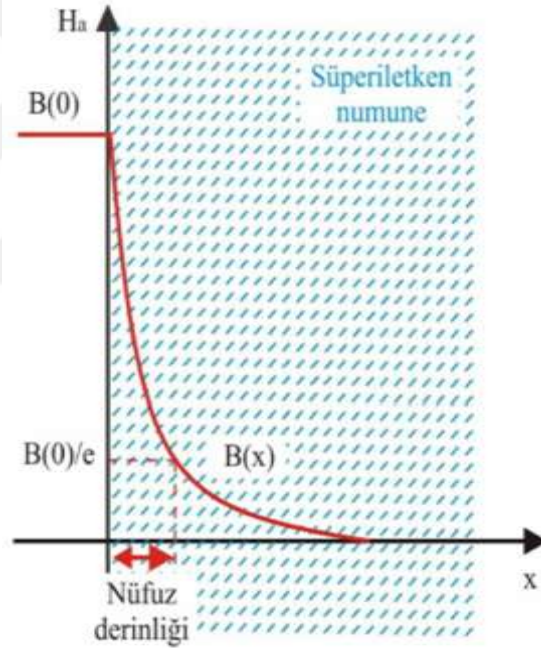
### 2.1.5. Sızma Derinliği ( $\lambda$ ) ve Eşyuyum Uzunluğu ( $\xi$ )

I. Tip süperiletkenlerde; manyetik alanın süperiletkenin içinden dışarı atılması ile oluşan yüzey akımları, sızma derinliğinin ( $\lambda$ ) bir sonucudur. Dışarlanma sonucu meydana gelen yüzey akımları, sadece malzemenin yüzeyindeki çok ince tabakada oluşmazlar. Aksine, akımlar yüzeyden maddeye nüfuz eder ve sonlu kalınlıkta bir tabaka üzerine dağılırlar. Manyetik alan (H) derinlikle değişir. Bu derinlik sızma derinliği ( $\lambda$ )'dir. Sızma derinliği (2.8) eşitliği ile hesaplanır (London ve London 1935).

$$\lambda_{(T)} = \lambda_0 \left[ 1 - \left( \frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (2.7)$$

$$H_x = H_0 \exp \left( - \frac{x}{\lambda} \right) \quad (2.8)$$

Ginzburg ve Landau (1992)'nin belirttiğine göre, süperiletkenlerde elektronlar arasında bir etkileşim olur. Bu etkileşimin sınırları belli bir mesafede gerçekleştiğini ifade ederek elektron çifti arasındaki mesafeyi “eşuyum uzunluğu,  $\xi$ ” olarak tanımlamışlardır. Ginzburg ve Landau (1992) teorisi kapsamında I. Tip süperiletkenlerde iç eşuyum uzunluğu, genellikle  $0.3 \mu$  (mikron)'u geçmektedir. Saf bir metalde, gerçek eşuyum uzunluğu çoğunlukla bu değerle aynıdır. Fakat alaşımlar ve saf olmayan bileşikler için elektronlar arası ortalama serbest yol daha küçük olduğu için eşuyum uzunluğu da daha küçüktür. II. Tip süperiletken sistemler de bu gruba girmektedir. Bir süperiletken malzemede elektronların ortalama serbest yolunu değiştirebilmek için örgü kusurları değiştirmek gerekir. Örgü kusurlarının değiştirilmesiyle yani elektronların serbest yolunun değiştirilmesiyle teknolojik açıdan daha iyi süperiletkenlik özellikler gösteren malzemeler üretmek mümkündür.

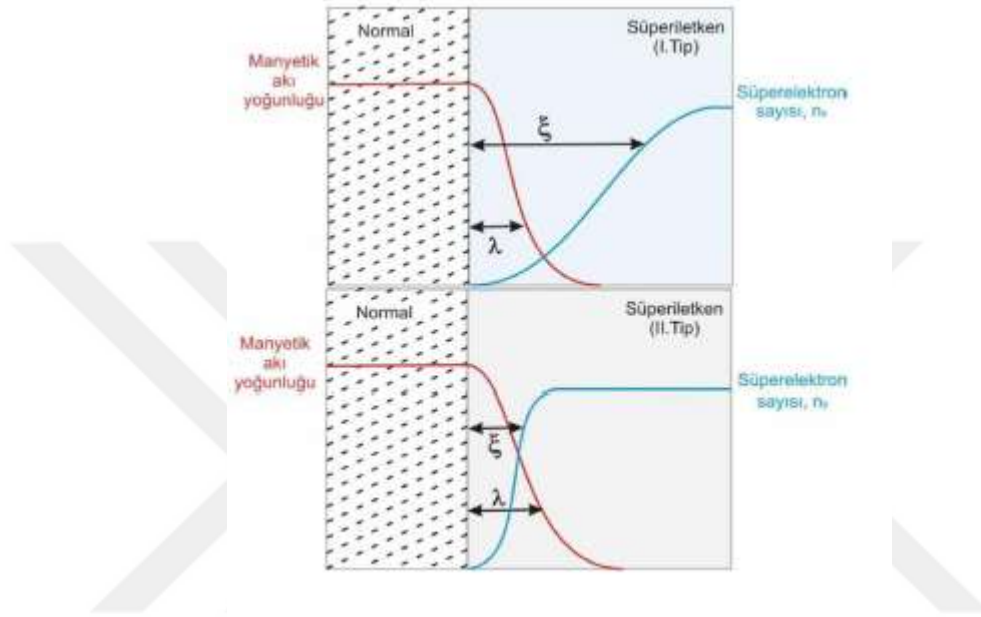


**Şekil 2.9.** H alanının malzeme yüzeyinden x uzaklığı ile değişimi

Kılıç, (2008)'in belirttiği gibi, geçiş sıcaklığının altında bir sıcaklığa süperiletken malzemeler soğutulduğu zaman, iletim elektronlarına karşı fazladan bir düzen oluşur. Oluşan bu sıcaklıkta süperiletken içindeki elektronlar normal elektronlar ve süper elektronlar olmak üzere ikiye ayrılır.

Normal bölgede bulunan elektronların hepsi normal elektronlar olarak ve aynı şekilde mutlak sıfırda bulunan elektronların hepsi de süper elektron olarak davranır (Kılıç, 2008).

**Eşuyum uzunluğu**'ndan dolayı normal ve süperiletken bölgeler arasındaki sınırın keskin olmadığı görülür. Çünkü süperiletken malzemeler yoğunluğu normal bölgede sıfırdan başlar ve süperiletken bölgedeki  $n_s$  (süperelektron sayısı) değerine kademeli bir şekilde eşuyum uzunluğu mesafesine kadar Rose – Innes ve Rhoderict (1994)' inde kitabında belirttiği gibi ulaşır.



**Şekil 2.10.** I. tip ve II. tip süperiletkenlerin malzeme sınırındaki eşuyum uzunluğu ve sızma derinliğinin grafiği

Etkileşim mesafesi her bir süperiletken elektron çifti için farklılık gösterir. Belirsizlik ilkesine göre elektron çifti arasındaki bu mesafe,

$$\Delta \vec{x} \cdot \Delta \vec{p} > h/2\pi \quad (2.9)$$

$\vec{v}_F$  Fermi enerji düzeyindeki hız olmak üzere,

$$\Delta \vec{x} > h\vec{v}_F / 2\pi k_B T \quad (2.10)$$

eşitliğindeki değerinden büyük olmalıdır. Bu değer “iç eşuyum uzunluğu” olarak verilir. Süper elektronlarda olduğu gibi normal elektronlar içinde bu eşuyum uzunluğu aynıdır. Paralel bir devreye aynı şekilde iki direnç uygulandığında, eşuyum uzunluğu aşağıdaki gibidir.

$$\frac{1}{\xi} = \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{\ell} \quad (2.11)$$

eşitlikte  $\xi_0$  iç eşuyum uzunluğunu,  $\ell$  simgesi de elektronlar için ortalama serbest yolu gösterir.

## 2.2. Süperiletkenliğin Temel Teorileri

### 2.2.1. London Denklemleri

London teorisi, Fritz ve Heinz London kardeşler tarafından 1935 yılında süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk teori olarak ortaya konulmuştur.

Elektromanyetik alandaki süperiletken için akım, elektrik alan ve manyetik alan arasındaki ilişkinin doğrusallığı London Denklemleriyle tanımlanmaktadır. Fritz ve Heinz London kardeşler Ohm yasasını değiştirmişler; I. tip süperiletkenler için Meissner olayını ve elektriksel iletkenliği açıklamışlardır.

Ayrıca Maxwell denklemlerinden yararlanarak da I. tip süperiletkenler için elektromanyetik alanı tanımlayan iki yeni eşitlik ortaya koymuşlardır (London ve London, 1935).

**1. London Denklemi** mükemmel iletkenliği tanımlayan denklemdir (Kılıç, 2008). Akım yoğunluğu  $J_s$  denge durumunda sabit olacağı için, zamanla değişimi sıfır olur. 1. London denklemi malzeme içinde elektrik alanın sıfır olacağını bize gösterir.

$$E = \frac{m}{n_s e^2} \frac{\partial j_s}{\partial t} \quad (2.12)$$

Burada;  $m$  süper elektron kütlelerini,  $n_s$  birim hacimdeki süper elektronların sayısını ve  $e$  süper elektronların yükünü ifade eder.

**2. London Denklemi:** Süper akımın manyetik alan ile arasındaki ilişkiyi belirtir.

$$\nabla \times j_s = \frac{n_s e^2}{m} B \quad (2.13)$$

**London sızma derinliği**, London denklemleri aracılığıyla bir süperiletkene manyetik alanın nasıl nüfuz ettiğini belirtmektedir. Sıcaklık mutlak sıfırdan başlayarak arttırıldığında,



nüfuz (sızma) derinliği de ona bağlı olarak artar. Bunun sonucunda sıcaklık kritik sıcaklığa eşit hale geldiğinde ise nüfuz derinliği sonsuza gitmektedir. Böylece London denklemleri malzemenin normal hale dönmesini ve manyetik akıyı tamamen içine almasını açıklamaktadır. Süperiletken malzemede oluşan yüzey akımları da manyetik alanın maddenin iç noktalarından dışarlanması (Meissner etkisi) sonucunu doğurmaktadır.

$$\lambda_L = \left( \frac{m}{\mu_0 n_s e^2} \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.14)$$

Burada;  $\lambda_L$  London sızma derinliği,  $\mu_0$  boşluğun manyetik geçirgenliğidir.

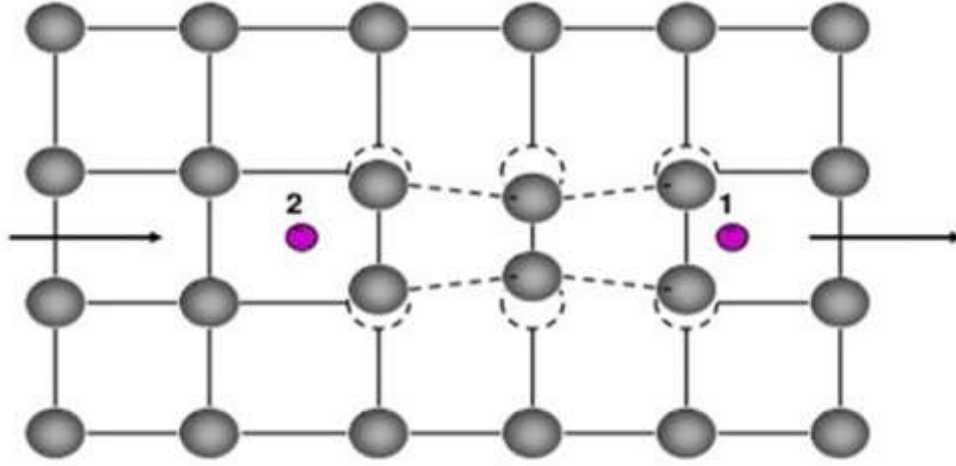
London teorisi süperiletken ve normal durum arasındaki sınırda oluşan ara yüzey enerjisini; pozitif olarak açıkladığı için I. tip süperiletkenlerin davranışını açıklayabiliyor. Ancak negatif olmasını açıklayamadığı için II. tip süperiletkenlerin davranışını açıklamada yetersizdir.

### 2.2.2. BCS Teorisi

BCS Teorisi Coulomb itmesinin üstesinden gelen düzenli elektronlar ve temel düzensizlikleri konularını içermektedir(Kılıç, 2008). Bu bağlamda örgü titreşimlerinin süperiletkenlikte nasıl değişikliklere yol açtığı ve elektron – fonon etkileşiminin süperiletkenliğe neden olabildiği düşüncesi üzerinde durulmaktadır.

BCS Teorisinin özünde; Fermi yüzeyine yakın dar bir enerji aralığında bulunan elektronlar arasında çekimsel etkileşme olduğu ve mutlak sıfır civarındaki süperiletkenliği açıklamaya çalışmak vardır (bkz. e-kaynak 1).

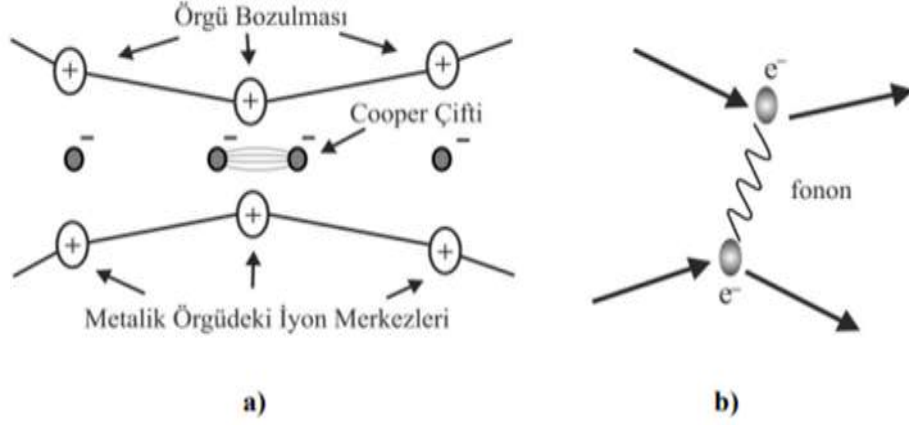
BCS teorisine göre; düşük sıcaklıklarda elektron Cooper çiftleri adı verilen ikililer oluştururlar ve bu çiftler iletken içerisinde atomlara çarpmadan hareket ederler.



**Şekil 2.11.** Örgü bozulmasından ortaya çıkan çekici etkileşmenin görseli

Şekil 2.11’de görüldüğü gibi metal içindeki elektron serbest parçacık olarak normal hareket eder. Elektronlar negatif yüklü olduğu için, aynı kutupların birbirini itmesi kuranıma göre diğer elektronları iter. Fakat zıt kutupların birbirini çekmesi kuramına göre de metalin sert tabakasında oluşan pozitif iyonları da çeker. Pozitif iyonların çekilmesi iyon örgüsünün şeklini değiştirir ve daralmalar meydana gelir. Elektronun doğrultusunda iyonlar hızlı değildir ve yavaşça hareket ederler. Böylece etrafta oluşan pozitif yükün örgü öz kütlesi artmış olur. Bu pozitif yükün örgü öz kütlesi fazla olduğu için diğer elektronları çekebilir. Bulunduğu yerden çıkarılan iyonlardan dolayı yakın olmayan mesafelerde elektronlar arasında bu çekim, elektronlar arasındaki itmeyi ortadan kaldıracaktır. Elektronlar negatif yüklü oldukları için, bu elektronların bir çift haline gelmesine neden olur. Bu etki elektron-fonon etkileşiminden kaynaklanmaktadır (bkz. e-kaynak 12).

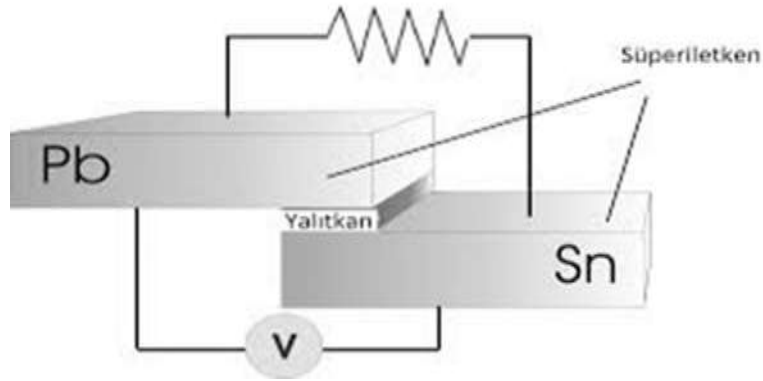
Sonuç olarak; elektronlar arasında Coulomb ve fonon indüklemeli etkileşimlerin sonucu olarak oluşan net etkileşim çekimsel olduğu için metaller süperiletken özelliklerinde davranış gösterir (Bilgili, 2013).



Şekil 2.12. a) Çekici etkileşme sebebiyle örgünün bozulması b) Fonon değişimi sonucu oluşan elektron-elektron etkileşmesi tablosu

1960 yılında, süperiletken bir metaldeki enerji aralığının deneyler yapılarak doğrudan ölçülmesi; **Josephson Etkisi** ile, elektronların iki süperiletkeni birbirinden ayıran çok ince yalıtkan filminden tünelleme (bir parçacık ya da parçacık grubunun normalde aşamayacağı bir enerji engelini geçmesidir) yoluyla geçerek oluşturdukları akımın incelenmesiyle sağlanmıştır.

Sistemin tüm enerjisi tünelleme öncesinde ve sonrasında aynı olmalı yani tünelleme sırasında enerji korunmalıdır. Ayrıca elektronların tünelleme yapabilecekleri boş parçacık durumları da bulunmalıdır. Boş parçacık durumlarının olmaması halinde tünelleme olayı gerçekleşmez. Metaller arasındaki mesafenin çok büyük olması durumunda tünelleme gerçekleşmez. Süperiletkenler için bu mesafe eş uyum uzunluğu kadar olmalıdır.



Şekil 2.13. DC Josephson olayı

**Josephson** etkisi, Şekil 2.13 den de görüldüğü gibi, süperiletken malzemelerde görülen tünelleme olayını açıklar.

Brian Josephson 1962 yılında, farklı iki süperiletken yapılan bir ekleme dışarıdan voltaj uygulanmadan bir doğru akım yani elektrik yüklerinin yüksek potansiyelden alçak potansiyele sabit bir şekilde akabileceğini öngörmüş. Akım, gerilim kaynağının pozitif ucundan negatif ucuna doğru zamana bağlı olmadan yol alır. Böylece ekleme dışarıdan bir voltaj uygulandığında eklemden; hareket yönü periyodik olarak devamlı değişen bir alternatif akımın (zamana bağlı olarak periyodik bir şekilde genliği ve yönü değişen elektriksel akımdır) geçebileceğini öne sürmüştür.

### 2.2.3. Ginzburg – Landau Teorisi

Ginzburg – Landau Teorisi; önce ikinci derece faz geçişlerini açıklamak için kullanılmaya başlanan bir teoriydi. Ancak daha sonra süperiletkenliği açıklayabilen ilk kuantum teorisi olma özelliği kazanmıştır.

Süperiletkenleri teorik tanımlamada kullanılan en kapsamlı teorilerden biri Ginzburg-Landau Teorisidir (Kılıç, 2008). Ginzburg – Landau teorisine göre süperiletken malzemeler manyetik alan içinde ayrı özellikler gösterdiğinden dolayı I. tip ile II. tip süperiletkenler olmak üzere ikiye ayrılmışlardır. II. tip süperiletkenler düşük manyetik alan altında tamamen süperiletken özellikleri taşımaktadırlar. Fakat alt kritik manyetik alan değerinden ( $H_{c1}$ ) sonra süperiletken özellikleri, kademeli bir şekilde bozulmaya başlamaktadır. Süperiletkenlik özelliklerinin bozulmasından dolayı malzemenin orta kısımlarında vorteks (girdap) adı verilen akı tüpleri oluşmaktadır. Bir süperiletken akım tarafından, kuantize olmuş manyetik akı ( $\Phi$ ) değerinin taşınmasıyla akı tüpleri dönerler. Dönen akı tüplerinin merkezinde malzeme normal metalik özellik gösterir. Manyetik alan değerinin artmasıyla akı tüpleri genişler ve süperiletken bölgeler normal duruma dönüşür. Akı tüplerinin manyetik alan değerinin artmasıyla dönerek genişlemesi bir elektrik alan üretmektedir (Kılıç, 2008). Akı tüplerinin çivilenmiş olması elektrik akımının istenilen veride olmasını sağlar.

1992 yılında ortaya konulan Ginzburg Landau teorisi eşuyum uzunluğu olarak isimlendirilen belirgin bir uzunluğu ortaya sunmaktadır. Bu uzunluk  $\xi$  simgesi ile ifade edilir.

**Eşuyum uzunluğu**, üzerinde süperiletkenlik özelliklerin gerçekleştirilebildiği veya yok edilebildiği en küçük boyut olarak tanımlanmaktadır (Kılıç, 2008). Süperiletken malzemenin eşuyum uzunluğu süperiletkenliği ile doğru orantılıdır. Yani eşuyum uzunluğu ne kadar büyükse malzeme de o kadar iyi süperiletken özelliklere sahiptir . Eşuyum uzunluğu;

$$\xi = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m|\alpha|}} \quad (2.15)$$

ile ifade edilir.

Manyetik alanın süperiletken içine girebilme derinliğine sızma derinliği denir ve  $\lambda$  ile gösterilir. Mükemmel diamanyetik özelliği, bir süperiletkenin, içinden geçen manyetik akıyı sıfırlaması ile olur. Mükemmel diyamanyetikliği sağlayan yüzey akımları, yüzeyden malzeme içine girer ve sonlu kalınlıkta bir tabaka üzerinden yoluna devam eder. Böylece sınır yüzeyinde, dış manyetik alan aniden sıfıra düşmez. **Nüfuz derinliği** adı verilen yüzey akımlarının dağıldığı sonlu kalınlıktaki tabakanın kalınlığına eşit uzaklığa gelinceye kadar azalarak yoluna devam eder. Yüzey akımlarının tabakanın kalınlığına eşit uzaklığa gelmesiyle nüfuz derinliği sıfır olur (Kılıç, 2008). Ginzburg – Landau sızma derinliği;

$$\lambda = \sqrt{\frac{m}{4\mu_0 e^2 \Psi_0^2}} \quad (2.16)$$

Burada; m süper elektron kütlesi, e süper elektronların yüküdür ve  $\mu_0$  boşluğun manyetik geçirgenliğidir. Cooper çiftlerinin BCS teorisindeki kütle merkezinin dalga fonksiyonu  $\Psi_0$  ile gösterilmiştir.

**Ginzburg Landau parametresi**, iki karakteristik uzunluğun oranıdır (Kılıç, 2008) Ginzburg – Landau Parametresi;

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.17)$$

Süperiletkenlik durum ile normal durum arasında oluşan ikinci dereceden faz geçişi Ginzburg-Landau teorisinin temeline dayalı olduğu için kritik sıcaklık civarında geçerlidir.  $\kappa$  değeri  $\kappa < 0,707$  ise malzeme I. tip süperiletken,  $\kappa$  değeri  $\kappa > 0,707$  ise malzeme II. tip süperiletkendir.

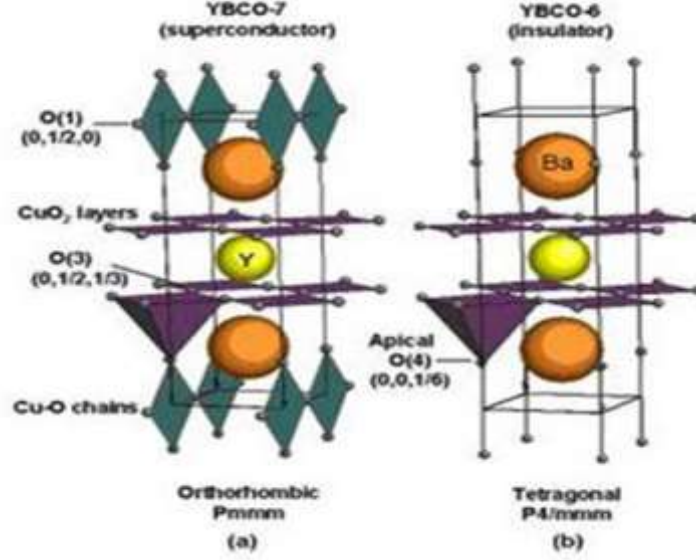
## 3. MATERYAL VE YÖNTEM

### 3.1. Süperiletken Sistemler

#### 3.1.1. Bakır (Cu) – Tabanlı Süperiletkenler

##### 3.1.1.1. YBaCuO (YBCO) Süperiletken Sistem

1987 yılının son günlerinde bulunan YBaCuO (YBCO) süperiletken malzemesi, sıvı azot sıcaklığı 77 K'nin üzerinde süperiletkenliğe sahip olan ilk element özelliğine sahiptir. Bu malzemenin yaklaşık 92 K de süperiletken faza geçen iki fazı vardır. Biri süperiletken diğeri ise yalıtkan olmak üzere. Yalıtkan özellik gösteren fazı, oksidasyon ve oksijen bağlarının durumuna göre tetragonal formda kristal bir yapıya sahiptir (Kılıç, 2008). Fakat  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  stokiyometrisinde süperiletken olan YBCO ise, ortorombik formda kristal yapıya sahiptir. YBCO süperiletkenler günümüz teknolojisinde bulk (hacimsel) formda manyetik olarak levite edilen ( nesnelerin manyetik bir kaynak üzerinde havalanması ve hareket etmesi) trenlerde (MAGLEV treni), volanlar yardımı ile enerji depolanmasında ve sürtünmesiz rulmanlarda (frictionless bearing systems) uygulanabilmektedir. Süperiletken YBCO malzemeler, MAGLEV trenleri ve rulman sistemleri için gerekli güçlü manyetik kaldırma kuvvetine sahiptirler.



**Şekil 2.14.** YBCO sistemin süperiletken (ortorombik) ve yalıtkan (tetragonal) kristal yapısı.

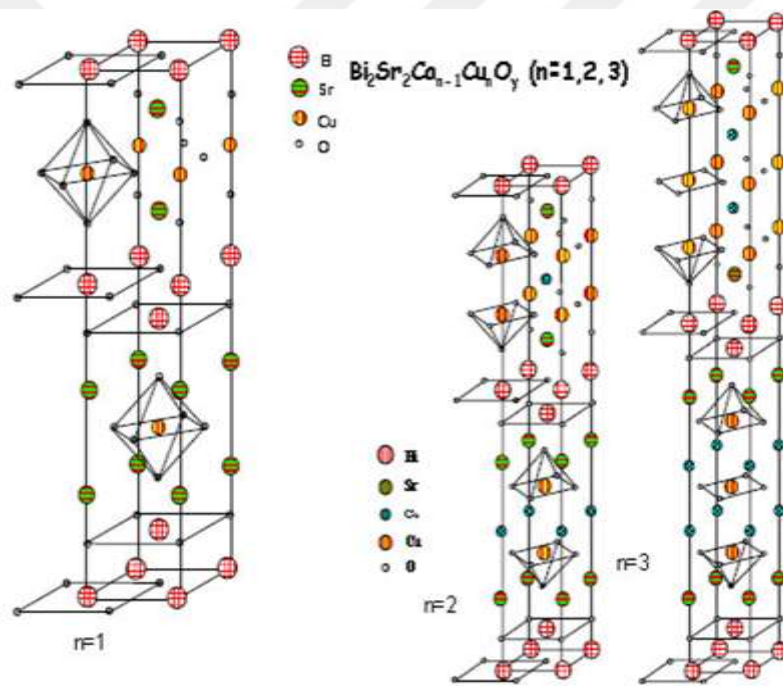
YBCO süperiletken sistemler daha çok katı hal reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilmektedirler (Kılıç, 2008). Yüksek manyetik özelliklerin lüzumlu olduğu durumlarda ise TSMG (Top-Seed-Melt-Growth, üstten aşılama-eritme-büyütme) tekniği daha pozitif sonuçlar vermektedir. YBCO süperiletken malzemeler ile kalın ve ince film uygulanmaktadır. Ayrıca ince film şeklinde kaplanmış YBCO şeritlerin, oldukça yüksek süperiletkenlik özelliklere sahip olduğu ve teknolojik uygulamalar için daha uygun olduğu test edilmiştir (Kılıç, 2008). Teknolojik uygulamalar ve özelliklerin iyileştirilmesi açısından YBCO sistemleri halen üzerinde fazlaca olarak çalışılan sistemler içerisinde yer almaktadır.

### 3.1.1.2. BSCCO Süperiletken Sistem

Bizmut tabanlı seramik süperiletkenleri 1988 yılında bulunmuştur. Genel formülü  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_x$  (BSCCO) olarak kesinleşmiştir. Burada  $n=1, 2,$  ve  $3$  olabilmektedir (Kılıç, 2008).  $n$ 'nin aldığı değerler, BSCCO süperiletken sisteminin hangi değerlerde süperiletken olduğu gösterir. Mesela  $n=1$ ,  $Bi_2Sr_2CuO_6$  (Bi-2201), yaklaşık  $20\text{ K}$  de süperiletkenliğe geçebilmektedir. Aynı şekilde  $n=2$  sistemi  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+}$  (Bi-2212) fazı da, yaklaşık  $80-94\text{K}$  civarında süperiletkenliğe geçer. Süperiletken ailesinin en yüksek  $T_c$  (yaklaşık  $110\text{ K}$ ) değerine sahip olan bileşiği  $n=3$ ,  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+}$  (Bi-2223) şeklinde



formüle edilmiştir. Şekilleri ve iç yapılarının incelenmesi sonucu ise yapının ortorombik veya tetragonal formda iki farklı yapıda bulunabildiği görülür. Her iki yapı için de a ve b- eksenlerinin büyüklükleri birbirlerine yakındır ve bunlar küçük olan eksenlerdir. c- ekseninin uzun olan eksen olduğu belirtilmiştir. (Kılıç, 2008). BSCCO sistemde elektriksel iletimin ab- eksenine paralel ve Cu-O düzlemi içerisinde gerçekleştiği bilinmektedir. Bu malzemede de tek kristal formunda olduğu gibi ardışık tanecikler arasındaki zayıf bağlanmayı (weak-link) iyileştirmek çok iyi elektriksel iletim özellikleri elde edebilmek için zorunludur ve taneciklerin yönelimlerini kontrol etmek gerekir. En düşük Tc değerine sahip olan Bi-2201, BSCCO sistemleri içerisinde teknolojik olarak en kullanışsız olanıdır. Bi-2212 ve Bi-2223 yapıları yüksek sıcaklık uygulamaları için kullanılmaktadır. Çünkü her iki sistem de sıvı azot sıcaklığının Kelvin olarak üzerinde süperiletkendir.



Şekil 2.15. Tetragonal formda BSCCO süperiletken sisteminin kristal yapısı

BSCCO süperiletken malzemelerin teknolojik uygulamalarda karşılaştıkları zorluklar, dar bir banttaki termodinamik kararlılığından kaynaklanmaktadır. BSCCO süperiletken sistemlerinde, daha yüksek sıcaklıkta süperiletken olduğu Bi-2223 fazı çok kullanılmaktadır (Kılıç, 2008).

Genel de bu malzemelerin düzenlenmesi katıhal reaksiyon metodu ile gerçekleştirilmektedir. Ayrıca cam seramik yöntemi kullanılarak da saf ve kaliteli BSCCO



süperiletken malzemelerin üretimi yapılabilir (Kılıç, 2008). Bunların dışında, ardışık-çökme veya sol-jel gibi kimyasal çözücü içeren teknikler kullanılarak da kimyasal reaksiyonu gayet iyi tamamlanmış, küçük tanecikli (nano boyutta) ve kaliteli BSCCO süperiletken malzemeyi üretmek mümkündür. Bizmut (Bi) yerine kısmi gümüş (Ag) katkısı yapılarak elektriksel ve mekanik özellikleri açısından daha iyi sonuçlar alınabilmektedir (Kılıç, 2008).

Teknolojik uygulamalarda BSCCO bazlı elementler üzerinde en çok işlem yapılan ve uygulamalarda kullanılan malzemelerden birisidir. Günümüzde teknolojisinde miknatıs, süperiletken kablo yapımı, ince ve kalın film uygulamalarında BSCCO malzemelerden yararlanılmaktadır. Özellikle Pb ve/veya Ag katkılı BSCCO örneklerde, tanecik sınırlarında yaşanan problemlerin büyük ölçüde çözülmesi, ince filmlerinde  $106 A/cm^2$  mertebesinde kritik akım yoğunluğuna ulaşılabilmesini sağlamış ve teknolojinin gereksinimlerini şuan için karşılamaktadır. YBCO malzemeler daha çok TSMG yöntemi kullanılarak uzun kaplama şerit yapımına ve hacimsel miknatıs yapımına uygun ise, BSCCO malzemelerin de; şerit, ince filmlerden üretilmiş şerit yapımı ve çok uzun kablo için uygun olduğu araştırmacılar tarafından uygun bulunmuştur.

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenleri aşağıdaki özelliklere sahiptir.

- Bu malzemeler tanecikli ya da seramik yapıdadırlar. Fakat seramik yapıda olmalarından dolayı, mekanik olarak kırılğan ve esnek olmayan özelliklere sahiptirler.

- Yüksek sıcaklık süperiletkenleri oksijen eksikliği olan bakır-oksit tabakalarına ve zincirleri olan bir kristal yapıya sahiptirler. Bu kristal yapıları ve süperiletkenlik özellikleri arasında birebir bir ilişki olduğu görülmektedir.

- Farklı atomların Bakır-Oksit tabakalarındaki atomların yerine getirilmesi sonucunda süperiletkenlik bozmakta ve yok olmaktadır. Bakır-Oksit tabakaları yerine daha farklı konumlara yapılan katkılarının (yerleştirmelerin) süperiletkenliğe etkileri çok küçüktür.

- Kritik akım yoğunlukları, band aralıkları, kritik manyetik alanlar, yüksek sıcaklık öz dirençleri ve diğer benzeri özelliklerinin farklı olmasına rağmen,  $T_c$  kritik sıcaklıkları hemen hemen tüm yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin  $90K$ 'e yakındır.

- Kritik akım yoğunlukları bulk (hacimli) çok kristalli yapıdaki malzemeler için çok düşüktür. Bu akım iyi kanalize edilmiş (yönlendirilmiş) ince filmlerden çok daha yüksektir.

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerdeki gelişmeler, bugüne kadar ticari uygulamalarda bu malzemelerin kullanımını belirgin hale getirmiştir.

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerinde sıvı helyum yerine sadece sıvı azot kullanılarak Tc ve altı sıcaklıklara soğutma yapılmıştır (Kılıç, 2008). Bu teknolojinin başlıca sorunu; üretiminin pahalı olması, kırılğan ve esnek olmayan yapıya sahip olmasıdır. Tellere ya da farklı şekillere kolaylıkla dönüştürülemeyen (kırılğan ve esnek olmamasından kaynaklı) gevrek seramiklerden üretilmektedir. Bu teknolojinin uygulamalarının avantajlı olduğu yerler de olmuştur:

- Düşük termal kayıp sağlayan akım uçları (düşük termal iletkenlik), düşük sıcaklık süperiletkenleri için kullanılır.

- RF (Radyo Frekansı) ve mikrodalga filtreleri (RF'ye düşük direnç)

- Özellikle malzemenin büyüklük problemi olan yerlerde ve elektrik tüketiminin fazla yani kritik olduğu alanlarda uzman bilimsel miktatlarda her geçen gün daha da artarak (bu uygulamalarda yüksek sıcaklık teli düşük sıcaklık telinden çok daha pahalı olmasına rağmen, soğutma maliyeti ile dengelenebilir); rampa alanını artırma kabiliyeti talep edilir. Uygulama esnasında daha hızlı değişikliklerin yapılabilmesi açısından uygulama sıcaklığının daha yüksek ve daha geniş olması yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin önemini artırmaktadır. Ya da soğutucu içermeyen işlemler tercih edilmektedir (düşük sıcaklık süperiletkenleri daha zor bulunan sıvı helyum gerektirmektedir).

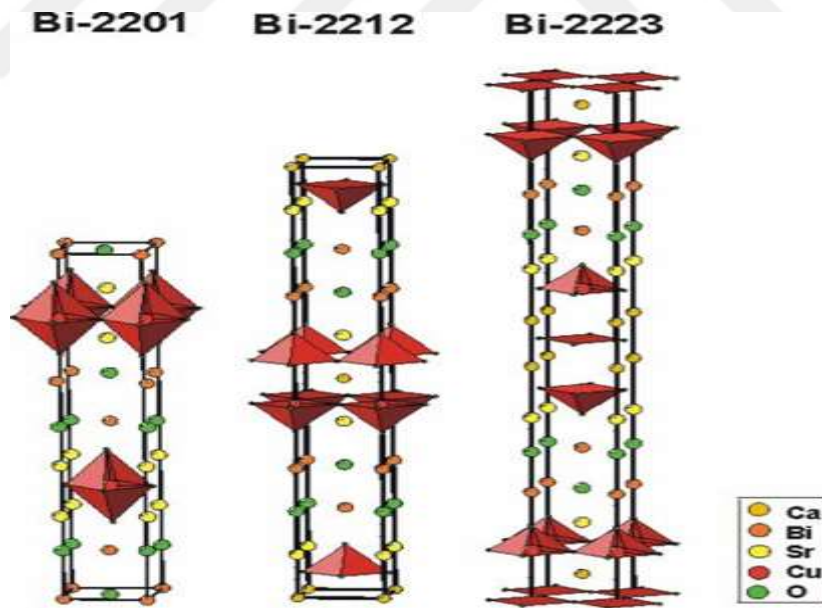
HTS (Yüksek Sıcaklık Süperiletken), MRI (Manyetik Rezonans Görüntüleme) sistemlerinde ve NMR (Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi) kullanılmasının yanında, bilimsel ve endüstriyel miktatlarda da uygulamaya sahiptir. Bunun yanı sıra HTS'ler düşük sıcaklık süperiletkenlerine göre çok daha yüksek manyetik alanlara dayanabilmektedirler.

Bilim adamlarına göre yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin daha da geliştirilmesiyle; gelecekte arıza akımı sınırlayıcıları, transformatörler, motorlar ve jeneratörler, güç depolaması, füzyon reaktörleri, indüksiyon ısıtıcıları gibi alanlarda yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin kullanılması mümkündür.

### **3.1.1.3. (Bi-2223) BSCCO Süperiletken Sistemi**

Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemi,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{4+2n+x}$  ( $n = 1, 2$  ve  $3$ ) olarak homolog bir seri halinde üç süperiletken faza sahiptir. Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere bu üç fazın

geçiş sıcaklıkları, sırasıyla 20, 85 ve 110 K' dir. Numaralandırma sistemi, sırasıyla Bi, Sr, Ca ve Cu için atom sayılarını temsil eder. İki faz, iki kesilmiş kristalografik birim hücrelerinden oluşan tetragonal bir yapısı bulunmaktadır (Kılıç, 2008). Sınıflanmış olan çift Bi-O düzlemi, bir düzlemin Bi atomunun bir sonraki ardışık düzlemin oksijen atomunun altına oturacak şekilde bu fazların birim hücrelerinde bulunmaktadır. CuO<sub>2</sub> katmanlarının içinde Ca atomu, hem Bi-2212 fazında hem de Bi-2223 fazında bir katman oluşturur. Bi-2201 fazında Ca katmanı yoktur. Üç fazda CuO<sub>2</sub> düzlemlerinin sayısı birbirinden farklılıklar gösterir. Bi-2201 fazı bir, Bi-2212 fazı iki ve Bi-2223 fazı üç CuO<sub>2</sub> düzlemine sahiptir. CuO<sub>2</sub> düzlemlerinin sayısı bu fazların c eksenli sabitleri ile artar. Bakır (Cu) atomunun düzeni üç fazda farklıdır. Bakır (Cu) atomu, 2201 fazındaki oksijen atomlarına göre bir oktahedral düzen oluşturur, 2212'de ise yine bakır (Cu) atomu bir piramidal koordinasyonda beş oksijen atomu ile çevrilidir. 2223 yapısında bakır (Cu) atomu, oksijene ilişkin iki farklı özelliğe sahiptir: ilk olarak bir bakır (Cu) atomu kare düzlemsel konfigürasyon da dört oksijen atomuyla bağlanır. İkinci olarak da bir başka bakır (Cu) atomu, bir piramidal düzenlemede beş oksijen atomuyla uyum içindedir.



Şekil 2.16. BSCCO sisteminin n=1, 2 ve 3 fazlarının kristal yapısı

BSCCO süperiletkenlerde, fazı belirleyici unsur Ca ve Cu-O tabakalarının yapı içerisindeki oranlarıdır.  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{4+2n}$  genel formülü baz alınarak elde edilen 2201, 2212 ve 2223 fazlarına ait genel özellikler Tablo 3'te belirtilmiştir. BSCCO yapısında n değeri

1'den 3' doğru arttıkça kritik sıcaklık değeri de artmaktadır. Fakat  $n>3$  değerleri için süperiletken kristalleşmeler oluşmamaktadır (Koralay, H., 2007).

**Tablo 3.1.** BSCCO'larda  $n=1,2,3$  için oluşan fazların özellikleri (Maeda, A., 1990).

Yapı	Faz	Kritik sıcaklık (K)	Cu-O tabaka sayısı (n)	Kristal yapı	Örgü parametreleri (Å)
$Bi_2Sr_2CuO_6$	Bi-2201	<20	1	Tetragonal	a = 3.79 c = 24.40 a = 5.40 c = 24.40
$Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$	Bi-2212	85	2	Ortorombik Tetragonal	a = 5.40 c = 30.80 a = 3.80 c = 30.60 a = 5.41 c = 30.60
$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$	Bi-2223	110	3	Tetragonal	a = 5.40 c = 37.09

### 3.1.1.4. BSCCO Süperiletken Sistemde Katkılama ve Yer Değiştirme Çalışmaları

Fermi seviyesindeki enerji aralığı değeri; her süperiletken için karakteristik anahtardır. Elektronların Cooper çiftleri, örgü noktalarından saçılmaya uğramayacağı için kırılmayacaktır. Elektronların dirençsiz olarak yayılmalarının sebebi saçılmanın olmamasıdır. Bu süperiletkenlik durumunu ifade eder. Kritik sıcaklık ( $T_c$ ), Fermi seviyesinde bulunan elektronik olayların yoğunluğuna güçlü bir şekilde bağlıdır. Kritik sıcaklık değeri süperiletkenin başka atomlarca katkılanmasından çok etkilenir. Katkılanma ile ortaya çıkan ekstra elektronlar süperiletkenlik mekanizmasına katılırlar. Yarıiletkenlere uzun süredir birçok katkılama uygulanmış ve birçok özelliği geliştirilmiştir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde de özelliklerinin geliştirilmesi için birçok araştırma yapılmıştır. Yer değiştirme etkileri üzerine fazlaca çalışılarak süperiletkenlerin manyetik, mekanik veya akım taşıma özelliklerini artırmak planlanmıştır. Fakat çok bileşenli fazların karmaşık olması bazı teşebbüs edilmiş bileşikler hiç oluşmadan engellemiştir. (Sheahen 1994) de belirtildiği gibi; yer değiştirme hem kimyasal dengede hem de kinetiğin dar bir yolu ile yapılabilir ve Fermi seviyesinde elektronik özellikleri değiştirmek hiç kolay değildir. Ayrıca Fermi seviyesi tek başına olmadığı içi enerji uzayında bir Fermi yüzeyinin de varlığı söz konusudur. Bu yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde bulunan anizotropi (yön olarak bağımlı olma özelliği) ile basit küresel bir şekilden karmaşık bir şekle dönüşmüş olur. Sonuç olarak yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde her uygulanan kimyasal yer değiştirme ciddi deneyim ve tahmin gücü gerektirir.

#### 3.1.1.4.1. Bi- Bölgesine Yapılan Katkılama ve Yer Değiştirme Çalışmaları

BSCCO örneklerine yüksek sıcaklık faz oranını yükseltmek için katkı maddesi olarak yapılan ilk çalışmalarda kurşun (Pb) katkılanmıştır. Stokiyometri (kimyasal bir tepkimeye giren ve çıkan maddeler arasındaki kütle hesaplamaları) Bizmut (Bi) elementi belirli bir oranda azaltılmış ve yerine kurşun eklenerek 2223 fazı ciddi ölçüde artırılmıştır. Yer değiştirme yapılarak malzemenin süperiletkenlik özelliklerinin iyileşmesi sağlanmıştır. Kurşun atomlarının  $CuO_2$  düzlemleri içerisinde hem +2 oksidasyon derecesine sahip oksijen atomları için boşluklar açılmasını sağladığı hem de deşik (hole) konsantrasyonunu arttırdığı saptanmıştır. Bu sebeple 2223 fazının oluşumuna yol açıldığı düşünülmektedir. Bi-(2223) fazlarının artması için BSCCO sisteminde yapılan önceki çalışmalarda; yapılabilecek en iyi Pb için katkılama oranının  $x=0.3$  ile  $x=0.4$  olduğu belirtilmiştir. BSCCO örneği içerisindeki Pb' nin 2223 fazı oluşumunda bir diğer önemli rolü; fazın oluşma sıcaklığını aşağıya çeker ve diğer oksitlerin kurşun içeren eriyik içerisindeki çözünülebilirliğini arttırmasıdır. Pb' nin örneklerle ilave edilmesi sonucunda malzeme içerisinde erime noktası  $800\text{ }^\circ\text{C}$  olan  $Ca_2PbO_4$  ara fazı oluşur. Bu fazın eriyerek sıvı hale geçmesi  $800\text{ }^\circ\text{C}$  civarındadır. Cu ve Ca gibi diğer elementlerin reaksiyona girebilmesi için bir ortam oluşturur. Oluşan bu ortamda 2223 faz oluşum hızı artar ve tek fazlı sentezlenmiş malzeme elde edilir.

Yüksek sıcaklık fazının oluşmasına engel olan nedenlerden biri BSCCO süperiletkeni Sr, Ca, Cu, Bi ve Pb gibi 5 adet katyon içermektedir. Tüm bu katyonların birbirlerinden farklı mobiliteleri ve reaksiyon hızı olduğundan sistem içerisine homojen olarak dağılması oldukça zor olmaktadır. 2223 fazının azalmasına neden olan safsızlık fazlarının oluşmasını sebebi birden fazla elementin yüksek sıcaklıklarda reaksiyona girmesidir. Yüksek sıcaklık fazının oluşmasına engel olan bir diğer neden ise 2223 fazının oluşabilmesi için malzemenin stokiyometrisine bağlı ve gerekli sıcaklık aralığının oldukça sınırlı olmasıdır.

#### 3.1.1.4.2. Cu- Bölgesine Yapılan Katkılama ve Yer Değiştirme Çalışmaları

1994 yılında Bouzerar ve arkadaşları yaptıkları çalışmalarda, Bi-2212 tek kristal süperiletkenin manyetik tersinmezlik çizgileri üzerindeki kurşun (Pb)' un etkilerini gözlemlediler. (Bouzerar, R, 223:259- 266s) kitabında anlatıldığı gibi; bu durumda kurşun (Pb)' lu veya kurşun (Pb)' suz manyetik tersinmezlik çizgileri Bi-2212 fazında tek kristal

süperiletken üzerinde gerçekleşti. Tersinmezlik alan çizgileri ( $B_{iir}(T)$ )  $x=0$  ve  $x=0.4$  değerleri için hemen hemen aynıydı. Ancak düşük sıcaklıklarda  $B_{iir}(T) \propto 1/T^\alpha$  nın güç yasa uyumu  $\alpha$  nın  $\alpha=6$  için kurşun(Pb) suz malzeme ve  $\alpha=4$  için kurşun (Pb) katkılı malzeme durumları farklı üsler sağlar. Yüksek sıcaklıklarda Bouzerar ve arkadaşları bir düzen değişimi olduğunu gözlemlediler. Her iki örnekte ve  $B_{iir}$ ,  $x=0$  için  $B=1$  ve  $x=0.4$  için  $B=0.37$   $(T_c - T)^B$  olarak gözden kayboldu. Bu sonuçlara göre TAFF ve girdap akı modellerine, girdap sistem davranışının boyutsal geçişinin bir olasılığını hesaba katarak ulaşılar(Kılıç, 2008).

1996 yılında Noetzel ve arkadaşları yaptıkları çalışmalarda Cu (bakır) pozisyonu üzerinde molar %2 Fe (demir), Ni (nikel), Co (kobalt) ve Zn (çinko) katkılama yapmış olup Bi-2212 tek kristallerin AC duyarlılığını ve tersinmezlik manyetizasyonunu ölçtüler. Tipik olarak molar %1 in altındaki yer değiştirilmiş olan elementlerin düşük konsantrasyonları, çivileme güç yoğunluğu arttırdı ve kesinlikle daha yüksek alanlara doğru manyetik alan çizgilerini değiştirdi. Bunun tersine daha yüksek konsantrasyonlar ise, gücü bir şekilde tersinmezlik alanlarını ve kritik akım yoğunluğunu bastırdı. Buldukları katkılanan elementlerin düşük konsantrasyonlarında bile düşük sıcaklık durumu yani 10 K civarında özel bir durum oluşmaktadır (Noetzel, R, 1996, 260:290-296s).

1997 yılında Li ve arkadaşlarının yaptığı çalışmalarda, sabit olmayan yüzen bölge tekniği (floating-zone) kullanarak Ti katkılı Bi-2212 tek kristallerini büyüttüler. Bakır (Cu) miktarına bağlı olarak yaklaşık %1 ve %2 konsantrasyonlu malzemelerde de, kritik sıcaklık  $T_c$  değerlerinin 85 K den 73 K e düşmesine sebep oldu. Yüksek çözünürlüklü mikroskop,yapılan çalışmalarda Li ve arkadaşlarına, yüksek yoğunlukta a ve c düzlemlerine paralel düzlemsel yanlışların meydana geldiğini gösterdi ( Lİ, T:W.,1997, 274:197-203s). Tek kristalli yapılara kıyasla yüksek sıcaklıklardaki akı çivilenmesi özellikleri, ciddi ölçüde iyileştiğini gördüler (Kılıç, 2008).

Uthayakumar ve arkadaşları 2002 yılında yaptıkları çalışmalarda, daldırılmış yüzer bölge tekniğini kullanarak kristal büyümenin  $Bi_2Sr_2Ca(Cu_{2-x}Mn_x)O_y$  bulk (hacimli) yapı üzerindeki Mn (manganez) katkısının etkilerini araştırdılar. Saf olan Bi-2212 fazı ve Mn (manganez) kristallerin özelliklerini kıyasladılar. X-ışını kırınım (XRD) sonuçlarına göre Mn (manganez) konsantrasyonunun artmasıyla yapı yüzdesi ve c örgü parametreleri düşmektedir. SEM çalışmaları,  $x=0.4$  Mn (manganez) konsantrasyonu için hücrel büyüme çizgilerini oluşturdu. Süperiletkenlik taşınım sıcaklığı Mn (manganez) konsantrasyonuna bağlı olarak düşüş göstermektedir (Uthayakumar, S., 2002, 383:122-126s).

Kızılaslan ve arkadaşları (2015) yaptıkları çalışmalarda, cam-seramik yöntemi kullanılarak üretilen Bi-2223 fazı yapılu bileşiğe Cu (bakır) yerine Mo (molibden) ilavesi yaparak malzemenin manyetik davranışını incelemiştir. Öncelikle hazırlanan Mo (molibden) konsantrasyonuna bağlı olan malzemelerin manyetik histerisis eğrilerine baktılar. Burada  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{3-1}Mo_1O_{10+y}$  bileşiği, en geniş histerisis eğrisi gösterdiğini görmüşler. Manyetizasyonun en yüksek değerini 5 K da olduğunu, bu malzemenin düşük belli sıcaklıklarda histerisis eğrilerine bakarak belirlediler. Sonrasında Bean modelinden yararlanarak Jc-H grafiğine ulaştılar. Bu grafikte yine 5 K da en yüksek değerli malzeme molar 1 Mo (molibden) katkılı süperiletkeni (Kızılaslan, O., 2015, 384:186-191s).

Kırat ve arkadaşları (2016) yaptıkları çalışmalarda,  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{3-x}Er_xO_{10+y}$  ( $x=0.0, 0.5, 1.0$ ) malzemelerini daha öncede kullanılan cam seramik yöntemini kullanarak ürettiler. Üretmiş oldukları malzemelerin akı çivilenmesi, manyetik ve yapısal özellikleri üzerinde durdular. Er (erbiyum)' u malzemeye katkılarak diyamanyetik onset sıcaklığında düşüş olduğunu gördüler.  $x=0.5$  Er (erbiyum) katkılı malzeme mükemmel diyamanyetik davranış gösterdi. İkincil fazlar kristal yapıdaki çivileme merkezleri olarak vazife alırlar ve Er (erbiyum) ikincil fazlara katkı sağlar. Bean eşitliğini kullanarak malzemelerin Jc değerlerini hesapladılar ve en yüksek Jc değerini  $x=0.5$  Er (erbiyum) katkılı malzemedan elde ettiler. Bu da yaklaşık olarak  $1.3 \times 10^5$  A/cm<sup>3</sup> tür. Daha sonra bu malzemelerin Jc (kritik akım yoğunluğu) değerlerini sıcaklığa bağlı olarak grafiğe döktüler. Grafiğe bakıldığında sıcaklığa bağlı olarak Jc (kritik akım yoğunluğu) değerlerinin düştüğünü gözlemlediler. Bi-2223 fazının yapısındaki Tc/Jc'nin artışına neden olan çivileme merkezlerinin malzeme içerisinde Er (erbiyum) iyonlarının olduğunu gösterdi (Kırat,G., 42:15072-15076s).

2017 yılında Shengnan ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmalarda, Bi-2212 fazı olan süperiletkeninin, faz dönüşümü ve süperiletken özelliklerini üzerinde öncelikli tozlardan olan Cu (bakır) katkısının etkisi üzerine çalıştılar. Bu çalışmada yüksek sıcaklık süperiletkeni olan Bi-2212 fazının yapısındaki Cu (bakır) ın  $Bi_{2.1}Sr_{1.96}CaCu_xO_{8+y}$  sabit molar değerlikli  $x=2, 2.1, 2.2, 2.4$  farklı konsantrasyonlarında ön çalışma yaparak düzenlediler. Faz dönüşüm süreci üzerinde sinterleme boyunca Cu (bakır) oranlarının etkisini incelediler. Bi-2212 fazından tek filament şeritler ve ince filmler, tüp süreçteki toz ve doldurma kaplama yöntemi ile ürettiler. Yapılan çalışmalar, Cu (bakır) oranı Bi-2212 fazının termodinamik özelliklerini etkileyebildiğini gösterdi. Malzemedeki Cu (bakır) oranının artışıyla, Bi-2201 faz içeriği azalırken AEC (toprak alkali  $CuO_2$ ) faz içeriği artmaktaydı. En yüksek akım yoğunluğu, daha iyi yapılar ve faz dönüşüm özelliğine göre şeritler ve film için eşzamanlı olarak  $x=2.2$  olan malzeme seçildi (Shengnan,Z., 2017, 46:585-590s).

## 4. BULGULAR

### 4.1. Materyal ve Yöntem

Yüksek sıcaklık seramik süperiletkenlerinin özellikleri, hazırlanma yöntemlerine göre değişiklik gösterdiği için, seramik süperiletkenler amaca yönelik olarak farklı metotlarla hazırlanmaktadır. Bu yöntemlerden en çok kullanılanı katı-hal reaksiyon yöntemidir. Diğer kullanılan yöntemlerde eritme-döküm yöntemi, çözelti-jel yöntemi, ince film ve kalın film üretme yöntemi olarak sıralanabilir. Kullanılan bu yöntemlerin birbirlerine göre daha üstün tarafları bulunmaktadır. Bu yöntemler süperiletken malzemenin kalitesini arttırabilmek için ortaya çıkmıştır.

### 4.2. Malzeme Hazırlama Yöntemleri

#### 4.2.1. Katıhal Reaksiyon Yöntemi

Katı-hal reaksiyon metodu, kolaylığı ve ucuzluğu açısından araştırmacılar tarafından en geniş kullanım alanına sahiptir yöntemidir. Bu yöntemde bileşikler, oksit, karbonat, nitrat gibi başlangıç maddeleri ile planlanır. Uygun sonuçlar elde edebilmek için başlangıç maddelerinin saflığı zorunludur. Başlangıç maddelerinden homojen bir karışım elde edebilmek için uygun oranlarda karıştırılır ve ince tozlar haline gelinceye kadar agat havanda öğütülür. Öğütme işleminden sonra malzeme üzerinde yapılan ilk ısıl işlem kalsinasyon aşamasıdır. Bu işlem ile, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışması, öğütme sırasında toz karışım içerisine giren yabancı maddelerden arınması sağlanmaktadır. Bu işlem katı-hal reaksiyon yönteminin temelidir. Kalsinasyon için hazırlanan tozlar bir potaya konular ve sıcaklığı ayarlanabilir fırın içerisinde hazırlanan bileşiğe göre belirli sıcaklıklarda belirli sürelerde tutulur. Kalsinasyon işlemi için fırından çıkarılan tozlar tekrar agat havan yardımıyla öğütülür (ara öğütme) ve bu işlem birkaç defa yapılabilir. Presleme işlemi kalsinasyondan sonra sinterleme işlemi öncesi tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek ve hazırlanan tozlara şekil vermek için yapılır.



Presleme yapmak için genellikle 4-6 ton arası basınç uygulanarak hazırlanan tozlar tabletler haline getirilir. Son aşama ise karışımı oluşturan atomlar arasında ki bağlantıları kuvvetlendirmek, süperiletken fazı elde etmek, polikristalleri (tek bir katı halinde birbirine kaynaşmış birçok mikroskobik kristallerden oluşan yapı) meydana getirmek, bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirtilen sürede yapılan tabletleri sinterlemektir. Sinterleme işlemi, malzemenin sıcaklığının oda sıcaklığından başlayarak belirtilen sıcak değerine kadar çıkartılması ve belirtilen süre kadar bekledikten sonra fırının hava ortamında kendiliğinden müdahale etmeden yavaşça oda sıcaklığına soğutulması işlemidir. Katı-hal tepkime yönteminde, ara öğütme süresi (Sing, 1998), optimum tavlamanın süresi ve sıcaklığı (Asada vd., 1988) ile yavaş soğutma oranları malzemenin daha iyi yapılması ve süperiletkenlik özelliklerinin kazanabilmesi için çok önemlidir (Kase vd., 1990, 56:970). Tabletlerin ısıtılmasından sonra malzeme içinde meydana gelebilecek gerilmelerden kaçınmak ve iç zorlanmaların olmaması için fırın yavaş soğutulmalıdır, müdahale edilmemelidir. Kalsinasyon yapılan kabın doğru seçilmesi de çok önemlidir. Çünkü ısıtma işlemi yüksek sıcaklıklarda yapılmaktadır ve kabın yapıldığı materyal doğru seçilmezse bu süre içinde süperiletken malzeme içerisine sızmalar olabilir. Bu yöntemde hazırlanan malzemenin ağırlıkta havanmda öğütülmesi, kalsinasyon ve sinterleme işlemlerinin sıcaklığı ve fırında bekletildikleri süresi süperiletken malzemenin yapısına göre farklılıklar göstermektedir. Kalsinasyon sırasında sıcaklık BSCCO ile TBCCO (Talyum tabanlı süperiletken) sistemleri için 750 – 850 °C ve YBCO süperiletken sistemi için 850 – 950 °C arasında seçilmelidir.

#### **4.2.2. Eritme-Döküm Yöntemi**

Katı-hal reaksiyon yönteminde olduğu gibi eritme-döküm yönteminde de öncelikle stokiometrik (tepkimeye giren kimyasal elementlerin ölçüsü) oranlarda hassas terazi yardımıyla tartılan başlangıç tozları karıştırılarak 20–30 saat öğütülür. Öğütülme işlemi tamamlanan tozlar kalsinasyon işlemine alınır. Kalsinasyon işlemi bittikten sonra; erime noktası yüksek pota içerisinde konulan başlangıç tozları sıcaklığı ayarlanabilir bir fırına konulur. Fırının sıcaklığı oda sıcaklığından başlayarak belirli bir artış oranında (dk da fırının sıcaklığının artış oranı) malzemenin eriyebileceği yüksek bir sıcaklığa (bu sıcaklık değeri malzemenin cinsine göre değişiklik gösterebilir) (1050–1250 °C) çıkartılır ve belirli bir süre

malzeme fırında bekletilir. Böylece malzeme eriyik duruma gelir. Malzemeye cam özelliği kazandırmak için; çok ince tabakalar sekline getirmek gerekir. Eriyik haline getirilen bu toz karışım çok kısa sürede soğuk bir plaka içine dökülür. İkinci bir plaka yardımı ile içinde eriyik malzemenin bulunduğu plakanın üzerine hızlıca bastırılarak malzemeye cam özelliği kazandırılmış olur. Cam özelliği kazandırılan bu ince cam tabakalar tekrar öğütülerek (agat havan yardımıyla) toz haline getirilir, sonra hazırlanan tozlar presleme işlemi sayesinde istenilen büyüklükte tabletler haline dönüştürülür. Tablet haline gelen malzemeye, ihtiyaç duyulan (malzemenin cinsine uygun) süre ve sıcaklıkta sinterleme işlemi uygulanarak, süperiletken malzeme elde edilmiş olur. Malzeme içerisindeki gözenekleri azaltan eritme-döküm yöntemi, yüksek yoğunlukta homojen (malzemenin her yerinde aynı özelliklerin olduğu) örneklerin hazırlanmasına imkan sağlamaktır. Böylece parçacıklar arası var olan bağlar kuvvetlenmekte ve bağlantılar artmaktadır. Bütün bunlar örneklerin mekanik, elektriksel ve yapısal özellikleri iyileştirmektedir. Eritme-döküm yönteminin bir diğer avantajı da değişik şekil ve büyüklükte malzemelerin hazırlanabilmesidir. Yüksek sıcaklıklarda malzemenin konulduğu pota ile süperiletken madde arasında oluşabilecek kimyasal reaksiyonlar eritme-döküm yönteminin en önemli noktasıdır. Platin krozelerin erime sıcaklığı yüksek olduğu için oluşabilecek bu reaksiyonları önlemek adına eritme-döküm yönteminde kullanılan potalar platin krozelerdir.

#### **4.2.3. Sol - Jel Yöntemi**

Sol - Jel yönteminde, amonyum nitrat, hazırlanmak istenilen malzeme oranıyla aynı oranda malzemeye karıştırılır. Bu karışım sıvı hale gelmesi için, bir beher içerisine konulur ve yaklaşık olarak 180–200 °C arasında ki bir sıcaklıkta karıştırılması sağlanır. Beher içindeki karışım renk kontrolü ile takip edilir ve karıştırma işlemi mürekkep mavisi rengini alana kadar devam eder. Zehirli gaz çıkışları ( $CO_2$ ,  $NO_2$ ,  $N_2O$  vb.) kısa süreliğine gözlenir. Isıtma işlemi ile nitrat, artık su ve amonyum malzemedan uzaklaştırıldıktan sonra siyah renkli bir çökelti oluşur. Oluşan bu siyah renkli çökelti öğütülerek toz haline getirilir ve 24–48 saat arasında kalsinasyon fırınına verilir. Kalsinasyon işlemine maruz bırakılan tozlar tekrar öğütüldükten sonra presleme işlemine alınır. Daha sonrasında malzemenin yapısına göre yüksek sıcaklıklarda ısıl işlemlere maruz tutularak, preslenen malzeme süperiletken yapı haline gelmiş olur. Homojen, kısa ve ince tane ısıl işlem süresi gibi Sol –Jel yönteminin avantajlı

olduđu noktalar vardır. Ayrıca bu yöntem sisteme ekstra oksijen sağlayarak materyallerin oksitlenmesini ve tam reaksiyon olmasını sağlar.

### 4.3. Örneklerin Hazırlanması

$Bi_{1,7}Pb_{0,3-x}Sb_xSr_2Ca_2Cu_{3-x}Ag_xO_y$  süperiletkeni, yaygın ve kullanışlı bir yöntem olan katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmıştır. Süperiletken bileşikler elde etmek amacıyla kullanılan başlangıç malzemeler Tablo 4' de verilmiştir.

**Tablo 4.1.** Örneğin hazırlanmasında kullanılan malzemeler ve özellikleri

Malzeme	Molekül Ağırlığı (g/mol)	Safılığı	Mp (°C) Erime Sıcaklığı	Markası
$CaCO_3$	100,09	%99		Carl Roth GmbH + Co. K. G. Schoemperlenstr 3-5
$Bi_2O_3$	465,96	%99	817°C	ABCR GmbH & Co.K.G.Im Schlebert 10
$O_3Sb_2$	291,50	%99	655°C	ABCR GmbH & Co.K.G.Im Schlebert 10
OPb	223,19	%99	886°C	ABCR GmbH & Co.K.G.Im Schlebert 10
CuO	79,54	%99	1362°C	ABCR GmbH & Co.K.G.Im Schlebert 10
$SrCO_3$	147,63	%99	1100°C	Alfa Aesar GmbH & Co.K.G.Zeppelinstrasse 7b
$Ag_2O$	231,74	%99	300°C	ABCR GmbH & Co.K.G.Im Schlebert 10

Hazırlanan bileşiklerdeki x değeri  $x=0.00$ ,  $x=0.05$ ,  $x=0.10$ ,  $x=0.15$  ve  $x=0.20$  olmak üzere Pb (kurşun) bölgesine Sb (antimon) ve Cu (bakır) bölgesine Ag (gümüş)' ün birlikte katkılanmasıyla kısmi yerdeğıştirmeler yapıldı ve beş farklı örnek hazırlandı. İşlemler; kimyasalların ölçülerek öğütülmesi, kalsinasyon işlemi, hazırlanan tozların pellet haline getirilmesi ve sinterleme işlemi olmak üzere 4 aşamada gerçekleştirildi.

Saf BSCCO örnekleri için bildirilen kritik sıcaklık değerleri, hazırlama koşullarına bağılı olarak 80K ile 100K arasında değışmektedir. Fakat belirlenen en yaygın ortalama değeri 92K' dir. Bu farklılıkların temel nedeni; malzemeyi hazırlama koşulları olduđu belirtilmektedir. Bu durumu göz önünde bulundurarak optimum hazırlama koşulları oluşturmaya çalıştık.

**1 Aşamada;** kimyasallar 0,1 mg hassas elektronik bir terazide (Kern & Sohn GmbH) belirtilen oranlarda tartıldı. Bu toz formundaki kimyasallar karıştırılarak 30dk. öğütülme işlemi agat havanda yapıldı.



**Şekil 4.1.** Kern & Sohn GmbH marka hassas elektronik terazi ve agat havan görselleri

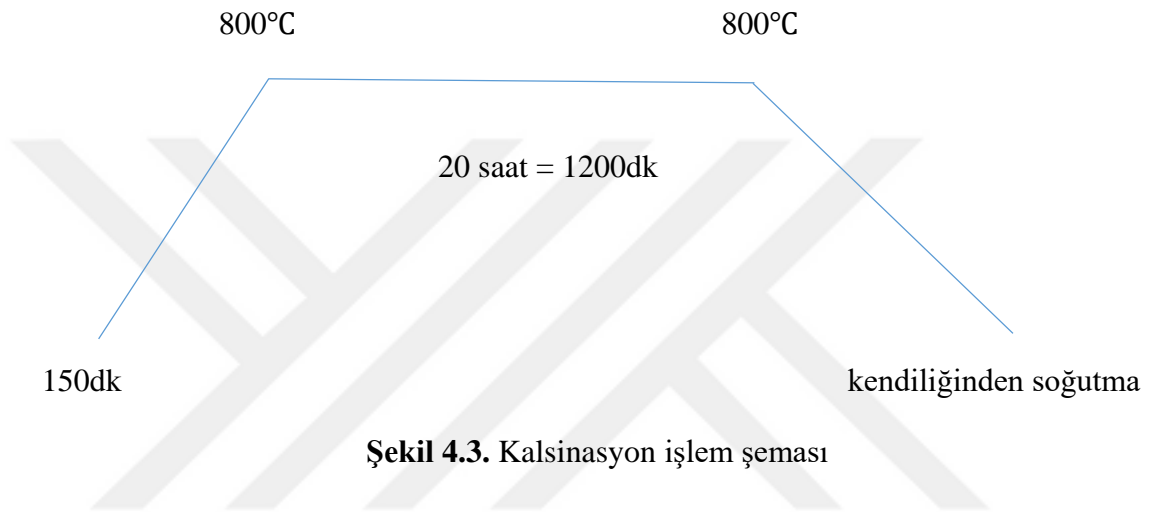


**Şekil 4.2.** Karıştırma sonrası elde edilen tozlar

BSCCO malzememizde Pb (kurşun) ve Cu (bakır) oranları azaltılırken, Sb (antimon) ve Ag (gümüş) oranları daha önce belirtilen miktarlarda artırıldı..

**2. Aşamada;** kristal yapıyı oluşturmak ve toz karışımın içindeki karbondioksit, oksit ve yabancı maddeleri sıcaklıkla ayrıştırıp yapıdan uzaklaştırmak için ilk termo-kimyasal işlem yani kalsinasyon işlemi yapıldı. Kalsinasyon; bir malzemenin nemini ve içindeki uçucu

maddelerini malzemeden ayırmak için hazırlanan malzemeyi erime noktasının altında ısıtma işlemidir. Kalsinasyon için; hazırlanan toz malzemeler alümina kaplar içinde, Protherm marka yüksek sıcaklık kalsinasyon fırınında 800°C’ de 20 saat hava ortamında ısıl işleme bırakıldı. İlk kalsinasyondan sonra, bu kimyasallar tekrar yaklaşık 30dk. kadar öğütülüp, daha homojen bir yapı elde edebilmek için tekrar 2. Kalsinasyon işlemine alındı. 2. Kalsinasyonda kimyasallar kalsinasyon fırınında tekrar 800°C’ de 20 saat ısıl işleme bırakıldı. İkinci kalsinasyon sonunda gri tonlarında farklı kimyasallar elde edildi.



150 dk’ da 800°C sıcaklığa ulaşacak şekilde programladığımız fırın 20 saat boyunca bu sıcaklıkta çalıştı ve daha sonra kendiliğinden soğumaya bırakılarak kalsinasyon işlemi sona erdi.



**Şekil 4.4.** Protherm marka kalsinasyon fırını

Hazırlama aşamasında katkıladığımız malzemeler de farklılıklar gözlemledik. Bu farklılıklar belirtmek gerekirse;  $x = 0.10$  molar oranında katkıladığımız örnek, 1. kalsinasyondan sonra çok sertti. Fakat 2. kalsinasyondan sonra yumuşak toz halindeydi.  $x = 0.15$  molar oranında katkıladığımız örnek, ilk öğütmede topaksı görünüm oluştu. 1. kalsinasyonun sonunda içinde sert tanecikler oluştu. Fakat 2. kalsinasyonun sonunda yumuşak toz halindeydi.  $x = 0.20$  molar oranında katkıladığımız örnek, ilk öğütmede topaksı görünüm oluştu. 1. kalsinasyonun sonunda içinde sert tanecikler oluştu. Fakat 2. kalsinasyonun sonunda yumuşak toz halindeydi.

**3.Aşamada;** Hazırlanan tozlar agat havanda 30dk. tekrar öğütülüp Hidroliksan marka pres aleti yardımıyla sıkıştırılmış tabletler oluşturuldu.



Şekil 4.5. Hidroliksan marka pres aleti ve boşaltılabilir pellet kalıbı

Pellet için  $r = 0,55$  cm yarıçapında, gereken  $P$  ( basınç) ' a bağlı karşılık gelen  $F$  (kuvvet) ' i,

$$P = 450 \text{MPa} = 450 \times 10^6 \text{ Pa} = \frac{F}{\pi \cdot r^2} = \frac{F}{3,14 \times (0,55 \times 10^{-2})^2} \quad (4.1)$$

$$F = 427,4325 \times 10^2 \text{ N}$$

$$F = 42743,25 \text{ N}$$

eşitliğini kullanarak bulduk.

Hidroliksan preste ve yaklaşık;

$$P = \frac{42743,23N}{3,14 \times (3,25 \times 10^{-2})^2} \quad (4.2)$$

$$P = \frac{42743,23N}{33,16625 \times 10^{-4}m^2}$$

$$P = 12887574 \text{ Pa}$$

$$P = 1,289 \times 10^7 \text{ Pa} \cong 130 \text{ Bar}$$

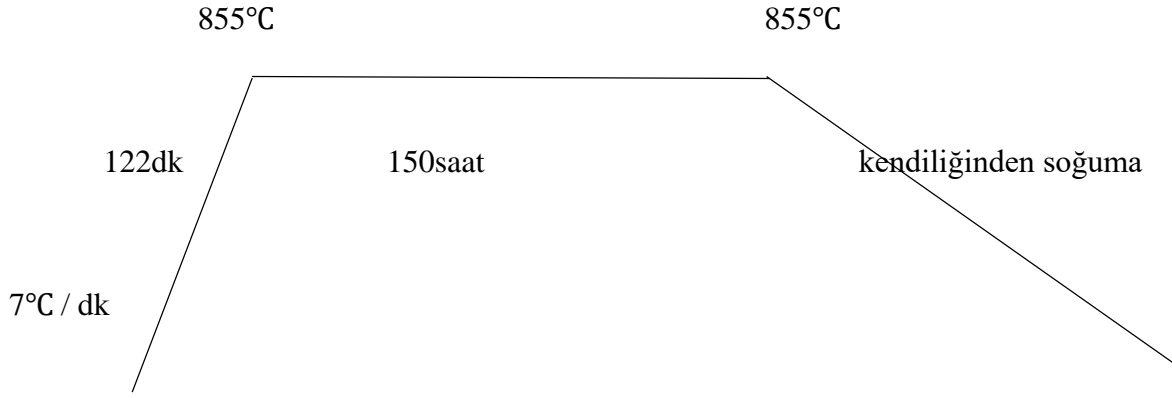
Basınç (P) uygulayarak ve yarıçapı ~13mm, kalınlıkları 1 – 1,5mm olan tabletler elde ettik.



**Şekil 4.6.** Presleme sonucunda elde edilen tablet

**4.Aşamada;** Yüksek basınçlarda sıkıştırılmış malzemelerin Protherm model yüksek sıcaklık fırınında ve hava ortamında sinterleme işlemidir. **Sinterleme;** kalsinasyon işlemi sonucu üretilen malzemenin erime sıcaklığı civarında sabit bir (malzemenin yapısına uygun) sıcaklıkta uzun süre ısıtılma işlemidir. Bu işlem, kristal kusurlarını ortadan kaldırmak, süperiletken fazı elde edebilmek, polikristalleri meydana getirmek ve bileşimi oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek için yapılmaktadır. Yani bu işlem süresince, tanecikler oluşmakta ve örneğin mekaniksel özellikleri gelişmektedir.

Sinterleme sıcaklığını 855°C ve sinterleme süresini 150 saat olarak seçtik. Sinterleme süresinin başlangıcını dakikada 7°C' lik bir sıcaklık artışı sağlayarak 122dk.' da 855°C' ye yükselterek başladık. Soğutma işlemi; hava ortamında, ~12 saatlik bir süre içinde oda sıcaklığına düşecek şekilde gerçekleşti.



**Şekil 4.7.** Sinterleme İşlem Şeması

1 dakikada 7°C'lik artışlarla 122 dakikada 855°C sıcaklığa ulaşan fırın 150 saat boyunca bu sıcaklıkta çalıştı ve sinterleme işlemi sonunda fırın kendiliğinden soğuyarak işlem tamamlandı.

#### **4.4. X – Işını Kırınım Ölçümleri (XRD )**

X-ışını kırınımı, malzemelerin kristallografik özelliklerinin (minerallerin içyapısı ve şekilleri) ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hazırlanan malzemeye hasar vermeyen analiz yöntemidir. Toz malzemelere uygulanan X-ışını kırınımı sonucu kristal yapısının yanı sıra, tanecik ebatı ve tercihli yönlenme gibi özellikler belirlenebilmektedir. Aynı zamanda X-ışını kırınımı ile, malzemenin içerdiği fazlar hakkında bilgi sahibi olmadığımız sağlar. Malzemelerin analizi sonucunda elde edilen değerlerin hazırlanan bileşikle ilgili veri tabanı ile karşılaştırılması sonucu malzemenin içerdiği fazlar da belirlenebilir.

Kristallerin atomlarına çarptırılarak yansıtılması amacıyla, çok kısa dalga boyuna sahip (Gama ışınından daha zayıf ancak ultraviyole ışından daha kuvvetli enerjili ışın) elektromanyetik dalgalardan oluşan X – ışınları demetinin analiz edilecek malzeme üzerine gönderilmesi amacıyla X – ışını kırınımı yöntemi kullanılmaktadır.

X ışınları, kristal malzeme üzerine düşürüldüğünde, kristaldaki atomlar saçılma merkezi gibi davranır. Kristallerin periyodikliği sebebiyle, saçılma merkezleri birbirinden d kadar uzaklıktaki paralel düzlemlere dizilir. Bu düzlemlere belli açılarla gelen x ışınları koherent ve aynı fazlı saçılmalar gösterir. Koherent saçılma yani X ışın saçılması için gerekli

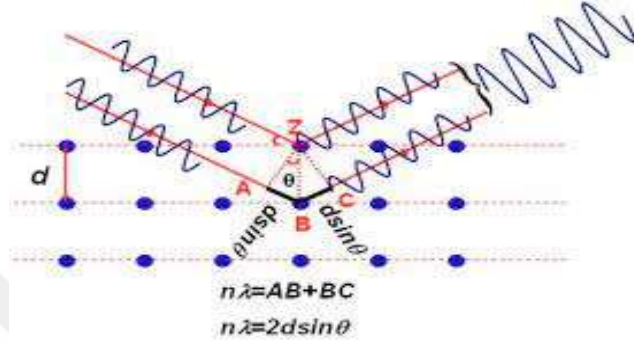


geometrik koşul;

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4.3)$$

eşitliği ile tanımlanan, **Bragg eşitliği** (4.3) ile verilir.

Burada,  $n$  bir tamsayı,  $\theta$  gelen ve saçılan ışın demetleri arasındaki açıyı ve  $\lambda$  gelen x-ışınının dalgaboyu, ifade eder.



**Şekil 4.8.** X ışınları ve Bragg kırınımı

**X-ışınları teknikleri** ile bir mineralin birim hücre parametreleri, kristal sınıfı, kristal yapıdaki çeşitli atomların pozisyonları belirlenebilmekte yani X-ışınları ile yapılan incelemelerde, kristalografi de, atom ve moleküllerinin, üç boyutlu (uzayda) olarak dizilimlerinin incelenmesi yapılır.

Ekipman; mikroşlemci sistemine sahip, kontrol ve ölçüm amacı için kullanılan elektronik ekipmanları ve PW3050/6x gonyometre, gonyometreye monte edilmiş X-ışını tüpü, yüksek gerilim üreticini içeren PW3040 cihaz bölmesi, gelen ve kırılan ışınlar için optik birimler, Cu-K $\alpha$  X-ışını tüpü, malzeme bölmesi, difrakte olan (kırınım yapan) X-ışınlarının şiddetini ölçen dedektör, maksimum gerilim: 60 kV, maksimum akım: 55 mA özelliklerine sahiptir.



**Şekil 4.9.** Malzemelerin XRD metoduyla analiz cihazı

#### **4.5. Taramalı Elektron Mikroskobu ( SEM ) ve Enerji Dağılımlı X-Işınları (EDAX) Analizleri**

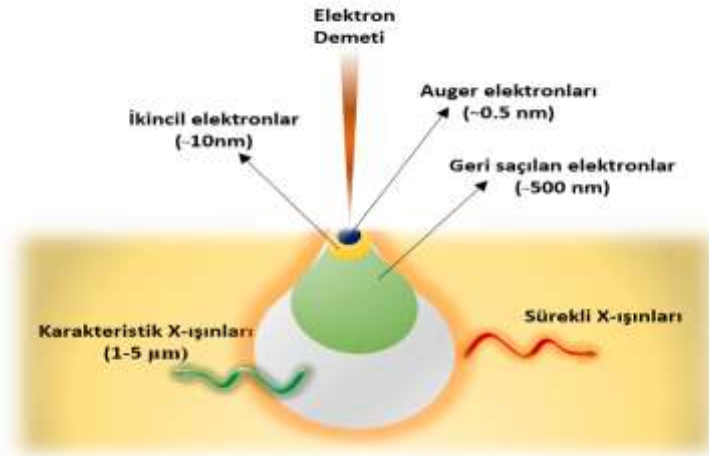
Manfred von Ardenne, 1937'de daraltılmış ve iyi odaklanmış bir elektron demeti ile çok küçük bir alanın taranması sonucu, yüksek çözünürlüğe sahip gerçek bir taramalı elektron mikroskobu (SEM) üretmeyi başardı. Ardenne; hem elektron mikroskobunun doğasında bulunan kromatik sapıncı (merceğin kırılma indisinin değişmesinin sebep olduğu ışığın renklerine bağlı oluşan kusurlar) engellemek hem de yüksek büyütmeye ulaşmak için tarama prensibini uygulamıştır.

**Taramalı elektron mikroskobu (SEM)**, odaklanmış bir elektron demeti ile malzeme yüzeyini tarar. Tarama sonucu görüntü elde edebilen bir elektron mikroskobudur. Elektronlar malzemedeki atomlarla etkileşerek malzeme yüzeyindeki parça ve topografi hakkında bilgilerin bulunduğu farklı sinyaller üretir. Elektron demeti raster tarama (görüntünün tarayıcıdan resim olarak algılanıp bilgisayar ekranında görüntülenmesidir) yaparak yüzeyi tarar. Böylece algılanan sinyalle, demetin konumu eşleştirilerek görüntü oluşturulur. Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılarak 1 nanometreden daha yüksek çözünürlüğe ulaşılabilir. Standart Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yüksek vakumda, iletken ve kuru yüzeyleri incelemek için uygun bir yapıdır.

Elektron demeti tarafından uyarılan malzeme atomlarının yaydığı ikincil elektronlarından (SE) faydalanarak SEM 'de görüntü oluşturur. Malzemenin farklı yerlerinden kopan ikincil elektronların sayısındaki değişim öncelikle yüzeyin topografisine

yani demetin yüzeyle buluşma açısına bağlıdır. İkincil elektronların yanında ışık (elektron demeti) (CL), geri saçılan elektronlar (BSE), karakteristik X-ışınları, malzeme akımı ve aktarılan elektronlarla da malzemedan çeşitli sinyaller elde edilerek uygulama amacına uygun kompozisyon ve topografi analizleri yapılır.

Malzeme atomlarının dış yörünge elektronları yüksek enerjiye sahip demet elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları (**Auger etkisi**, bir atomun, aynı atom arasında bir elektron emisyon (ışık sıklığı geçiş enerjisi) ile atomdaki boşlukları doldurması olayıdır ve ikinci kopan elektrona Auger elektron adı verilir) oluşur. Bu elektronlar malzeme yüzeyi hakkında bilgi taşıdığı için Auger spektroskopisinin çalışma şeklini oluşturur. Aynı şekilde yörünge elektronları ile olan etkileşimler sonucunda enerjisi azalan veya yörüngelerinden atılan demet elektronları malzeme yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanan elektronların ikincil elektron olduğu belirtilir. İkincil elektronlar malzeme odasında bulunan sintilatörde (yükli bir parçacığın uyarılması sonucu göze görünür ışık yayan madde veya kristal) toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline dönüştürülür. Malzemenin yüksek çözünürlüklü topoğrafik görüntüsünün elde edilmesi; ikincil elektronların malzeme yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten gelmesi sayesinde olur.



**Şekil 4.10.** SEM (Taramalı elektron mikroskobu)' in çalışma prensibinin görseli

**EDAX** (Enerji Dağılımlı X-ışınları ); element analizi için kullanılan analitik bir tekniktir. Malzemedan karakteristik X-ışınlarının emisyonunu uyarmak için, incelenen malzemeye bir elektron demeti gönderilir. Durgun durumdayken, malzeme içindeki bir atom, ayrı enerji seviyelerinde veya çekirdeğe bağlı elektron kabuklarında uyarılmamış elektronlar

içerir. Gelen ışın, bir elektron deliği oluştururken bir iç kabuktaki bir elektronu uyarabilir ve onu kabuktan dışarı çıkarabilir. Daha sonra, daha yüksek enerjili bir dış kabuktan gelen bir elektron deliğin içini doldurur ve düşük enerjili kabuk ile yüksek enerjili kabuk arasındaki enerji farkı, bir X-ışını halinde serbest bırakılabilir. Malzemenin yayılan X-ışınlarının enerjisi ve sayısı, bir enerji dağılımlı spektrometre (ışığın özelliklerini ölçerek materyalleri belirlemek için kullanılan araç) ile ölçülebilir. X-ışınlarının enerjileri, yayan elementin atomik yapısının karakteristiği ve iki kabuk arasındaki enerji farkı olduğundan, EDS (Enerji Dağılımı Spektroskopisi) malzemenin element bileşiminin ölçülmesine olanak sağlar.



**Şekil 4.11.** EDAX Trident ( EDS (Enerji Dağılımı Spektroskopisi) – EBSD ( Elektron Geri Dağılım Difraksiyonu) – WDS ( Dalga Boyu Dağılımı Spektrometresi)) Analiz Sistemi

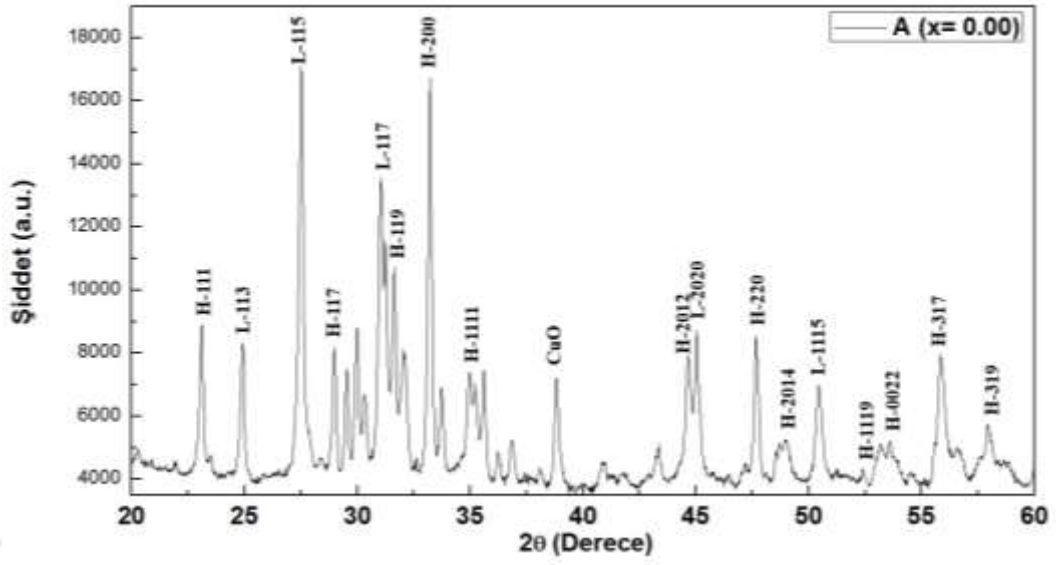
## 5. TARTIŞMA

### 5.1. Sonuçlar

### 5.2. $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ Bileşiminin X-Işınımı Kırınımı (XRD) Sonuçları

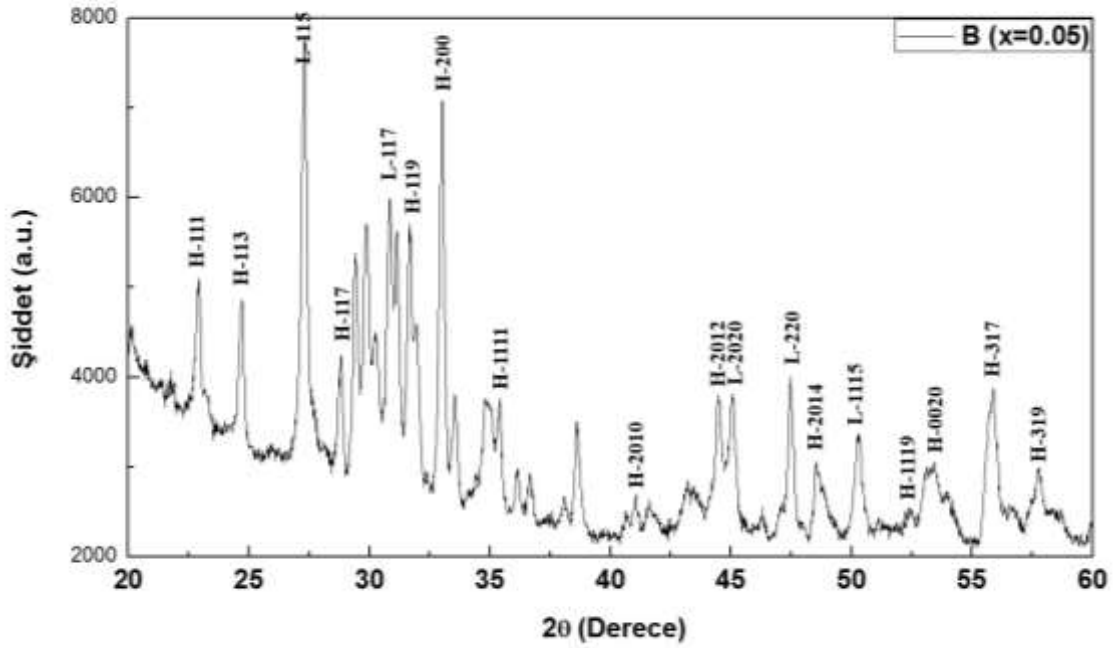
$\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$  (A(x=0.00), B(x=0.05), C(x=0.10), D(x=0.15) ve E(x=0.20)) süperiletken malzemelerinin örgü parametrelerini, süperiletken ve safsızlık fazlarını belirlemek amacıyla XRD analizi kullanılmıştır. Bu analiz Bragg yansıması temeline dayanmaktadır. Gönderilen X-ışını malzeme üzerinden kırılır ve bir dedektör (elektromanyetik dalga şeklindeki enerji akısını ölçülebilir büyüklükteki değerlere getiren ve kayıt edilmesini sağlayan cihazdır) yardımıyla algılanan ışın bilgisayar yazılımına aktarılarak, yansıma şiddetine karşılık gelen  $2\theta$  ( $30^\circ$ ) değerinde grafiği çizilir.

Yüksek  $T_c$  fazı Bi-2223, XRD analizlerinde H (high), düşük  $T_c$  fazı Bi-2212 de L (low) harfleri ile gösterilir. XRD analizleri sonucu yapılan grafiklerde de bu semboller kullanılmıştır. Bi-2223 ve Bi-2212 fazlarının tespit ve işaretlenmesinde literatür de verilen pik tablolarından (EK-I) yararlanılmıştır. Birbirine çok yakın ve düşük şiddetli tepeler, tespit edilemeyen tepeler olarak değerlendirilmiş ve XRD analizlerinde işaretlenmeyerek boş bırakılmıştır.



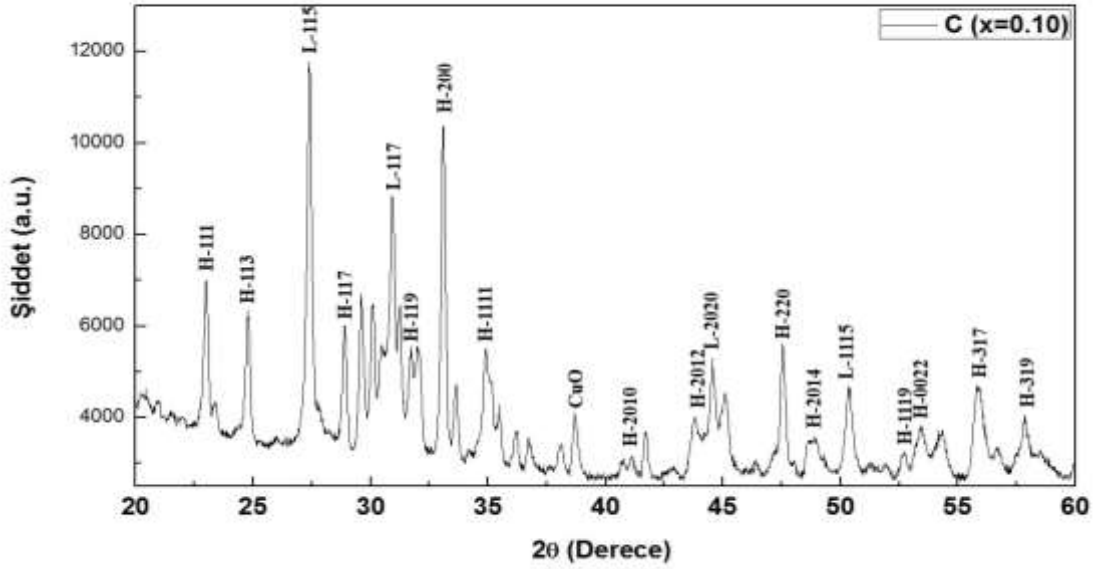
Şekil 5.1.  $x=0.00$  oranındaki A malzemesinin XRD deseni

A örneğinde (Şekil 5.1); en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 olduğu görülmektedir.



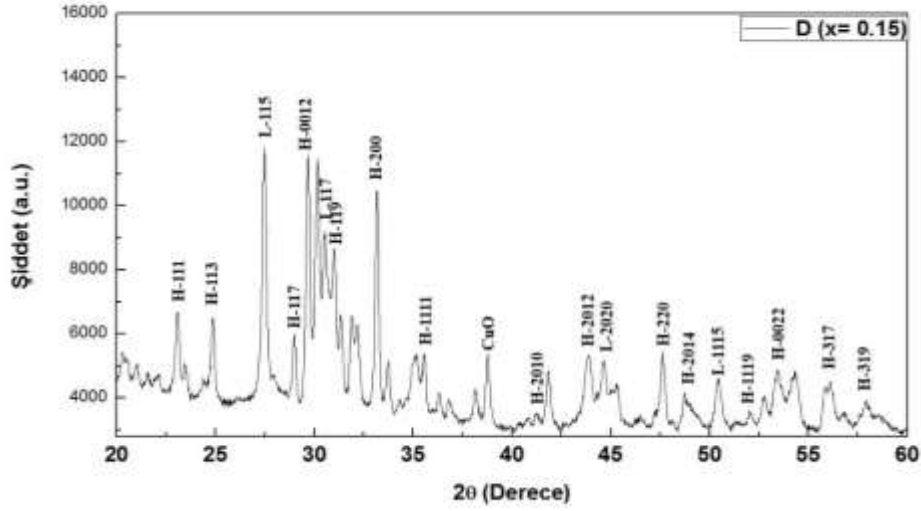
Şekil 5.2.  $x=0.05$  oranındaki B malzemesinin XRD deseni

B örneğinde (Şekil 5.2); en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 olduğu görülmektedir. Ayrıca bu örnekte H – 2010 piki de görülmektedir. A örneğine göre piklerin şiddetleri düşmüştür.



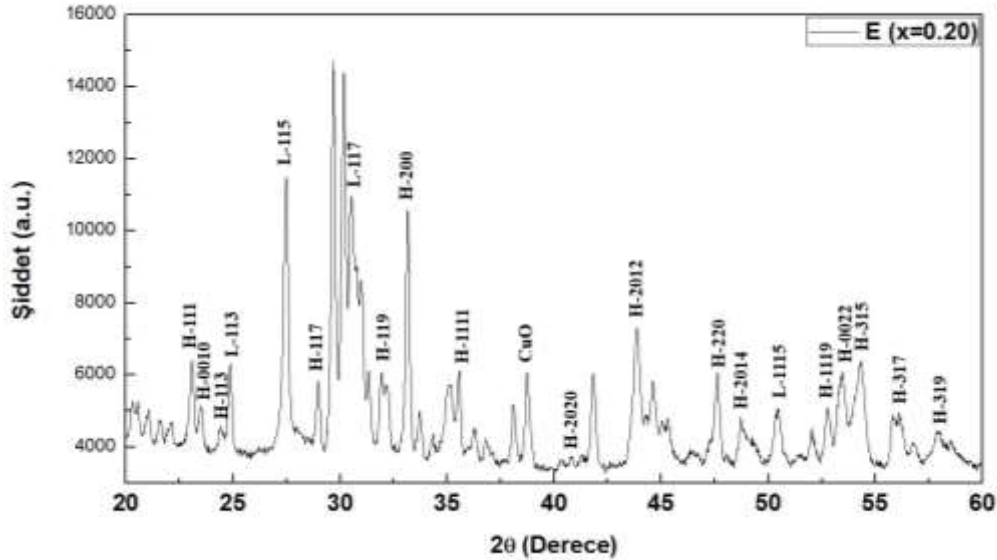
Şekil 5.3.  $x=0.10$  oranındaki C malzemesinin XRD deseni

C örneğinde (Şekil 5.3); en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 ve H – 2010 olduğu görülmektedir. H – 220 piki ortaya çıkmıştır. Katkılama oranları arttıkça Bi-2223 fazının pikleri ve L-115 ile L-2020 piklerinin şiddeti artmıştır. H-1111 pikininde şiddetinde düşüş olduğu görülmektedir. B örneğine göre C örneğindeki piklerin şiddetlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 5.4.  $x=0.15$  oranındaki D malzemesinin XRD deseni

D örneğinde (Şekil 5. 4); en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 0012, en düşük pikin de H – 1119 ve H – 2010 olduğu görülmektedir. H-0012 piki oluşmuştur. Katkılama ile birlikte H-2012, H-2022 ve CuO piklerinin şiddetlerinin arttığı H-119 pikinin şiddetinin azaldığı görülmektedir.



Şekil 5.5.  $x=0.20$  oranındaki E malzemesinin XRD deseni



E örneğinde (Şekil 5.5); en şiddetli piklerin L – 115, L - 117 ve H – 200, en düşük pikin de H – 2020 olduğu görülmektedir. H – 0010 ve L – 113 pikleri oluşmuştur. Katkılama oranlarının artmasıyla H-2012, H-2014, H-1119, H-0022 ve L-117 piklerinin şiddetlerinin arttığı, H-113 ve H-119 piklerinin şiddetlerinin azaldığı görülmektedir.

$\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$  süperiletken örneklere ait X- ışını kırınım (XRD) (Şekil 5. 34-38) desenlerinden belirgin piklerin şiddetlerine bakılarak yüksek- $T_c$  (2223) fazı eşitlik (5.1) ve düşük- $T_c$  (2212) fazı eşitlik (5.2) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Bi (2223) \%} = \frac{\sum I (2223)}{\sum I (2223)+I (2212)} \times 100 \quad (5.1)$$

$$\text{Bi (2212) \%} = \frac{\sum I (2212)}{\sum I (2223)+I (2212)} \times 100 \quad (5.2)$$

Bu eşitliklerdeki  $\sum I (2223)$  yüksek- $T_c$  ve  $\sum I (2212)$  düşük- $T_c$  piklerinin toplam şiddetini göstermektedir. Tablo-5' te, hesaplanan yüksek- $T_c$  (2223) fazı ve düşük- $T_c$  (2212) fazının hacim kesri değerleri verilmiştir.

**Tablo 5.1.** A, B, C, D ve E örnekleri için Bi-2223, Bi-2212 fazlarının hacim kesri

x ( katkı oranı)	Hacim Kesri (%)	
	Bi – 2223	Bi - 2212
x = 0.00	67.0014	32.9985
x = 0.05	72.5665	27.4334
x = 0.10	76.9884	23.0115
x = 0.15	76.9884	23.0115
x = 0.20	77.0930	22.9009

XRD analizi sonucuna göre; x =0.00' dan 0.20' ye kadar yapılan Pb bölgesine Sb ve Cu bölgesine Ag' nin birlikte katkılanmasıyla (Bi-2212) düşük sıcaklık fazından (Bi-2223) yüksek sıcaklık fazına bir geçiş olduğu görülür. Tablo 5.1' de belirtildiği gibi; yüksek sıcaklık fazının hacim kesri artarken düşük sıcaklık fazının hacim kesrinde azalma olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar XRD ( X- ışını kırınım desenleri) grafikleriyle de uyumludur. Yapılan katkılamanın malzemenin süperiletkenliği üzerine pozitif etkiler oluşturduğunu bu sonuçlara bakarak söyleyebiliriz.

Hazırlanan süperiletken malzemelerin X-ışını toz kırınım desenlerindeki (XRD) piklerin genişliğinden de tanecik büyüklüklerini;

$$D = \frac{k \lambda}{\beta_{hkl}} \cos \theta \quad (5.3)$$

eşitliği ile hesaplarız.

Burada D; kristal büyüklüğü,  $\theta$ ; pik açısı,  $\beta_{hkl}$ ; X-ışını desenlerindeki piklerin yarı yükseklik pik genişliği (Full Width HalfMaximum, FWHM),  $\lambda$ ; kullanılan X-ışını kaynağının dalga boyu ve k; boyutsuz biçim faktörüdür. Boyutsuz biçim faktörü k' nın yaklaşık değeri 0,9' dur. Kristalin kalitesi hakkında bilgiyi kristal büyüklükleri verir. Kristal büyüklükleri X-ışını kırınım desenlerinde (XRD) görülen kırınım pikinin yarı yükseklik pik genişliği ile ters orantılıdır. Bu teoriden faydalanarak kristal büyüklüğünün büyük olması için kırınım pikinin oldukça dar olması gerektiği söylenebilir. Örneklerin ortalama grain büyüklükleri 48.931 nm ile 56.735 nm arasında bulunmuştur ve Tablo 6'da gösterildiği gibidir.

**Tablo 5.2.** Örneklerin ortalama grain büyüklükleri

x katkı oranı	Ortalama Grain Büyüklükleri (nm)
x = 0.00	51.215
x = 0.05	51.078
x = 0.10	51.215
x = 0.15	48.931
x = 0.20	56.735

Hazırlanan malzemelerin örgü parametreleri;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2 + b^2 + c^2} \quad (5.4)$$

eşitliği ile bulunmuştur. Burada hkl miller indisleridir. a, b, c, örgü parametreleri, d' de piklere ait uzunluktur.

**Tablo 5.3.** Örneklerin örgü parametreleri

Malzemeler	a (Å)	b (Å)	c (Å)
x = 0.00	5.38	5.38	37.59
x = 0.05	5.42	5.42	37.71
x = 0.10	5.32	5.32	37.71
x = 0.15	5.30	5.30	36.12
x = 0.20	5.40	5.40	37.80

$\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  süperiletken bileşiğine Pb bölgesine Sb ve Cu bölgesine Ag birlikte katkılanmasına bağlı olarak a ve b parametrelerinde ve tanecik boyutunda artış

olmasına rağmen, c parametrelerinde artma görülmektedir. c parametresindeki artma, kristal yapıda değişiklikler olduğunu, dolayısıyla süperiletkenliğin olumlu yönde etkilendiğini göstermektedir.

### 5.3. $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ BİLEŞİĞİNİN SEM SONUÇLARI

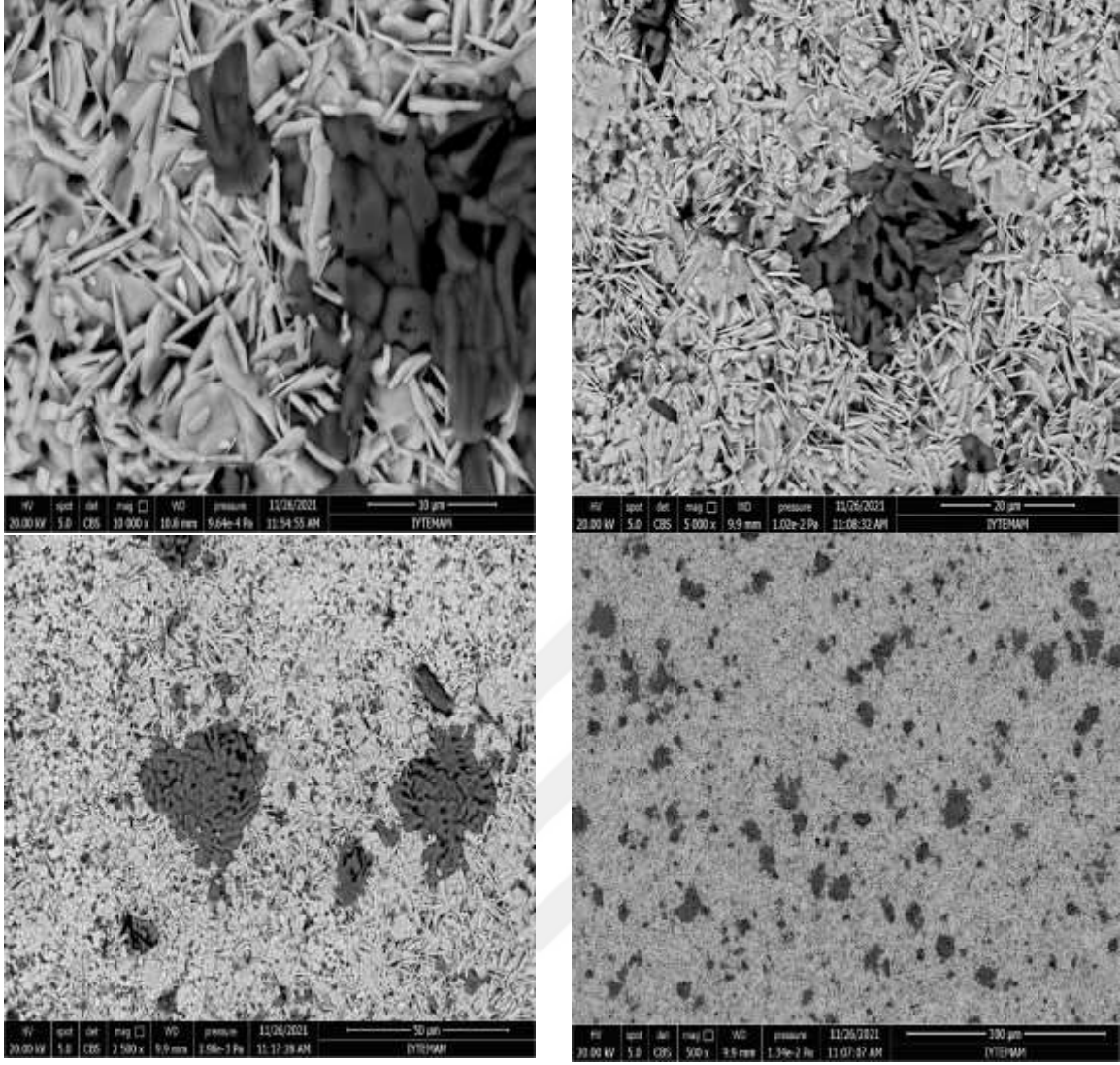
SEM (Elektron Mikroskobu)' de görüntü; elektronların yüksek voltaj ile hızlandırılarak malzeme üzerinde odaklanmasıyla, elektron demetinin malzeme yüzeyinde taratılması sonucunda oluşan etkiler uygun algılayıcılarda toplanır ve sinyal güçlendiricilerden geçtikten sonra katot ışınları tüpünün ekrana aktarılmasıyla meydana gelir.

Burada, SEM görüntülerinde tanecik sınırları, tanecik büyüklükleri, tanecikler arası boşluklar, tanecik yönelimleri, incelenerek Pb' ye Sb ve Cu' ya Ag' nin birlikte katkılanmasının seramik yapı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Mikroskobik ölçümler; kristal yapısı ve kristal büyümesi gibi malzemelerde ısıl işlemler süresince oluşan değişiklikler hakkında ayrıntılı bilgiler vermektedir.

Üretilen yeni süperiletken malzemelerin farklı büyütme ile çekilen yüzey fotoğrafları (SEM),  $10\mu\text{m}$ ,  $20\mu\text{m}$ ,  $50\mu\text{m}$ ,  $300\mu\text{m}$  ölçeklemelerde sırasıyla aşağıdaki şekillerde verilmiştir.  $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$  süperiletken örneklerinin SEM fotoğraflarında tabakalı yapıda olduğu görülmektedir. BSCCO sisteminin genel yapısında tabakalı yapı vardır.

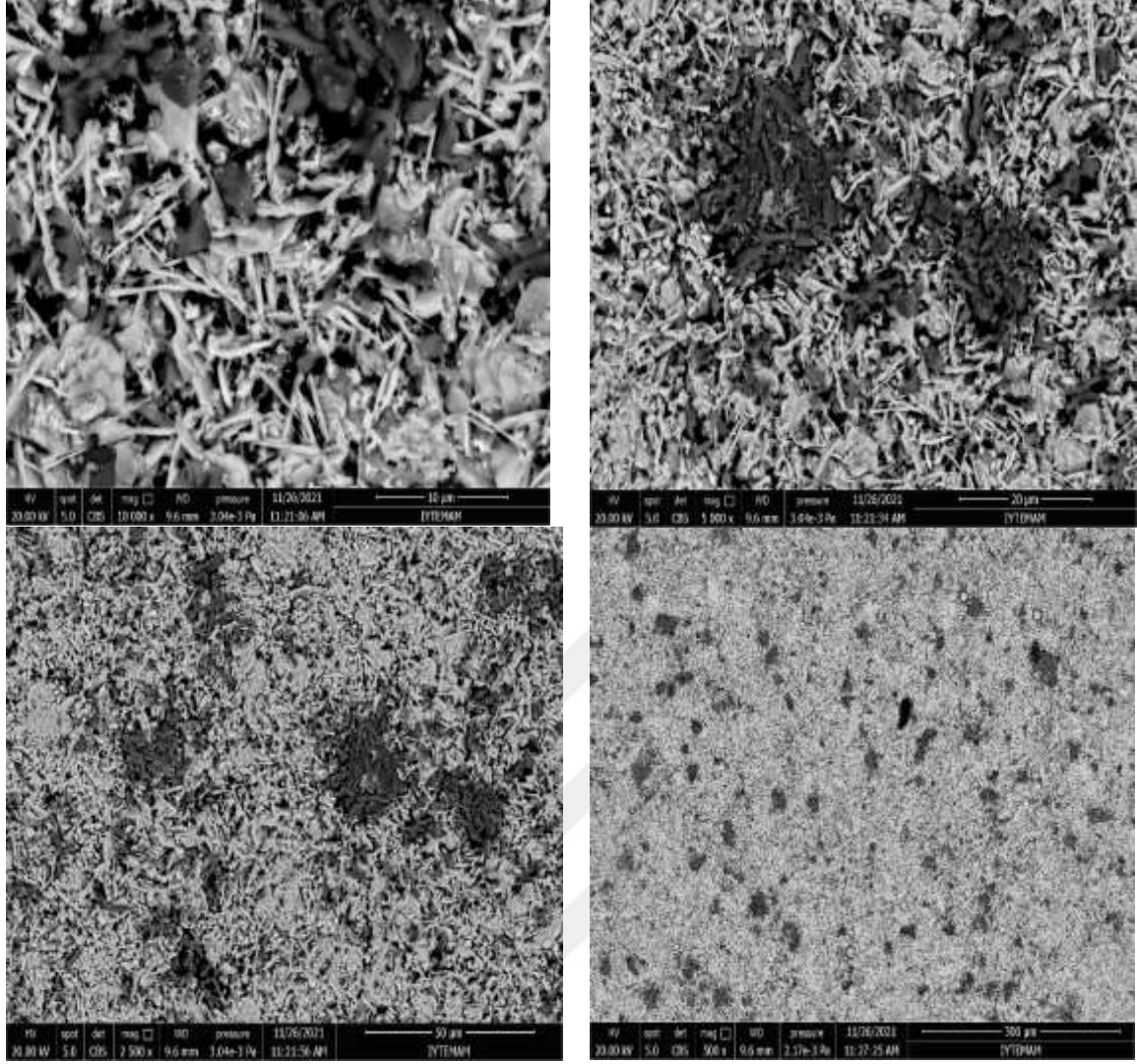
Genel olarak bakıldığında  $x=0.00$  dan  $0.20$  ye kadar katkılanarak hazırlanan malzemelerin tanecik sınırlarının birbirleri ile yaptıkları bağların arttığı yani boşlukların (porozite) sayı ve boyutlarının azaldığı gözlemlenmektedir.

Katkılama arttıkça; tabakalı yapıların azalıp, iğnemsî yapıların yok olmaya başladığı ve giderek homojenliğin bozulduğu SEM görüntülerinde açıkça görülmektedir.



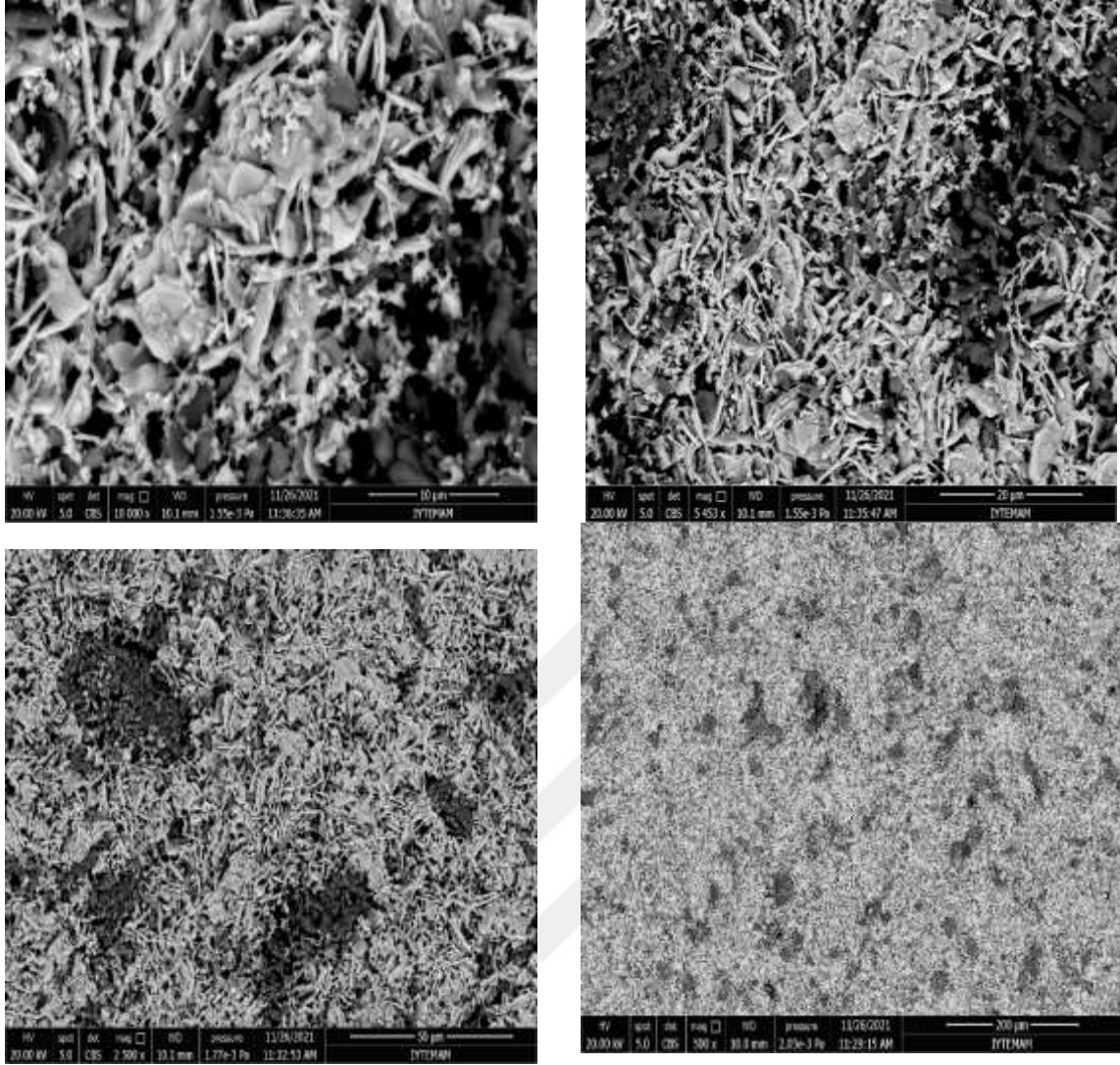
Şekil 5.6. A örneğinin SEM görüntüleri

SEM görüntülerini incelediğim Şekil 5.6' daki A örneği katkısız olduğu için homojen ve az miktarda gözenekli yapıya sahiptir. Yapıda oldukça fazla miktarda porozite olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca Cu zengini olduğu ifade edilen iğnemsî yapılar gözlenmektedir.



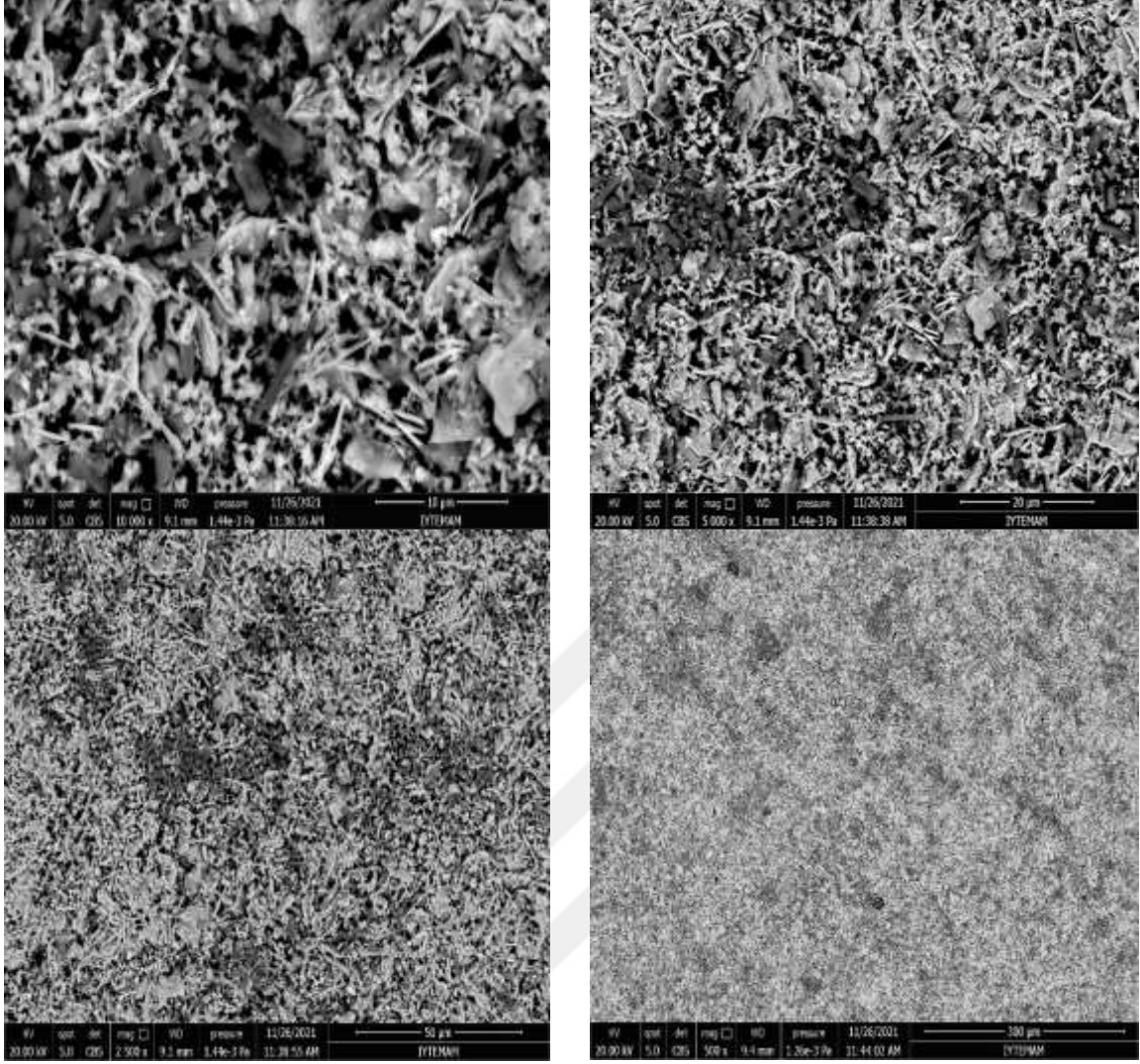
Şekil 5.7. B örneğinin SEM görüntüleri

Şekil 5.7' ye baktığımızda B örneğinde; az miktarda da olsa katkılama yapıldığı için homojen yapıda bozulmalar başlamıştır. Katkısız örneğe göre boşlukların kapladığı alanlar ve sayısı azalmıştır.



Şekil 5.8. C örneğinin SEM görüntüleri

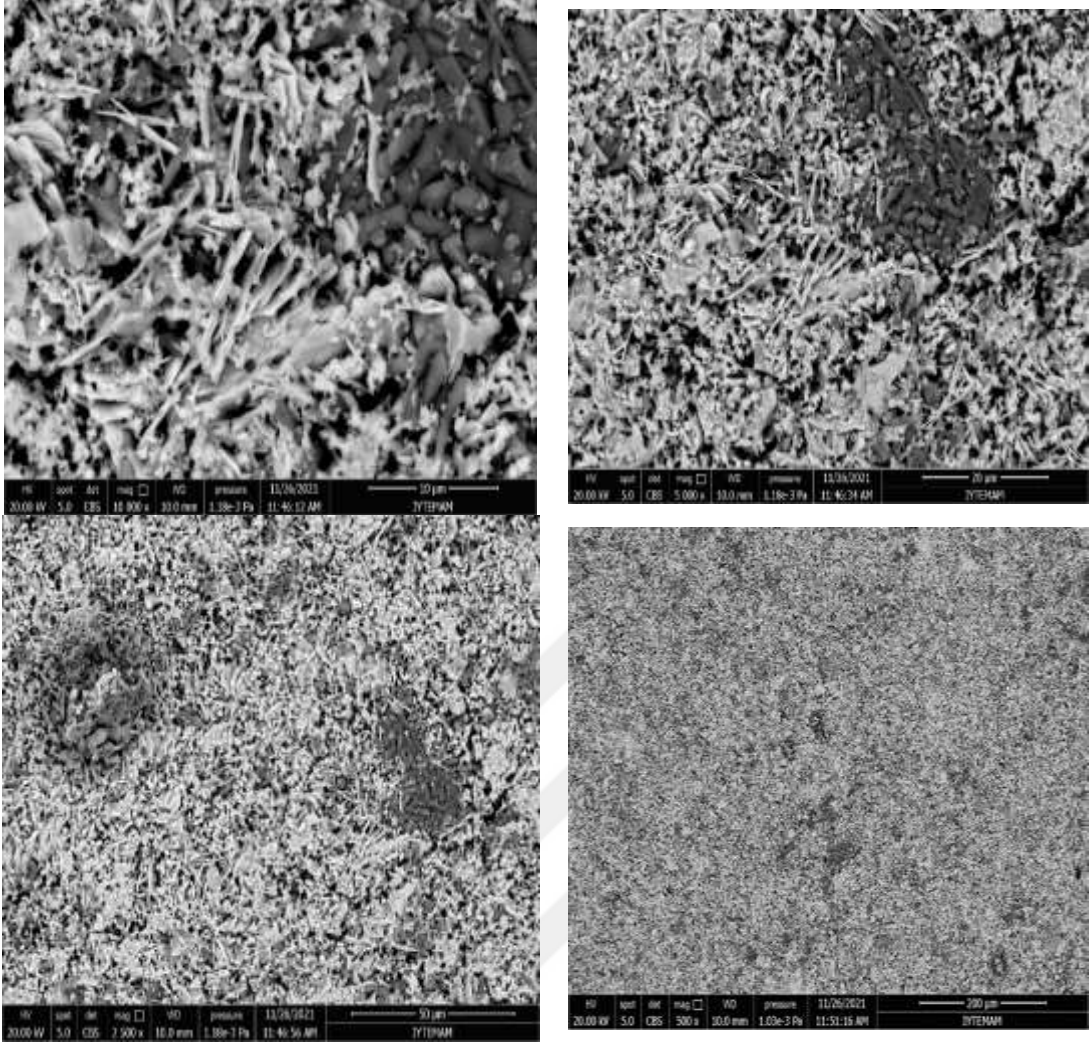
C örneğinde (Şekil 5.8); bu malzemede katkılamalar arttıkça homojenlik giderek daha da azalmaktadır.



Şekil 5.9. D örneğinin SEM görüntüleri

Şekil 5.9’ da D örneğinde; şekillerde katkılama arttıkça homojenlik azaldığı için, boşluklar neredeyse yok olmuştur.





Şekil 5.10. E örneğinin SEM görüntüleri

Şekil 5.10' da E örneğinde; ise artık boşluklar ve granüllü yapıların homojenliği tamamen bozulmuştur.

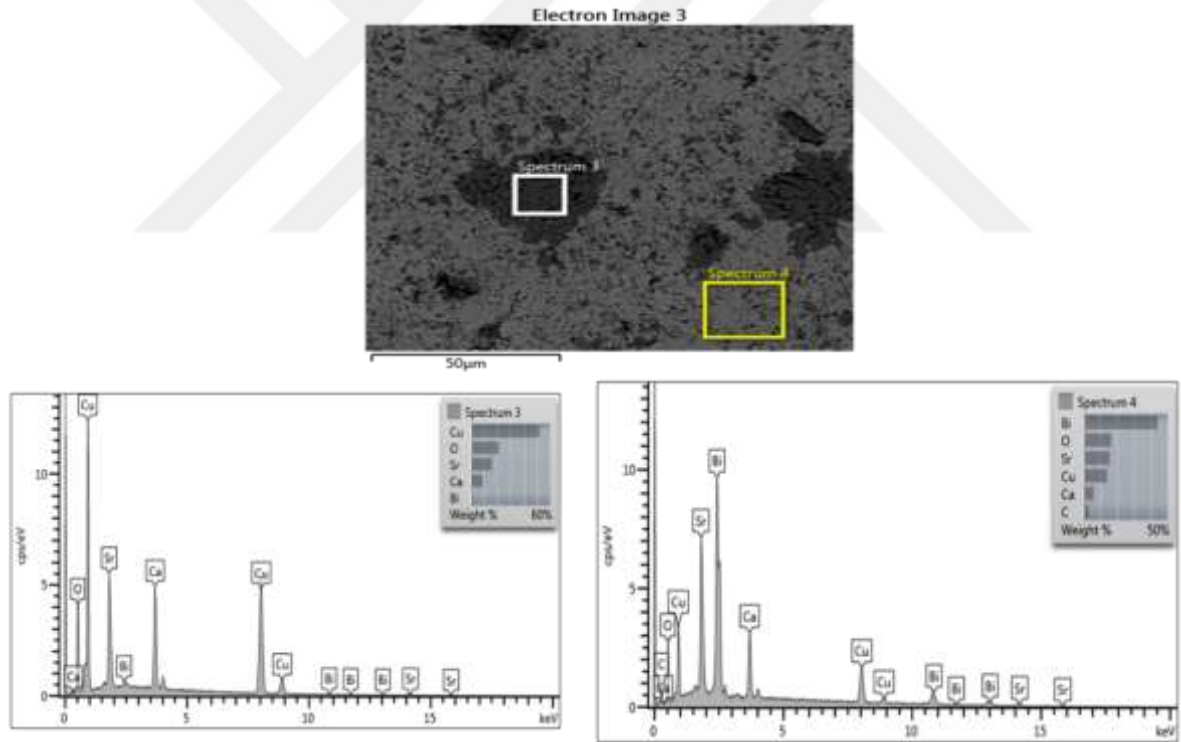
Genel olarak katkılamamanın BSCCO malzemeler üzerine etkisi incelendiğinde; katkılama arttıkça örneklerin tanecik boyutunun arttığı gözlemlenmiştir. Katkısız örnekte tanecikler iyi dizilimli olduğu için daha düzgündür. Katkılama sonucunda yüzey biçimlerinin bozulduğu görülmektedir. Katkısız örneklerin, katkılı örneklere göre daha az gözenek içerdiği ve yer yer boşluklu yapıların var olduğu görülmektedir. Katkılamamanın yapılması ile birlikte malzemelerin homojenliğinin daha da azaldığı görülmektedir. Tanecikler arası bağlantıların kesilmesi sonucu oluşan boşlukların süperiletken olmayan bölgeler olduğu düşünülmektedir. Boşlukların azalmış olması ile tanecikler arası bağlantıların zayıfladığı değerlendirilmektedir. Katkının artmasıyla taneciklerin boyutunda artmalar olmuştur.



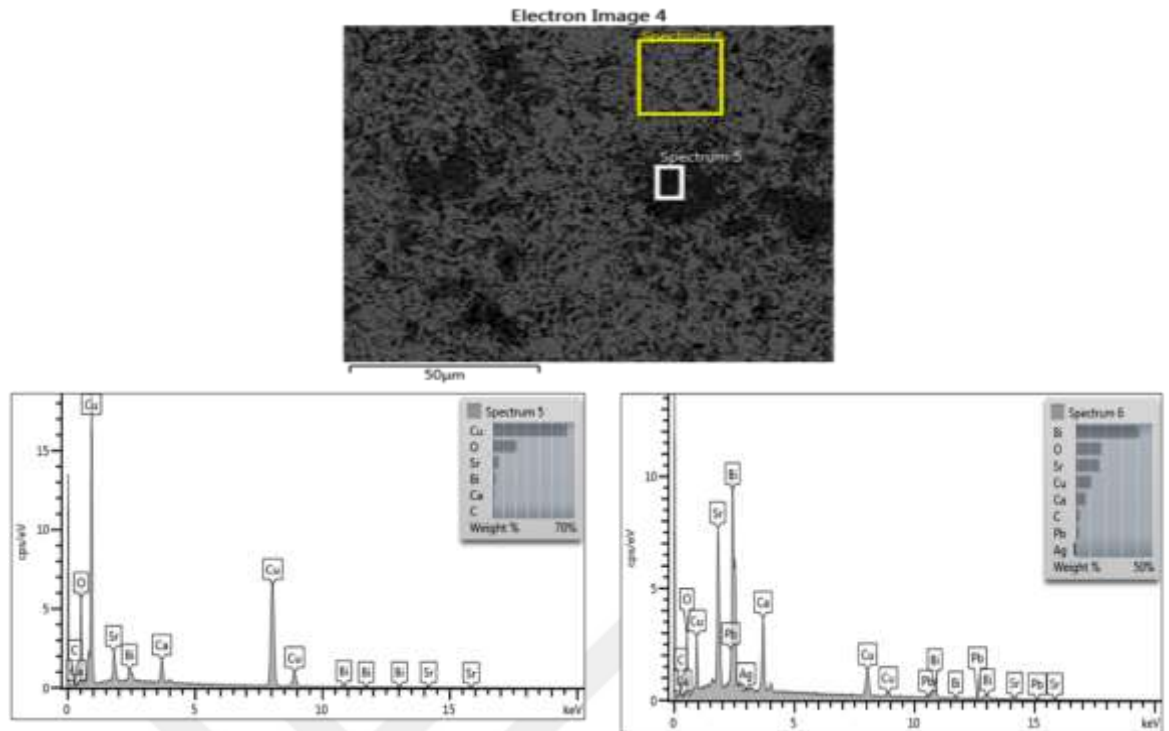
#### 5.4. $\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3-x}\text{Sb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Ag}_x\text{O}_y$ Bileşiğinin EDAX Sonuçları

EDAX malzemede yer alan atomların (bölgesel olarak) yüzde oranlarının belirlenmesini sağlar. Malzemenin yapısal bileşiğinin analizini yapmak için EDAX sistemi kullanılır. Malzeme ile malzeme yüzeyine gönderilen elektronların oluşturduğu X-ışınlarının etkileşmesi sonucu, farklı cins atomlar için, aynı olmayan dalga boylarında ve birbirinden farklı açılarda X-ışınları saçılır. Etkileşim sonucunda saçılan bu ışınlar dedektör yardımıyla saptanır. Uygun bilgisayar yazılımı kullanılarak malzemenin % atomik bileşimi elde edilmiş olur.

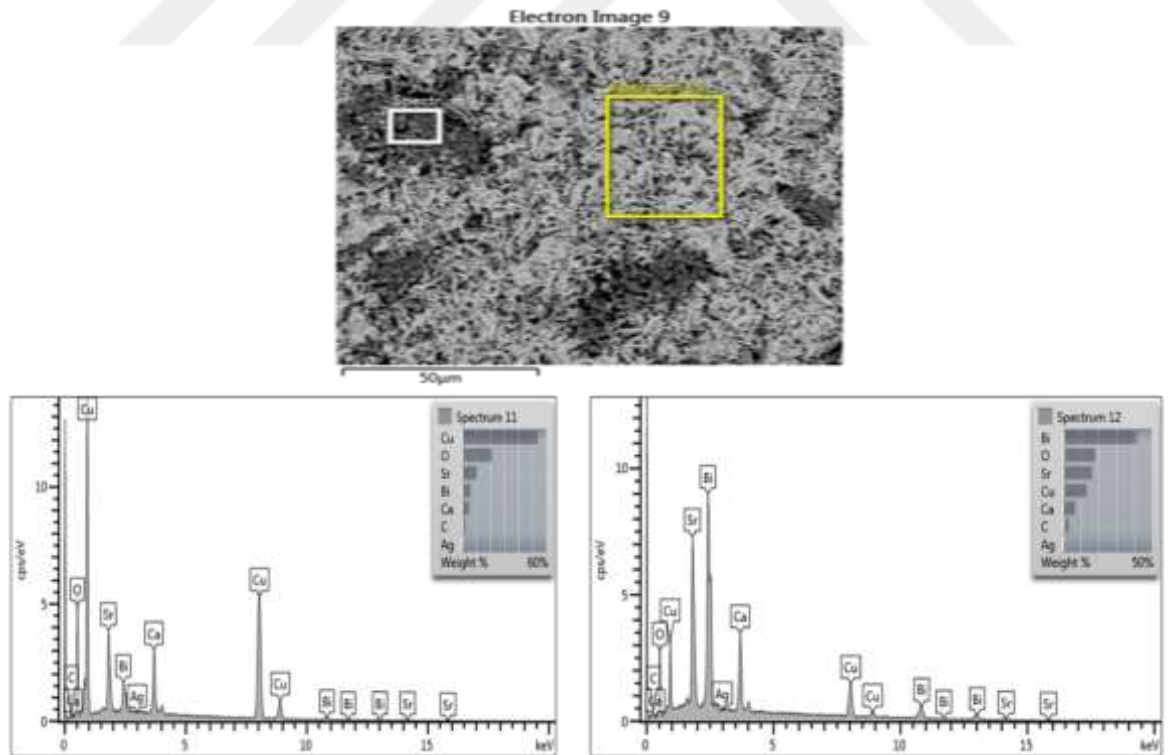
Malzemenin içine ve boşluklu yapılar bakılarak SEM fotoğraflarının belirttiği iki farklı bölgeden alınan EDAX sonuçları Şekil 5.11' den Şekil 5.15' e kadar verilmiştir.



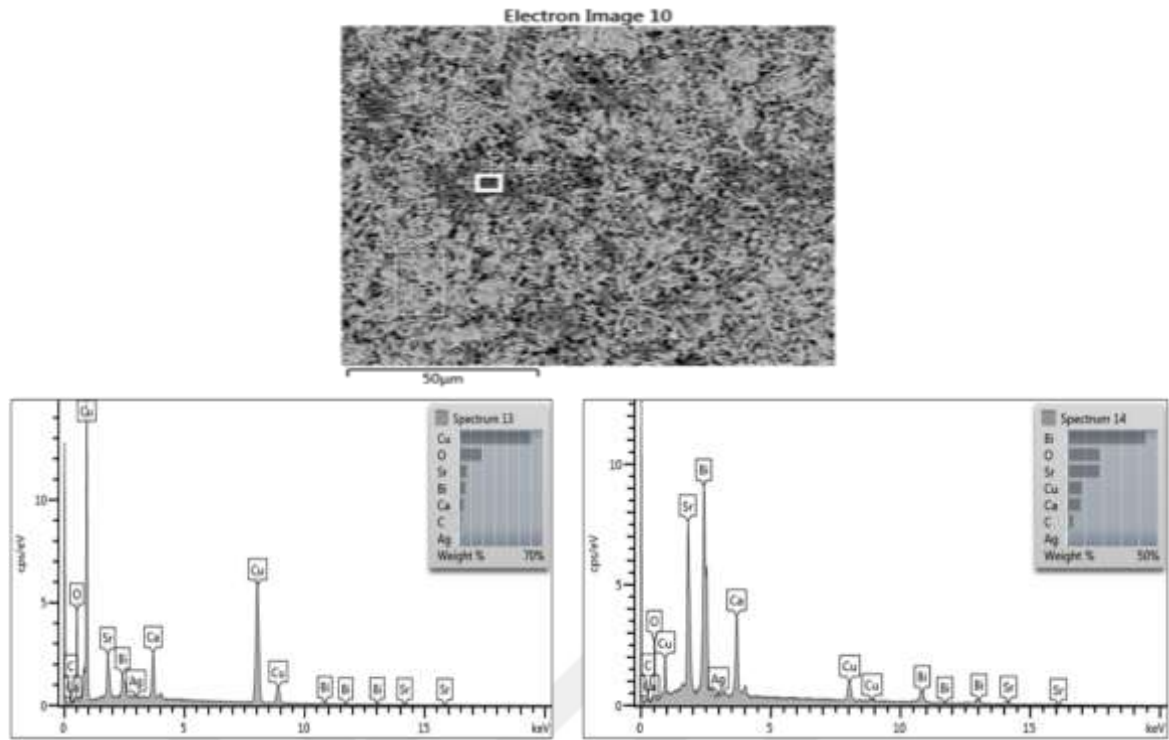
Şekil 5.11. A örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları



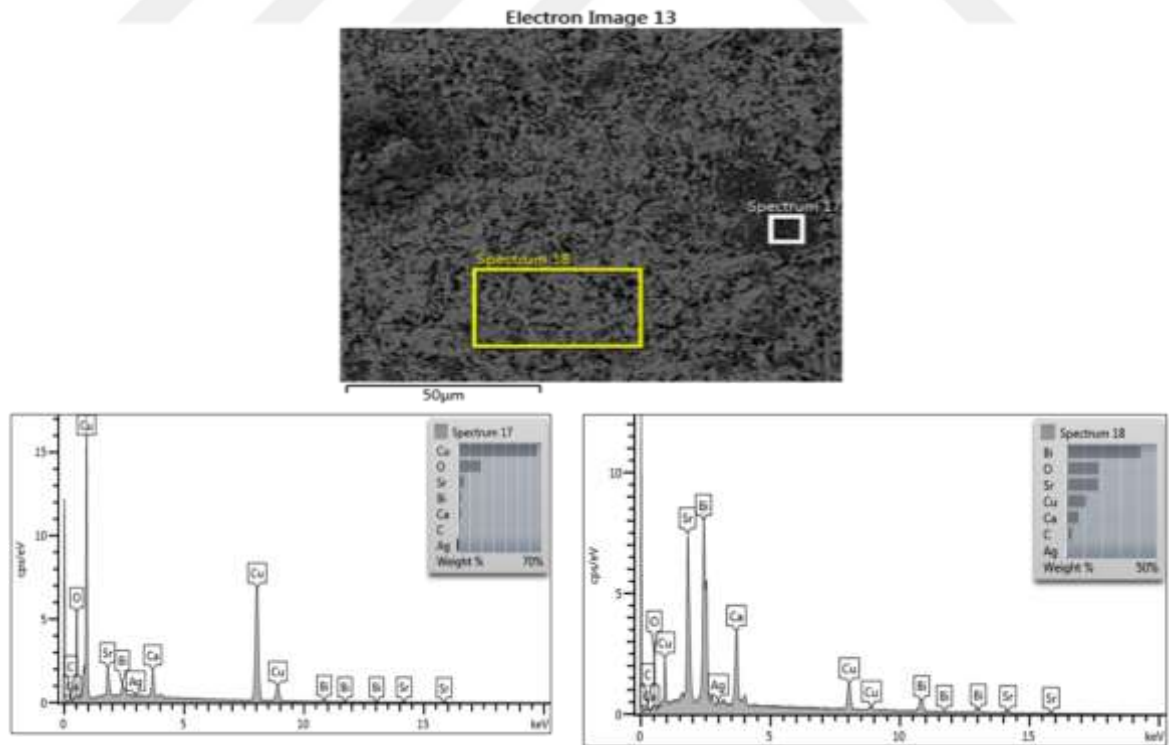
Şekil 5.12. B örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları



Şekil 5.13. C örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları



**Şekil 5.14.** D örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları ve atomik yüzdeleri tablosu



**Şekil 5.15.** E örneği için SEM görüntülerinde belirtilen iki farklı bölgeden alınmış EDAX sonuçları ve atomik yüzdeleri tablosu

EDAX analizleri  $2\mu\text{m}$ ' lik bir noktaya odaklanarak ve yaklaşık ( $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ )' lik bir alanın taranması ile gerçekleştirilmiştir. Numunenin farklı noktalarında (şekillerde boşluk olduğu düşünülen siyah görünümlü bölgelerde ve numunenin içinde ) yapılan analizler elementlerin beklenildiği gibi malzemenin her tarafına homojen bir şekilde dağıldığını göstermektedir. Ayrıca malzemede farklı çözünmeler oluşmadığı için safsızlıklara rastlanmadığı SEM fotoğraflarında da görülmektedir.

EDAX sonuçlarına göre, katkılamalardan dolayı örneklerin grain büyüklükleri artmış, 2223 fazının hacim kesri artarken 2212 fazının hacim kesrinde düşüş görülmektedir. Ayrıca katkılama yapıldıkça Kurşun ve Bakır' da atomik yüzdelerin düştüğü, Antimon ve Gümüş elementlerinin de atomik yüzdelerinin arttığı tablolardan da anlaşıldığı gibi açıkça görülmektedir.

Taneciklerin katkı miktarı artışı ile arttığı, boşlukların azalmasıyla tanecikler arası bağların güçlendiği ve süperiletkenlik açısından örneklerin olumlu etkilendiği görülmektedir.

## 6. SONUÇ VE ÖNERİLER

### 6.1. Tartışma ve Sonuç

Bu tezde, Pb katkılı-Bi tabanlı Yüksek Sıcaklık Süperiletken malzemelerin ((Bi,Pb)-2223) farklı bölgelerine kısmi Sb ve Ag birlikte katılanmasının yapısal etkilerini araştırdık. Katıhal Reaksiyon yöntemini kullanarak Pb bölgesinde Sb ve Cu bölgesinde Ag kısmi yerdeğiştirmelerini  $x=0.00, 0.05, 0.10, 0.15$  ve  $0.20$  oranlarında gerçekleştirdik. Yapılan katılmanın BSCCO sistemi üzerine yapısal özelliklerini araştırmak amacıyla X-Işını Kırınımı (XRD) desenleri, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri, Enerji Dağılımlı X-ışınları (EDAX) analizlerini yaptık.

XRD desenlerinde  $30^\circ = 2\theta$  civarında görülen ardışık ve birbirine çok yakın piklerin, yapıda 2201 fazına karşılık geldiği bilinmektedir (Kış Çam, 2006, 93s). BSCCO süperiletken sisteminin 2201 çok düşük-Tc fazının, uygulanan kalsinasyon işlemi sonucunda malzeme oldukça düşük oranda sentezlenebileceği (yapay olarak bileşik cisimler oluşturulması) düşünülerek, bu tepeler safsızlık fazları olarak değerlendirilmiştir. Sinterleme neticesinde, yaklaşık  $2\theta=30^\circ$  daki tepe yoğunluğunun da diğer oluşan tepeler gibi Bi-2223 yüksek-Tc fazı yönünde düzene girdiği XRD desenlerinde görülmektedir. Farklı katkı oranı ile hazırlanan malzemelerin kalsinasyon ve sinterizasyon işlemlerinin tekrar edilerek, hazırlanan malzemelerin rastgele yönelmiş taneciklerden meydana geldiği ve tanecik sınırlarının birbirine zayıf bağlar ile bağlandığı yani tanecikler arasında zayıf bağlar olduğu gözlenmiştir. Taneciklerin zayıf bağlarla birbirine bağlanması HTS (yüksek sıcaklık süperiletkenleri)'lerin temel özelliklerinden biridir (Yaşar, 2009).

Örneklerin XRD desenlerine bakıldığında katkısız A örneğinde; en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 olduğu görülmektedir. Katılmanın az miktarda da olsa yapıldığı B örneğinde; en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 olduğu görülmektedir. Ayrıca B örneğinde H – 2010 piki oluşmuştur. A örneğine göre piklerin şiddetlerinde katılama ile düşüş olduğu görülmektedir. Katılama oranının  $x=0.10$  olduğu C örneğinde; en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 200, en düşük pikin de H – 1119 ve H – 2010 olduğu görülmektedir. H – 220 piki oluşmuştur. Katılama oranları arttıkça Bi-2223

fazının pikleri ve L-115 ile L-2020 piklerinin şiddeti artmıştır. H-1111 pikinin de şiddetinde düşüş olduğu görülmektedir. B örneğine göre C örneğindeki piklerin şiddetlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Katkılama oranının  $x=0.15$  olduğu D örneğinde; en şiddetli piklerin L – 115 ve H – 0012, en düşük pikin de H – 1119 ve H – 2010 olduğu görülmektedir. H-0012 piki oluşmuştur. Katkılama ile birlikte H-2012, H-2022 ve CuO piklerinin şiddetlerinin arttığı H-119 pikinin şiddetinin azaldığı görülmektedir. Katkılamanın en fazla yapıldığı ve katkı oranın  $x=0.20$  olduğu E örneğinde ise; en şiddetli piklerin L – 115, L - 117 ve H – 200, en düşük pikin de H – 2020 olduğu görülmektedir. H – 0010 ve L – 113 pikleri oluşmuştur. Katkılama oranlarının artmasıyla H-2012, H-2014, H-1119, H-0022 ve L-117 piklerinin şiddetlerinin arttığı, H-113 ve H-119 piklerinin şiddetlerinin azaldığı görülmektedir.

Katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanan süperiletken örnekler Pb bölgesine Sb ve Cu bölgesine Ag' nin birlikte katkılanmasının deneysel sonuçları, yüksek-Tc fazının (Bi-2223) hacim kesri katkılamayla artarken düşük-Tc fazının (Bi-2212) hacim kesri katkılama sonucu azalmıştır. Hazırlanan malzemelere Sb ve Ag iyonlarının birlikte katkılanmasının yani Sb ve Ag iyonlarının varlığı sonucu, tanecik sınırlarının elektronik özellikleri değişime uğrar. Bununla birlikte, a, b ve c parametrelerinin yüksek sıcaklık fazı olan tetragonal yapı örgü parametrelerine sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca tanecik boyutunda artış olması, kristal yapıda değişiklikler olduğunu, dolayısıyla süperiletken özelliklerinin artan katkı ile olumlu yönde etkilendiğini göstermektedir.

SEM analizleri sonucu görülen iğnemsî yapıların literatürde, kritik sıcaklığı olumsuz etkileyen alçak sıcaklık fazına ait olduğu bilinmektedir. Ayrıca gri tabakalı bölgelerin Bi zengini fazlar ve iğnemsî bölgelerin Cu zengini olduğu bilinmektedir (Zan, 2006). SEM analizlerinde görülen siyah boşlukların tanecikler arasındaki bağlantıların kesilmesi sonucu oluştuğu ve süperiletken olmayan bölgeler olarak değerlendirildiği (poroz) düşünülmektedir (Yaşar, 2009).

Örneklerin SEM sonuçlarına bakıldığında; katkılama arttıkça taneciklerin bağlanabilirliğinin geliştiği, örneklerin tanecik boyutunun arttığı, katkılama sonucunda yüzey biçimlerinin bozulduğu, katkısız örneklerin, katkılı örnekler göre daha az gözenek içerdiği ve yer yer boşluklu yapıların var olduğu görülmektedir. Ayrıca katkılama ile birlikte malzemelerin içinde ve boşluklu yapıda homojenliğinin daha da azaldığı görülmektedir.

BSCCO sistemine yapılan Pb bölgesine Sb ve Cu bölgesine Ag' nin birlikte katkılanmasının düşük-Tc ve yüksek-Tc fazlarının oluşumunu etkilemiştir. Bu etkilenme,

malzemenin yapısında yapısal deęişikliklerinin var olduğunu ve süperiletkenlik özelliklerinin deęiştirdiđi ortaya koymaktadır. Yapılan çalışmaların sonucunda, katkılamanın örneklerin, tanecik bağlanabilirliđi ve yüzey morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu görülmüştür. Bu çalışma Pb bölgesine Sb ve Cu bölgesine Ag' nin birlikte katkılanmasının BSCCO süperiletken sisteminin yapısal özellikleri üzerindeki açık etkisini raporlamaktadır.

İleriki çalışmalarda, kritik sıcaklık ve manyetik alan ölçümlerinin de yapılarak, burada yapılan yapısal analizlerin, elektrodinamik açıdan süperiletkenlik kalitesiyle ilişkisinin ortaya çıkarılması planlanmaktadır.



## KAYNAKLAR

- Alp, M. , 2016, Süperiletken ‘‘ Racetract ‘‘ Bobinlerde ve Bobin ‘‘ Stack ‘‘ Yapılarında Alternatif Akım Kayıpların Sonlu Elemanlar Yöntemi İle Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara
- Asada, M., Miura, Y., Osaka, A., Oukam, K. ve Nakamura, S., 1988. Hydroxyapatite crystal growth on calcium hydroxyapatite ceramics. Journal of Materials Science, 23:3202-3205s.
- Bilgeç, Gönül,2004.  $Sb_2O_3$  Katkılı YBCO Süperiletken Seramiklerin Karakterizasyonu,Dokuz Eylül Üniversitesi,Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir
- Bilgili, Özlem, 2013. Manyetik Alınganlık Ölçümleri İle Bizmut Tabanlı Seramik Süperiletkenlerin Karakterizasyonu. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İzmir
- Boğaz, H. (2006).  $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$  (x= 0,0 ve 1,0) Süperiletkenlerin Elektriksel Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Bouzerar, R., Mettout, B., Savary, H., Schneck, J. ve Toledano, J.C., 1994. Influence of lead substitution on the magnetic irreversibility line of 2212 superconducting single crystals. Physica C: Superconductivity, 223:259- 266s.
- Coşkun, E. , 2013, (  $Sm_{1-x}Nd_x$  ) $Ba_2Cu_3O_{7-8}$  Süperiletkenlerinin Elektrik, Manyetik Ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Rize
- Çakan, Emine, 2013. Sm Katkılı YBaCuO Süperiletken Üretimi ve Karakterizasyonu. İnönü Üniversitesi, Malatya
- Çimen, G. 2006. Bizmut Tabanlı Süperiletken Seramiklerde Katkı Atomları ile Yapı Analizi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, İzmir.
- Demirdiş, S. , 2008, Vorteks Mekanizmasının Süperiletkenliğe Etkileri, Çukurova Üniversitesi, Adana



- Du, Q., Gunzburger, M. D., & Peterson, J. S. (1992). Analysis and approximation of the Ginzburg–Landau model of superconductivity. *Siam Review*, 34(1), 54-81.
- Ekizer, A. , 2013,  $Y_3Ba_5Cu_8O_x$  Süperiletken Bileşiminin Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Konya
- Ergin, İbrahim, 2019. Cs Katkısının BSCCO Süperiletkenin Fiziksel Özellikleri Üzerindeki Etkilerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana.
- Hiroki Takahashi, 2008. Kazumi Igawa, Kazunobu Arii, Yoichi Kamihara, Masahiro Hirano, "Superconductivity at 43 K in an iron-based layered compound  $LaO_{1-x}F_xFeAs$  ". *Nature* 453 (7193): 376–378. Hideo Hosono.
- Kase, J., Irisawa, N. ve Morimoto, T., 1990. Improvement in critical current density of  $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_2O_x$  tapes synthesized by doctor-blade casting and melt growth. *Applied Physics Letters*, 56:970.
- Kılıç, Selda,2008. Yüksek Geçiş Sıcaklıklı Süperiletkenlerde Kritik Durum Modellerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Adana
- Kırat, G., Kızılaslan, O. ve Aksan, M.A., 2016. Effect of the Er-substitution on critical current density in glass-ceramic  $Bi_2Sr_2Ca_2(Cu_{3-x}Er_x)O_{10+\delta}$  superconducting system. *Ceramics International*, 42:15072-15076s.
- Kış, Çam, E. 2006. BiPbSrCaCuO seramik süperiletkenlerde onset sıcaklığının katkı oranlarına göre değişimi. Yüksek lisans tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 93s.
- Kızılaslan, O., Kırat, G. ve Aksan, M.A., 2015. Magnetic relaxation behavior in the  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{3-x}Mo_xO_{10+\delta}$  system fabricated by glass-ceramic technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 384:186-191s.
- Koralay, H. 2007. Farklı oranlarda Vanadyum katkısı yapılmış Bi-tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin üretimi, yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi. Doktora Tezi, Fizik, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Li, T.W., Drost, R.J., Kes, P.H., Træholt, C., Zandbergen, H.W., Hien, N.T., Menovsky, A.A. ve Franse, J.J.M., 1997. Enhanced flux pinning in Bi-2212 single crystals by planar defects introduced via Ti-substitution. *Physica C: Superconductivity*, 274:197-203s.

- London, F., London H. 1935. The electromagnetic equations of the supraconductor, Proc. R. Soc. London, Ser. A., 149: 71-88.
- Maeda, A., Hase, M., Tsukada, I., Noda, K., Takebayashi, S., Uchinokura, K., (1990). Physical Properties of  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_{n-1}O_y$  (n= 1,2,3). Phys. Rev. B., 41 (10): 6418-6434.
- Meissner, W., & Ochsenfeld, R. (1933). Ein neuer effekt bei eintritt der supraleitfähigkeit. Naturwissenschaften, 21(44), 787-788.
- Noetzel, R., vom Hedt, B. ve Westerholt, K., 1996. Magnetic irreversibility lines and critical currents of Bi(2212) single crystals doped by Fe, Ni, Co and Zn. Physica C: Superconductivity, 260:290-296s.
- Ömür, N. , 2015, Enerji Depolamada Kullanılan Süperiletken Manyetik Yatakların Sonlu Elemanlar Yöntemi İle Elektromanyetik Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul
- Rose-Innes, A. C., Rhoderick, E. H., 1980. Introduction to superconductivity
- Safran, S. , 2010,  $MgB_2$  Süperiletken Tellerde Alternatif Akım Kaybı ve Akı Perçinleme Mekanizması, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Ankara
- Salış Başaran, Raziye, 2019. Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzemelerin Üretim Ve Elektriksel Ölçme Sistemlerinin İncelenmesi. Aydın Adnan Menderes Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi,Aydın
- Saygın, Ş. , 2014, Süperiletkenlik Teorileri, Lisans Bitirme Projesi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir
- Sheahen, T. P., 1994, “Introduction to High Temperature Superconductivity”, Plenum Press, New York.
- Shengnan, Z., Chengshan, L., Quigbin, H., Jiangqing, F. ve Pingxiang, Z., 2017. Influence of Cu Content in Precursor Powders on the Phase Evolution and Superconducting Properties of Bi-2212 Superconductors. Rare Metal Materials and Engineering, 46:585-590s.
- Şakiroğlu, Serpil, 2002. Investigation of Various Substitution Effects on BiPbSrCaCuO Type High – Temperature Ceramic Superconductors, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.

- TAŞAR,M.F., 1996. Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi.
- TILLEY, D. R., and TILLEY, J., 1986. Superfluidity and Superconductivity, University of Sussex Pres,Sussex,429p.
- Tinkham, M., (1976). Introduction to superconductivity (2nd ed.). New York: McGraw-Hill Inc
- Uthayakumar, S., Srinivasan, E., Jayavel, R. ve Subramanian, C., 2002. Substitutional effect of Mn on floating zone growth Bi-2212 bulk textured crystals. Physica C: Superconductivity, 383:122-126s.
- V. Yağmur, 2008. LaCaMnO nanotellerin ve nanoparçacıkların Sol-Gel yöntemi ile elde edilmesi ve özelliklerinin incelenmesi. İnönü Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Malatya
- Yaşar, N. 2009. XRD Analiz Yöntemleriyle Bi-2223 Süperiletken Seramik Yapıların Faz Değişimlerinin Katkı Atomlarıyla İncelenmesi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.
- Yazıcı, D. , 2010, Tek Fazlı BSCCO Süperiletken Malzeme Üretimi ve Malzemenin Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana
- Yılmaz, M., 2008,  $Y_{0,6}Gd_{0,4}Ba_{2-x}Nb_xCu_3O_{7-\delta}$  ve  $Y_{0,6}Gd_{0,4}Ba_2Cu_{3-x}Nb_xO_{7-\delta}$  süperiletkenlerinin yapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin incelenmesi,Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Konya
- Zan, Recep,2006.  $Bi_{2-x}Tb_xPb_xSr_2Ca_3Cu_4O_y$  Süperiletken Malzemesine Tb katkısının Etkileri. Çukurova Üniversitesi, Adana

- e-kaynak 1. <https://acikders.ankara.edu.tr>
- e-kaynak 10. <tr.wikipedia.org/wiki/SQUID>
- e-kaynak 11. [www.dergipark.org.tr](http://www.dergipark.org.tr)
- e-kaynak 12. <tr.wikipedia.org/wiki/Cooper-ifti>
- e-kaynak 2. <https://bibrary.cu.edu.tr>tezler>
- e-kaynak 3. [www.cesur.ankara.edu.tr](http://www.cesur.ankara.edu.tr)
- e-kaynak 4. [www.ceyrekmuhendis.com/superiletken](http://www.ceyrekmuhendis.com/superiletken)
- e-kaynak 5. [www.dünyaatlası.com/süper\\_iletkenliđin\\_teknolojik\\_uygulamaları/](http://www.dünyaatlası.com/süper_iletkenliđin_teknolojik_uygulamaları/)
- e-kaynak 6. [www.elektrikport.com](http://www.elektrikport.com)
- e-kaynak 7. [www.fizikakademisi.com](http://www.fizikakademisi.com)
- e-kaynak 8. [www.malzemebilimi.net](http://www.malzemebilimi.net)
- e-kaynak 9. <tr.wikipedia.org/wiki/süperiletkenlik>

## EKLER

### Ek 1. Literatürde Sinterlenmiş Tozların d Değerleri Listesi

Literatürde 48 saat sinterlenmiş tozların gözlenmiş ve hesaplanmış d değerleri listesi. (BSCCO seramiklerdeki  $a=b=5.404 \text{ \AA}$ ,  $c=30.4 \text{ \AA}$  örgü parametrelerine sahip 2212 ve  $a=b=5.404 \text{ \AA}$ ,  $c=37.207 \text{ \AA}$  örgü parametrelerine sahip 2223 fazlarına ait piklerin liste olarak gösterimidir) (Çimen, 2006).

$hkl$	$d_{cal}$	$d_{obs}$	$2\theta_{obs}$ ( $^{\circ}$ )	$I/I_m$ (%)	$hkl$	$d_{cal}$	$d_{obs}$	$2\theta_{obs}$ ( $^{\circ}$ )	$I/I_m$ (%)
H-002	18,514	18,395	4,800	7	H-1111	2,527	2,528	35,475	31
L-002	15,391	15,740	5,610	2	H-2010	2,184	2,184	41,305	5
L-008	3,800	3,823	23,250	6	H-2012	2,034	2,034	44,500	27
H-111	3,804	3,823	23,250	6	L-2020	2,0307	2,0309	44,580	32
H-0010	3,703	3,709	23,970	26	L-220	1,912	1,911	47,550	50
H-113	3,653	3,655	24,335	16	H-220	1,912	1,911	47,550	50
L-113	3,577	3,566	24,950	6	H-2014	1,891	1,892	48,040	24
H-115	3,398	3,395	26,225	52	H-1117	1,893	1,892	48,040	24
L-115	3,237	3,237	27,509	17	L-1115	1,791	1,805	50,515	3
H-117	3,099	3,098	28,795	80	H-1119	1,736	1,740	52,540	12
L-117	2,870	2,872	31,115	21	H-0022	1,683	1,698	53,925	5
H-119	2,801	2,801	31,925	58	H-315	1,666	1,665	55,105	9
L-200	2,704	2,702	33,125	100	H-317	1,627	1,627	56,525	20
H-200	2,704	2,702	33,125	100	H-319	1,579	1,579	58,395	10

**T.C.**  
**AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BİLİMSEL ETİK BEYANI**

“(Bi,Pb)-2223 SERAMİK SÜPERİLETKENLERİN YAPISAL ve SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE Sb – Ag BİRLİKTE KATKILANMASININ ETKİSİ” başlıklı Yüksek Lisans tezindeki bütün bilgileri etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada, bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yaptığımı bildiririm. İfade ettiklerimin aksi ortaya çıktığında ise her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Filiz AKSOY

12 /08 / 2022

## ÖZ GEÇMİŞ

**Soyadı, Adı** : AKSOY FİLİZ

**Yabancı Dil** : İngilizce

### EĞİTİM

<b>Derece</b>	<b>Kurum</b>	<b>Mezuniyet Tarihi (Yıl)</b>
Tezli Yüksek Lisans	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi	2022
Tezsiz Yüksek Lisans	Çanakkale 18 Mart Üniversitesi	2006
Lisans	Çanakkale 18 Mart Üniversitesi	2004