



**TARSUS**  
ÜNİVERSİTESİ

**T.C.**

**TARSUS ÜNİVERSİTESİ**

**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**ENERJİ SİSTEMLERİ MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**SICAK PRESLEME YÖNTEMİYLE HAZIRLANAN Bi-2212  
SÜPERİLETKEN MALZEMELERİN ELEKTRİKSEL VE  
MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**BULUT ÖNER**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**TARSUS - 2022**

**T.C.**  
**TARSUS ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**  
**ENERJİ SİSTEMLERİ MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**SICAK PRESLEME YÖNTEMİYLE HAZIRLANAN Bi-2212 SÜPERİLETKEN  
MALZEMELERİN ELEKTRİKSEL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**BULUT ÖNER**

**Danışman: Prof. Dr. BERDAN ÖZKURT**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**TARSUS - 2022**

**Tarsus Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğüne;**

Bu çalışma, jüri tarafından Enerji Sistemleri Mühendisliği Ana Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

**Başkan:** Prof. Dr. Berdan ÖZKURT

(Danışman)

**Üye:** Doç. Dr. İlker SUGÖZÜ

**Üye:** Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Ersin AYTEKİN

Yukarıdaki Jüri kararı Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun  
...../...../2022 tarih ve ...../.....sayılı kararıyla onaylanmıştır.

**ONAY**

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim elemanlarına ait olduklarını onaylıyorum.  
.../.../2022

Prof. Dr. Osman Murat ÖZKENDİR  
Enstitü Müdürü

**NOT:** Bu tezde kullanılan ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu'ndaki hükümlere tabidir.

## ETİK BEYANI

Tarsus Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

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

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim. 18 / 07 / 2022

Bulut ÖNER

## ÖZET

# SICAK PRES YÖNTEMİYLE HAZIRLANAN Bi-2212 SÜPERİLETKEN MALZEMELERİN ELEKTRİKSEL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

BULUT ÖNER

Yüksek Lisans, Enerji Sistemleri Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Berdan ÖZKURT

Temmuz 2022, 77 sayfa

Katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  seramiklere birbirinden farklı sıcaklık ve basınç (22 ve 33 MPa 750 °C’de; 22 MPa 800 °C’de) altında sıcak pres işlemi uygulanmıştır. Süperiletken özellikler X-ışını kırınım (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), dc elektriksel özdirenç (R-T) ve manyetik histerezis (M-H) ölçümleri vasıtasıyla araştırılmıştır. X-ray kırınım ölçümlerinde tüm örneklerde  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  ve  $\text{Bi}_3\text{Sr}_4\text{CaCu}_3\text{O}_4$  gibi ikincil safsızlık fazlarının oluşmasının yanında temel fazın  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$  (Bi-2212) olduğu görülmektedir. En iyi tane yönelimi 750 °C’de 33 MPa basınç uygulanan örnekte elde edilmiştir. Örneklerin  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri A, B, C örnekleri için sırasıyla 87.5, 85, 65 K olarak ölçülerek en yüksek  $T_c^{\text{offset}}$  değeri B örneğinde elde edilmiştir. Mikro yapısal özelliklerin gelişmesine bağlı olarak en geniş M-H eğrilerine B örneğinde ulaşılmıştır. Bu çalışma kapsamında en yüksek kritik akım yoğunluğu değeri, katı hal yöntemi ile hazırlanan benzer bileşime sahip örnekler için literatürde bildirilen değerlerden çok daha yüksek seviyede 750 °C’de 33 MPa uygulanarak hazırlanan B örneğinde (1.9 T ve 15 K’de  $201.5 \times 10^4 \text{ A / cm}^2$ ) elde edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:**  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ , Sıcak Presleme, X-ışını Kırınımı, Taramalı Elektron Mikroskobu, Kritik Akım Yoğunluğu

## ABSTRACT

# INVESTIGATION OF ELECTRICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF Bi-2212 SUPERCONDUCTING MATERIALS PREPARED BY HOT PRESS METHOD

BULUT ÖNER

Master Thesis, Energy Systems Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Berdan ÖZKURT

July 2022, 77 pages

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  ceramics have been prepared by the classical solid state reaction method followed by hot-pressing process under several applied pressures and temperatures: 22 and 33 MPa at 750 °C, and 22 MPa at 800 °C. The superconducting properties were investigated by means of X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), dc electrical resistivity (R-T) and magnetic hysteresis (M-H) measurements. In addition to the formation of secondary impurity phases such as  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  and  $\text{Bi}_3\text{Sr}_4\text{CaCu}_3\text{O}_4$  in all samples, it is seen that the basic phase is  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$  (Bi-2212) in X-ray diffraction measurements. The best grain orientation was obtained in the sample at 750 °C with a pressure of 33 MPa. The  $T_c^{\text{offset}}$  values of the samples were measured as 87.5, 85, 65 K for samples A, B, C, respectively, and the highest  $T_c^{\text{offset}}$  value was obtained in sample B. Due to the development of microstructural properties, the widest M-H curves were reached in sample B. In the scope of this study, the highest critical current density value was obtained in the sample prepared by applying 33 MPa at 750 °C ( $201.5 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  at 1.9 T and 15 K) at a much higher level than the values reported in the literature for samples with a similar composition prepared by the solid state method.

**Keywords :**  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ , Hot-Pressing, X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscope, Critical Current Density

## ÖNSÖZ

Tez çalışmam süresince benden desteğini esirgemeyen, değerli vaktini bana ayıran, beni cesaretlendirerek engin akademik bilgisiyle aydınlatan, öneri ve yardımda bulunarak çalışmama büyük katkı sağlayan, en büyük motivasyon kaynağım çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Berdan ÖZKURT'a yürekten teşekkür ediyorum, en derin saygılarımı sunuyorum.

Ayrıca çalışmamda desteğini esirgemeyen Dr. Öğr. Üyesi Pınar ÖZKURT'a teşekkür ederim. Yine çalışmalarımızda kullandığımız malzemelere, sıcak pres tekniğinin uygulanmasında yardım eden Zaragoza Üniversitesi Malzeme Bilimi Teknolojisi Bölümü öğretim üyeleri Prof. Dr. Andrés Sotelo MIEG ve Prof. Dr. M.A. MADRE'ye teşekkür ederim.

Deneyimlerimden faydalandığım, her aradığımda bana vakit ayırıp yardımcı olan Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Ersin AYTEKİN'e teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim boyunca verdikleri eğitim izinleri ile dersleri takip etmemi sağlayan İSDEMİR Genel Müdürlüğü'ne, desteklerinden dolayı amirlerime ve çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Ayrıca yoğun çalışma dönemlerime sabır ile katlanarak fedakarlıkta bulunan, bana yardımcı olan ve beni her anlamda destekleyerek moral veren, hakkını ödeyemeyeceğim sevgili eşim Güneş ÖNER'e sonsuz teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim ve tez çalışmam süresince desteklerini esirgemeyen Babam Mehmet Ali ÖNER ve Annem Sema ÖNER'e ayrıca teşekkür ederek şükranlarımı sunarım.

Bu çalışma Tarsus Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon birimi tarafından **MF.21.004** nolu proje kapsamında desteklenmiştir. Tarsus Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon birimine katkılarından dolayı teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
ÖNSÖZ .....	iii
KISALTMALAR.....	vi
TABLolar LİSTESİ .....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	viii
GİRİŞ.....	1

### BÖLÜM I

#### SÜPERİLETKENLİKTE TEMEL KAVRAMLAR

1.1. Süperiletkenliğin Keşfi .....	3
1.2. Sıfır Direnç .....	5
1.3. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ ) .....	6
1.4. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ ) .....	10
1.5. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	11
1.6. Meissner Etkisi .....	13

### BÖLÜM II

#### SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ

2.1. London Teorisi.....	14
2.1.1. Birinci London Denklemi .....	14
2.1.2. İkinci London Denklemi .....	14
2.1.3. Manyetik Alanın Nüfuz Etme Derinliği.....	15
2.2. Ginzburg Landau Teorisi .....	15
2.3. BCS Teorisi.....	16
2.4. İzotop Etkisi.....	18

### BÖLÜM III

#### YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ

3.1. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenliğinin Keşfiyle İlgili Yapılan Önceki Çalışmalar.....	20
---	----

3.2. BSCCO Süperiletken Sistemi .....	21
3.3. BSCCO Sistemlerde Faz Oluşumu .....	23
3.4. Süperiletken Özelliklerin Geliştirilmesi İçin Yapılan Daha Önceki Çalışmalar .....	25

## BÖLÜM IV

### MATERYAL VE METOT

4.1. Malzeme Hazırlama Yöntemleri.....	37
4.1.1. Katı Hal Tepkime Yöntemi.....	37
4.1.2. Sıcak Presleme Yöntemi .....	39
4.2. Örneklerin Hazırlanması.....	41
4.2.1. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ Bileşiğinin Katı Hal Tepkime Yöntemi Kullanılarak Sıcak Pres İşlemine Hazırlanması .....	41
4.2.2. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ Tabletlere Sıcak Pres İşleminin Uygulanması.....	44
4.3. Deneysel Ölçümler .....	46
4.3.1. X-Işını Toz Kırınım Analizleri (XRD) .....	46
4.3.2. Taramalı Elektron Mikroskopu Analizleri (SEM) .....	48
4.3.3. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Analizleri (M-H) .....	49
4.3.4. Elektriksel Özdirenç Analizleri (R-T).....	50

## BÖLÜM V

### BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1. X-ışını Kırınım (XRD) Ölçüm Sonuçları .....	52
5.2. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Ölçüm Sonuçları.....	54
5.3. Özdirenç-Sıcaklık (R-T) Ölçüm Sonuçları .....	56
5.4. Manyetizasyon (M-H) Ölçüm Sonuçları .....	58

<b>SONUÇ ve ÖNERİLER.....</b>	<b>64</b>
-------------------------------	-----------

<b>KAYNAKÇA.....</b>	<b>67</b>
----------------------	-----------

<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>77</b>
----------------------	-----------

## KISALTMALAR

<b>BSCCO</b>	: Bi-Sr-Ca-Cu-O
<b>CNT</b>	: Karbon Nano Tüp
<b>H<sub>c</sub></b>	: Kritik Manyetik Alan Deęeri
<b>H<sub>c1</sub></b>	: II. Tip Süperiletkenler İçin Birinci Kritik Manyetik Alan Deęeri
<b>H<sub>c2</sub></b>	: II. Tip Süperiletkenler İçin İkinci Kritik Manyetik Alan Deęeri
<b>Hg</b>	: Cıva
<b>J<sub>c</sub></b>	: Kritik Manyetik Alan Deęeri
<b>K</b>	: Kelvin Sıcaklık Deęeri
<b>Li</b>	: Lityum
<b>M-H</b>	: Manyetik Histerezis
<b>N</b>	: Azot
<b>Na</b>	: Sodyum
<b>O<sub>2</sub></b>	: Oksijen
<b>Pb</b>	: Kurşun
<b>R</b>	: Direnç
<b>SEM</b>	: Taramalı Elektron Mikroskobu
<b>Sn</b>	: Kalay
<b>T</b>	: Sıcaklık
<b>T<sub>c</sub></b>	: Kritik Geçiş Sıcaklığı
<b>T<sub>c</sub><sup>offset</sup></b>	: Offset Geçiş Sıcaklığı Deęeri
<b>T<sub>c</sub><sup>onset</sup></b>	: Onset Geçiş Sıcaklığı Deęeri
<b>XRD</b>	: X-Işını Difraksiyonu
<b>χ</b>	: Manyetik Duygunluk

## TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa

<b>Tablo 1. 1.</b> Bazı Süperiletken Maddelerin Kritik Geçiş Sıcaklığı Değerleri .....	7
<b>Tablo 1. 2.</b> Üretim Tekniğine Bağlı $T_c^{\text{onset}}$ , $T_c^{\text{offset}}$ , $\Delta T_c$ Değerleri.....	9
<b>Tablo 3. 1.</b> BSCCO Sistem Faz Yapısına Ait Örgü Parametreleri .....	22
<b>Tablo 5. 1.</b> A, B, C Örneklerine Ait Kristal Kafes Örgü Parametreleri.....	54
<b>Tablo 5. 2.</b> A, B, C Örneklerine Ait $T_c^{\text{onset}}$ , $T_c^{\text{offset}}$ , $\Delta T_c$ Değerleri .....	57



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1. 1. Onnes Tarafından Yapılan İlk Süperiletken Bobin.....	4
Şekil 1. 2. Normal Metallerde Sıcaklık-Özdirenç Eğrisi.....	5
Şekil 1. 3. Kalay ve Gümüş İçin Sıcaklık-Özdirenç Grafiği.....	6
Şekil 1. 4. Katı Cıva Sıcaklık- Özdirenç Grafiği.....	6
Şekil 1. 5. $T_c^{onset}$ , $T_c^{offset}$ , $T_c^{mid}$ ve $\Delta T_c$ Değerlerinin Sıcaklık-Özdirenç Eğrisi Üzerinde Gösterimi .....	8
Şekil 1. 6. Farklı Tekniklerle Üretilen Malzemelerin R-T Grafiği .....	9
Şekil 1. 7. Kritik Sıcaklık Değeri, Kritik Manyetik Alan ve Kritik Akım Yoğunluğu Arasındaki İlişki .....	10
Şekil 1. 8. Birinci Tip (a) ve İkinci Tip (b) Süperiletkenlerde Faz Durumu.....	12
Şekil 1. 9. $H_{c1}$ - $H_{c2}$ Aralığında Oluşan Girdap Mekanizmaları .....	12
Şekil 1. 10. Meissner Etkisi .....	13
Şekil 2. 1. Cooper Çifti .....	17
Şekil 2. 2. Cooper Çiftleri Arasındaki Çekici Etkileşim.....	17
Şekil 3. 1. $ABX_3$ Perovskit Yapısı .....	19
Şekil 3. 2. BSCCO Sistem Faz Yapısı .....	22
Şekil 3. 3. Yağda Soğutma İşlemi Uygulanan Örneklerin XRD Grafiği .....	24
Şekil 3. 4. Farklı Sıcaklıklarda Tavlama İşlemi Uygulanan (Bi-Pb)-Sr-Ca-Cu-O Örneklerin XRD Grafiği.....	25
Şekil 4. 1. Katı Hal Tepkime Yöntemi Üretim Aşamaları .....	39
Şekil 4. 2. Sıcak Pres Tezgahı Şematik Gösterimi.....	40
Şekil 4. 3. Dijital Hassas Terazî .....	41
Şekil 4. 4. Elde Edilen Tozlar.....	42
Şekil 4. 5. Bilyalı Öğütücü.....	42
Şekil 4. 6. Kollu Pres Tezgahı.....	43
Şekil 4. 7. Protherm Marka Kül Fırını .....	43
Şekil 4. 8. Katı Hal Tepkime Yöntemi İşlem Sırası.....	44
Şekil 4. 9. Thermolab Marka Sıcak Pres Tezgahı .....	45
Şekil 4. 10. Sıcak Presleme İşlem Sıralaması .....	45
Şekil 4. 11. Sıcak Pres Uygulanmış Örnek .....	46
Şekil 4. 12. X-Işını Tüpü.....	46

Şekil 4. 13. Bragg Yasası .....	47
Şekil 4. 14. Panalytical Marka XRD Cihazı.....	48
Şekil 4. 15. Malzeme Yüzeyine Çarpan Elektron Etkileşimi.....	48
Şekil 4. 16. Zeiss Marka SEM Cihazı .....	49
Şekil 4. 17. Quantum Design Dyno Coll PPMS Cihazı .....	51
Şekil 5. 1. A, B, C Örneklerine Ait XRD Grafikleri. ....	53
Şekil 5. 2. A, B, C Örneklerine Ait SEM Görüntüleri. ....	55
Şekil 5. 3. A, B, C Örneklerine Ait Özdirenç-Sıcaklık Grafiği.....	56
Şekil 5. 4. A, B, C Örneklerine Ait 5 K Sıcaklıkta M-H Eğrileri. ....	58
Şekil 5. 5. A, B, C Örneklerine Ait 15 K Sıcaklıkta M-H Eğrileri. ....	59
Şekil 5. 6. 5 K Sıcaklıkta Kritik Akım Yoğunluğu Grafiği.....	62
Şekil 5. 7. 15 K Sıcaklıkta Kritik Akım Yoğunluğu Grafiği.....	62

## GİRİŞ

Teknolojinin her geçen gün hızla gelişmesi, bilim insanlarının farklı özelliklere sahip yeni malzemeler keşfetmesini ve var olan malzemeleri geliştirmek adına çalışmalar yapmasını hızlandırmıştır. Bu tez çalışmasına konu olan süperiletken malzemeler de teknolojinin gereksinim duyduğu, elektrik akımına karşı direnç göstermeme ve uygulanan manyetik akıyı dışarlama gibi ilginç özelliklere sahip malzemelerdir. Heike Kamerlingh Onnes tarafından katı Cıvanın 4.2 K'de öz direncinin sıfır olmasıyla keşfedilen süperiletkenlik kavramı, aradan geçen 114 yıla rağmen bu malzemelerle ilgili yapılan çalışmalar hızla devam etmektedir. Süperiletkenliğin keşfinden bu yana birçok metal alışımında da süperiletken özelliğin keşfedilmesi bu çalışmalara ayrıca hız kazandırmıştır.

Enerji üretim tesislerinde üretilen enerjinin sıradan iletkenlerle iletimi sırasında %3 ila %10' luk kısmının henüz kullanılmadan öz dirençten kaynaklı ısı olarak doğaya aktarılması problemi, fosil kaynaklı yakıtların tükenebilirliği ve küresel ısınma gerçeği düşünüldüğünde hiç de yadsınılmayacak miktarlarda enerji ziyan olmaktadır (Özkurt,2007:1). Elektrik akımını kayıpsız bir şekilde iletebilme özelliğine sahip süperiletken malzemeden yapılmış kablolar, enerjinin verimli kullanılabilirliği noktasında en umut verici malzemeler olarak görülmektedir. Dahası yüksek manyetik alana ihtiyaç duyulan parçacık hızlandırıcılar (Büyük Hadron Çarpıştırıcısı), tıbbi görüntüleme sistemleri (Mr, Tomografi vb.) gibi aygıtlarda yüksek ısı açığa çıkmadan istenilen manyetik alan değerlerine ulaşmada süperiletken malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır.

Süperiletken malzemelerin endüstriyel ve teknolojik alanlarda yaygın olarak kullanımlarını engelleyen en büyük problem süperiletken faza geçişin çok düşük sıcaklık değerlerinde gerçekleşmesidir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfiyle sıcaklık problemi nispeten çözülmüş olsa da birçok süperiletken hâlâ sıvı azotun kaynama sıcaklığı üzerinde süperiletken faza geçiş sergilemektedir. Yakın zamanda yapılan bir çalışma ile Hidrojen Sülfürün oda sıcaklığında süperiletken durumda olduğu keşfedilse de bu özelliğini 267 GPa gibi yüksek bir basınçta sergilemesi, gündelik yaşamda kullanılmasını engelleyen bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır (Dias vd.,2020:374).

Bu tez çalışmasında BSCCO süperiletken ailesine ait Bi-2212 fazı seçilmiştir. Bu fazın seçilmesindeki temel neden termodinamiksel olarak en karlı faz olmasıdır. Yapı içerisine 0.25 oranında sodyum katkılamanın temel sebebi ise daha önceki çalışmalarda sodyumun tane boyutu üzerindeki olumlu etkilerinin dikkate alınmasıdır (Özkurt,2013a:

2426-2431). Tez çalışmasındaki temel amaç süperiletken malzemelerin anizotropik yapılarından kaynaklı düzensiz tane yöneliminin daha düzgün hale getirilerek süperiletken özelliklerin geliştirilmesini sağlamaktır. Daha önceki çalışmalardan bilindiği üzere süperiletken malzemelerdeki gelişigüzel tane yöneliminin daha düzgün hale getirilmesi için farklı tane hizalama (tekstüre) teknikleri uygulanmaktadır. Bu çalışmada tane yöneliminin daha düzgün hale getirilmesi için sıcak pres tekniği kullanılmıştır. Farklı sıcaklık ve basınç değerlerinde sıcak pres tekniği uygulamanın düzensiz tane yönelimi üzerinde ne derece etkin olduğu ve süperiletken özellikleri ne ölçüde geliştirdiği araştırılmıştır.



# BÖLÜM 1

## SÜPERİLETKENLİKTE TEMEL KAVRAMLAR

### 1.1. Süperiletkenliğin Keşfi

Hollandalı fizikçi Heike Kamerlingh Onnes süperiletkenliği keşfetmeden önce kaynama sıcaklıkları çok düşük olan helyum, oksijen ve azot gibi gazları incelemek için kriyojenik laboratuvarı kurmuştur. Onnes'ı bu çalışmalara sürükleyen neden Johannes Diderik Van Der Waals'ın yasalarını test ederek Hollanda fiziğine prestij kazandırmaktı.

Onnes insanları ikna etme kabiliyeti çok yüksek bir bilim insanıydı. Leiden Üniversitesi fizik bölümü kürsüsünde göreve başlayan Onnes'a çalışmalarını yapması için fizik laboratuvarının sağ kısmı verilmişti. Onnes ikna yeteneği sayesinde üniversite yöneticilerini, laboratuvarı kendi çalışmalarına uygun hale getirmek ve yatırımlar yapmak için ikna ederek; laboratuvar düzenlemelerine 1882 yılında bir teknisyenle başlamıştır (Delft,2012:30-35). 1901 yılında laboratuvar gereksinimleri olan malzemeleri üretmek için enstrüman okulunu kurmuştur. Yaşları 14 ile 18 arasında değişen çocuklara okulun kapılarını açarak bu okulda çocuklara eğitimler vermiştir. O dönemde eğitim alan çocuklara giymiş oldukları mavi yakalı önlüklere atfen "Mavi Yakalı Çocuklar" denilmiştir. Onnes laboratuvar kurulumunda bu küçük orduyu kullanmıştır. Onnes'ın laboratuvarına giren insanlar kendilerini soğuk bir fabrikaya girmiş gibi hissederlerdi. Laboratuvar içerisinde cam üfleyiciler, mühendisler, stajyerler, laboratuvar asistanları hep birlikte Onnes'ın direktörlüğünde çalışırlardı. (Delft.,2008:42). 1894 yılında tamamlanan laboratuvarda üç soğutucudan oluşan Leiden kaskatı, saatte birkaç litre sıvı O<sub>2</sub> üretimi yapabilmekteydi. Sıcaklık ölçümlerinde güvenilir olan gaz termometreler kullanılıyordu. Fakat bu termometrelerin hantal olması ve denge durumu için uzun zaman gerektirmesi, bu termometrelerin yerine direnç termometrelerinin kullanımını daha uygun kılmaktaydı. Böylece Siemens tarafından 1860 yılında bulunan ve 1902 yılında kriyojeni laboratuvarında tanıtılan direnç termometreleri kullanılmaya başlanmıştır.

Onnes'ı mutlak sıcaklıkta metallerin dirençlerindeki değişimlerini incelemeye iten iki temel teori vardı ve bu teorileri test etmek istiyordu. Bu teorilerden ilki William Thomsom (Lord Kelvin) tarafından 1901 yılında ortaya koyulan elektronların atomlar üzerinde donarak direncin sonsuza gitmesi teorisi ve ikincisi de Alman teorist Paul Drude'nin elektron gazı modeliydi (Drude,1900:687-692; Kelvin,1902:257-283). 10 Temmuz 1908 yılında helyumu sıvılaştırmayı başaran Onnes'a bu çalışması Nobel ödülü kazandırmıştır. Onnes'a Nobel

ödülünü kazandıran çalışma süperiletkenliğin keşfi değil Helyumu sıvılaştırmasıyla elde ettiği 1.5 K gibi çok düşük bir sıcaklık değerine ulaşması olmuştur. Bu kadar düşük bir sıcaklık o dönem için fizik alanında yeni bir çağ açmıştır. Onnes'in 12 Mart 1910 yılında helyumu ayrı bir kriyostata alma çalışmaları da başarılı olmuş ve Onnes, 1.1 K sıcaklıkta yeni bir rekor kırmıştır. Çalışmalarından yaklaşık dört ay sonra 14 K'e kadar kalibre edilmiş platin telin sıcaklığa karşı direnç ölçümü çalışmaları başarısızlıkla sonuçlanmıştır. Çalışmanın başarısız olmasının sebebi dirençten kaynaklı ısıl kapasitenin artarak şiddetli kaynamanın olmasıydı. 2 Kasım 1910 yılında yaptığı çalışmada 4,25 K'nin altında platin çubuğun direnci sabitlenmişti ve sonuç Lord Kelvin'in teorisini çökertmişti. Onnes bu hipotezini test etmek için cıva kullandı çünkü cıva tekrar tekrar damıtma yoluyla son derece saf hale getirilebiliyordu. Onnes'in son derece saf bir metalle çalışmak istemesinin nedeni kirlilikten kaynaklı artık dirençleri ortadan kaldırmaktı. Onnes'in çalışmaları sonucu helyumun sıvılaştırılması ile süperiletkenliğin keşfi başlamıştır. Sıvı helyumun sistem içerisinde dolaşmasına izin vererek sıcaklık 5 K olarak ölçülmüştür. Onnes ve Film, buhar basıncını düşürerek sıcaklığı 3 K'e düşürmüşlerdir. Galvonetre ibresindeki değişimin Gilles Holst tarafından Onnes'a bildirilmesiyle süperiletkenlik keşfedilmiştir. Bu keşif üzerine Onnes süperiletkenliği, *neredeyse sıfır direnç* olarak tanımlamıştır. Keşiften bir hafta sonra Onnes tarafından tarihi Solvay Konferansında süperiletkenlik seçkin fizikçilere bildirilmiştir. Cıva üzerine yapılan çalışmalar 1912 yılında bitmiştir. Leiden ekibi daha sonraki çalışmalarında kurşun ve kalayın sırasıyla 6.3 K, 3.8 K geçiş sıcaklığına sahip süperiletken olduklarını keşfetmişlerdir. Onnes tarafından üretilen süperiletken kablo ile yapılan ilk süperiletken bobin Şekil 1.1'de görülmektedir.

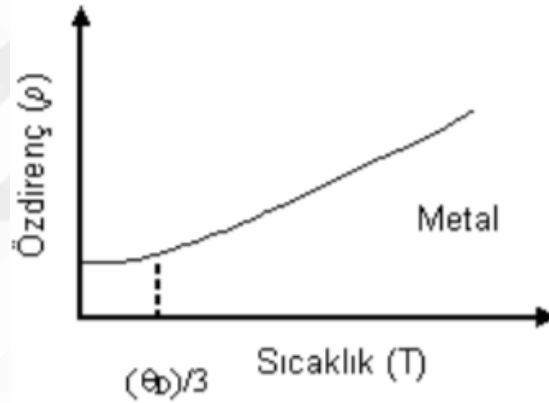


**Şekil 1.1.** Onnes Tarafından Yapılan İlk Süperiletken Bobin

**Kaynak:** Delft,2012:35.

## 1.2. Sıfır Direnç

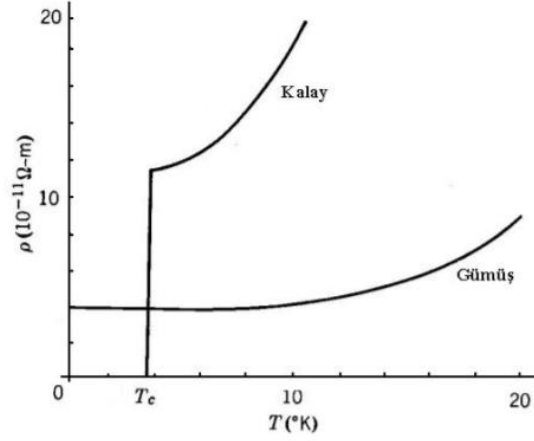
Süperiletken malzemeleri diğer malzemelerden ayıran en karakteristik özellik, bu malzemelerin belirli bir sıcaklık değerinin altında elektriksel dirençlerinin neredeyse sıfır olmasıdır. İletkenlerde enerjinin iletiminden son yörünge elektronları (valans elektronları) sorumludur. Elektrik akımının taşınmasını sağlayan elektronlar bulunduğu yapılardan ayrılarak diğer atomlarla çarpışır ve saçılırlar. Termal titreşimler sonucu oluşan fononlar bu saçılımı artırmaktadır. İletim elektronları sadece fononlardan değil safsızlık atomları ve örgü kusurlarından da etkilenirler. Bu durum elektriksel direnci oluşturmaktadır. Sıcaklığın düşmesine bağlı olarak termal titreşimlerdeki azalma, maddelerin dirençlerinde de azalmaya sebep olmaktadır (Öztürk,2010:10). Normal iletkenlerde direncin azalan sıcaklıkla düşüş göstermesi debye sıcaklığının üçte birine kadar devam eder ve bu değer altında çok az değişim göstererek sabit bir değer alır. Şekil 1.2’de sıcaklık düşüşüyle öz direncin azaldığı fakat belirli bir noktadan sonra sabit bir değer aldığı görülmektedir.



Şekil 1.2. Normal Metallerde Sıcaklık-Özdirenç Eğrisi

**Kaynak:** Öztürk,2010:11.

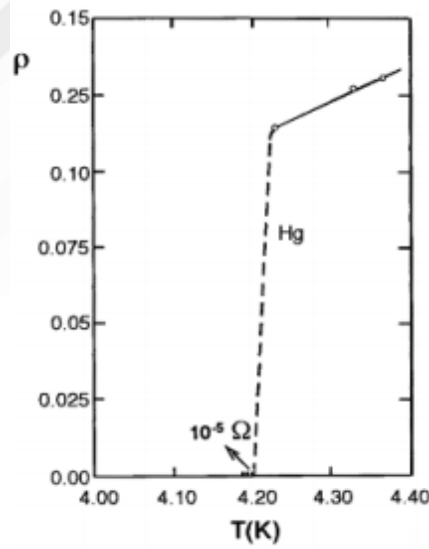
Süperiletken malzemeler normal iletkenler gibi sıcaklığın düşürülmesi sonucu metalik davranış sergiler ve dirençlerinde azalma meydana gelir. Fakat normal iletkenlerden farklı olarak belirli bir kritik sıcaklık değerinde dirençleri keskin bir şekilde sıfıra düşer. Şekil 1.3’te süperiletken kalayın belirli bir kritik sıcaklık değerine ulaştığında öz direncinin sıfıra düştüğü görülürken, süperiletken olmayan gümüşün mutlak sıcaklık değerine yaklaşırsa da öz direncinin sabit kaldığı görülmektedir.



**Şekil 1.3.** Kalay ve Gümüş için Sıcaklık-Özdirenç Grafiği

**Kaynak:** Demirdiş,2008:2.

Hollandalı fizikçi Heike Kamerling Onnes tarafından gözlemlenen sıfır direnç özelliği, Pb elementinin belirli bir kritik sıcaklık değerinde (4.2 K) direncin sert bir düşüş göstermesiyle ( $R=0$ ) bulunmuştur. Şekil 1.4'te Onnes'in deneylerinde kullandığı katı cıvanın sıcaklık öz direnç grafiği görülmektedir.



**Şekil 1.4.** Katı Cıva Sıcaklık-Özdirenç Grafiği

**Kaynak:** Onnes,1911:269.

### 1.3. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ )

Süperiletken malzemelerin süperiletken faza geçiş göstermeye başladığı sıcaklık değerine kritik sıcaklık veya geçiş sıcaklığı denilmektedir ve  $T_c$  ile ifade edilir. Her bir süperiletken malzeme farklı geçiş sıcaklığı değerine sahiptir. Tablo 1.1'de farklı  $T_c$  değerlerine sahip süperiletken malzemeler görülmektedir.

**Tablo 1.1.** Bazı Süperiletken Maddelerin Kritik Geçiş Sıcaklığı Değerleri

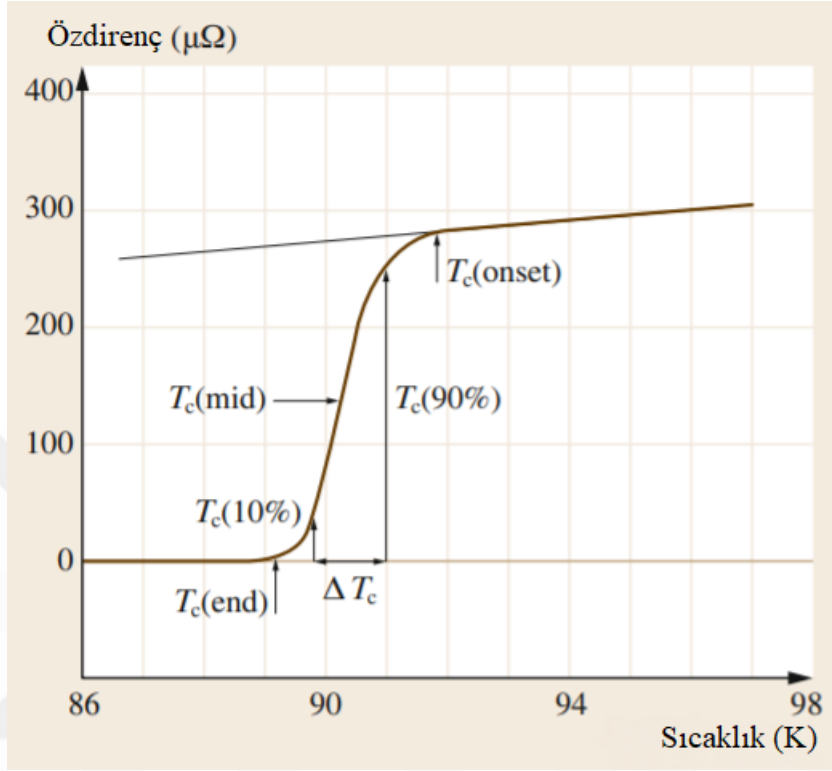
Madde	$T_c$ (K)
Zn	0.88
Al	1.19
Sn	3.72
Hg	4.15
Pb	7.18
Nb	9.46
Nb <sub>3</sub> Sn	18.05
Nb <sub>3</sub> Ge	23.2
YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub>	92
Bi-Sr-Ca-Cu-O	105
Ti-Ba-Ca-Cu-O	125

**Kaynak:** Kılıç, 2008: 15.

Süperiletken malzemelerin süperiletken faza geçiş gösterdiği sıcaklık değeri malzeme yapısındaki küçük miktardaki safsızlıklara duyarlı değilken, manyetik safsızlıklar kritik geçiş sıcaklığı değerini düşürme eğilimindedir. Süperiletken sıcaklığa geçişin bulunmasında sıcaklığın bir fonksiyonu olarak özdirenç ölçümü veya manyetik duygunluk ( $\chi$ ) ölçümü kullanılmaktadır.

Süperiletken malzemelerde süperiletken faza geçiş iki aşamada ve üç farklı kritik geçiş sıcaklığı değerinde gerçekleşir. Bu aşamalardan ilki taneli yapıdan kaynaklı etkileşimlerdir. Süperiletken numune kriyojenik sistemde soğutulmaya başlandıktan sonra sıcaklık özdirenç eğrisindeki linerliğin bozulmaya başladığı ve tanelerin süperiletken faza geçiş gösterdiği sıcaklık değeri  $T_c^{\text{onset}}$  (başlangıç) olarak ifade edilir.  $T_c^{\text{onset}}$  değeri süperiletken faz hakkında bilgi vermektedir. CuO<sub>2</sub> düzlemlerindeki hole sayısı ile geçiş sıcaklıkları yakından bağlantılıdır (Özkurt,2016:207). Bütün tanelerin süperiletken faza geçtiği ve ikinci aşama olan taneler arası bağlantılardan kaynaklı geçişin başladığı  $T_c^{\text{mid}}$

( $T_c^{orta}$ ) sıcaklık değeridir. Malzemenin tam olarak süperiletken faza geçerek öz direncin sıfır olduğu sıcaklık değeri ise  $T_c^{offset}$  ( $T_c^{sifir}$ ) olarak bilinmektedir (Öztürk,2006:6). Kritik geçiş sıcaklığı olarak genellikle  $T_c^{mid}$  değeri kullanılır. Bu üç farklı kritik geçiş sıcaklığı değeri Şekil 1.5’te de görülmektedir.



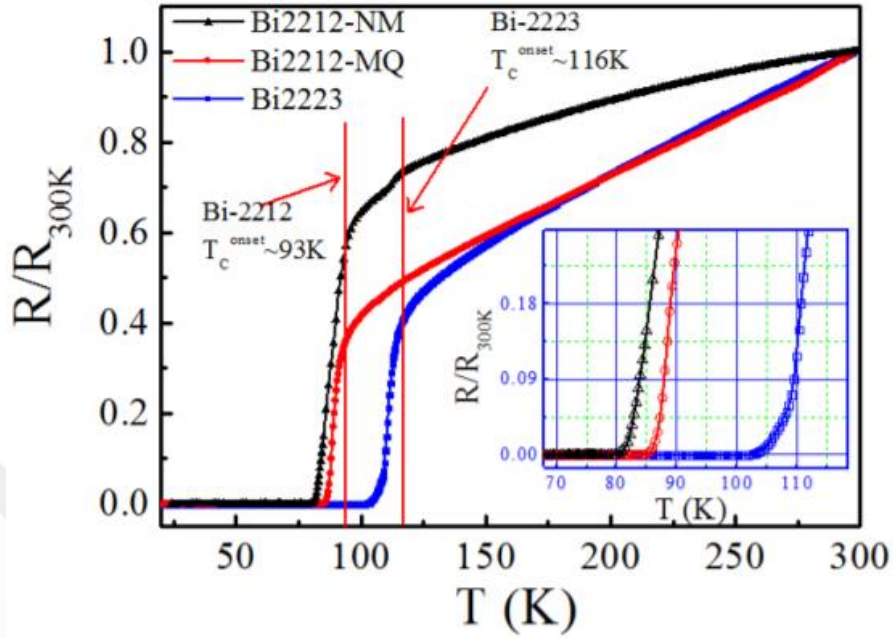
**Şekil 1.5.**  $T_c^{onset}$ ,  $T_c^{offset}$ ,  $T_c^{mid}$  ve  $\Delta T_c$  Değerlerinin Sıcaklık-Özdirenç Eğrisi Üzerinde Gösterimi

**Kaynak:** Wesche,2017:1228.

Kritik geçiş sıcaklık aralığı ( $\Delta T_c$ )  $T_c^{onset}$  ile  $T_c^{offset}$  sıcaklıkları arasındaki sıcaklık farkıdır.  $\Delta T_c = T_c^{onset} - T_c^{offset}$  olarak formülize edilmiştir.  $\Delta T_c$  değeri süperiletken malzemelerin homojenliği hakkında bilgi vermektedir. Üretilen BSCCO malzemelerde  $\Delta T_c$  değerinin düşük olması hedeflenmektedir. BSCCO sistemler içerisine ana yapıdan farklı element katılama veya ekleme işlemleri sistemin  $T_c$  sıcaklıklarının üzerinde etkili olduğu literatürden iyi bilinmektedir. Ayrıca üretim sürecinde kullanılan üretim tekniği ve üretim tekniğinde uygulanan parametrelerin (presleme basıncı, sinterleme süresi ve sıcaklığı vb.) de  $T_c$  sıcaklıkları üzerinde etkili olduğu bilinmektedir.

Şekil 1.6’ da katı hal tepkime yöntemiyle üretilen örneklere eriyik söndürme tekniği uygulamanın  $\Delta T_c$  değerleri üzerindeki etkisi görülmektedir. Şekil 1.6’ da eriyik söndürme

işlemi uygulanmış örnek Bi-2212 MQ ile gösterilirken uygulanmamış örnek Bi-2212 NM ile gösterilmiştir.



Şekil 1.6. Farklı Tekniklerle Üretilen Malzemelerin R-T Grafığı

**Kaynak:** Kumar vd.,2013:684.

Şekil 1.6'da verilen grafikten eriyik söndürme tekniği uygulanan Bi-2212(MQ) süperiletken malzemenin  $T_c^{\text{offset}}$  değerini artırdığı ve  $\Delta T_c$  aralığını daralttığı görülmektedir. Tablo 1.2'de R-T sonuçlarından elde ettikleri sayısal değerler görülmektedir (Kumar vd.,2013:684).

**Tablo 1.2.** Üretim Tekniğine Bağlı  $T_c^{\text{onset}}$ ,  $T_c^{\text{offset}}$  ve  $\Delta T_c$  Değerleri

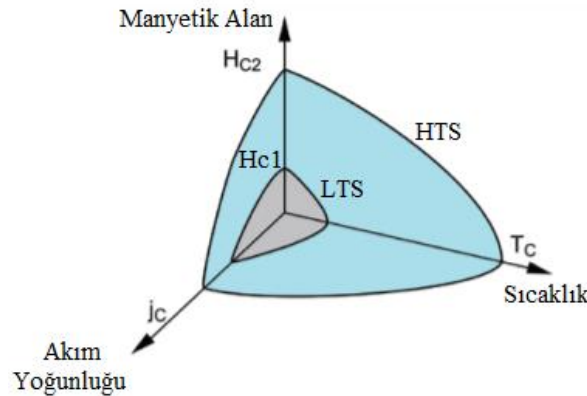
ÖRNEK	$T_c^{\text{onset}}$ (K)	$T_c^{\text{offset}}$ (K)	$\Delta T_c$ (K)
Bi-2212 MQ	93	85	8
Bi-2212 NM	93	80	13
Bi-2223 NM	116	103	13

**Kaynak:** Kumar vd., 2013: 684.

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

Akım yoğunluğu bir yüzeyden geçen akım miktarı olarak tanımlanırken, süperiletken malzemelerde Cooper çiftlerinin ayrılmadan dirençsiz bir şekilde taşıyabildiği maksimum akım miktarına kritik akım yoğunluğu denilir ve  $J_c$  ile ifade edilir. Metallerde akımın taşınmasından iletim elektronları sorumlu iken süperiletken malzemelerde akımın taşınmasından *cooper çiftleri* sorumludur. Akımın iletimi esnasında Cooper çiftlerinin momentumu değişse de toplam momentleri sabit kalır. Toplam momentlerinin sabit kalması, çiftlerin birbirlerini saçılma uğratmalarına rağmen toplam moment sabit kaldığı için herhangi bir direnç oluşmaz ve akım değişmez. Cooper çiftlerinin dirence maruz kalması için toplam momentin değişmesi gereklidir. Toplam momentin değişmesi için verilmesi gereken enerji miktarı, Cooper çiftindeki elektronların ayrışması için gerekli olan enerji miktarıdır. Cooper çiftlerini ayrıştıma uğratan bu enerji miktarı  $J_c$  olarak ifade edilir (Kılıç,2008:25). Kritik akım yoğunluğu üzerindeki değerlerde Cooper çiftleri parçacıklara ayrılarak metallerdeki taşınım elektronları gibi hareket etmeye başlayarak elektriksel dirence maruz kalırlar.

Kritik akım yoğunluğu değeri I. tip süperiletkenler için sadece  $H_c$  kritik manyetik alanın bir sonucudur ve bu tür süperiletkenlerde  $H_c$  değerinin düşük olması  $J_c$  değerlerini de düşürmektedir.  $J_c$  değerlerinin düşük olmasından dolayı I. tip süperiletkenlerin kullanım alanları sınırlı kalmıştır (Kılıç,2008:65). Süperiletken malzemelerde kritik sıcaklık, kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu arasındaki ilişkiyi gösteren durum Şekil 1.7'de görülmektedir.



**Şekil 1.7.** Kritik Sıcaklık Değeri, Kritik Manyetik Alan ve Kritik Akım Yoğunluğu Arasındaki İlişki

**Kaynak:** Holder and Keller,2019:7.

Kritik akım yoğunluğu değeri  $T=T_c$  değerinde artmaya başlar ve en yüksek değerine  $T=0$ 'da ulaşır. Örneğe uygulanan voltajdan kaynaklı akımı ölçerek  $J_c$  değeri pratik olarak hesaplanır.  $J_c$  değerinin hesaplanması için yarı teorik ve pratik modeller de geliştirilmiştir.

$$J_m = 30 (\Delta M) / d \quad (1.1)$$

$$J_m = 20 (\Delta M) / (a (1-a / 3b)) \quad (1.2)$$

$$J_m = 1 / (1 + (B_a / B_o)^{1/3}) \quad (1.3)$$

Formül 1.1 ve 1.2 Bean, 1.3 ise Müller formülüdür (Kumakura vd., 1987:368). Formül 1.1'de verilen  $d$  ifadesi; tane büyüklüğü, formül 1.2'de gösterilen  $a$  ve  $b$ ; dikdörtgen şeklindeki numunenin uzunluk değerlerini, birinci ve ikinci formüldeki  $\Delta M = M_+ - M_-$  ( $M_+$  pozitif manyetizasyon ve  $M_-$  negatif manyetizasyonu ifade eder), formül 1.3'te belirtilen  $B_a$ ; uygulanan manyetik alanı,  $B_o$ ; ilk manyetik alanı ifade eder.

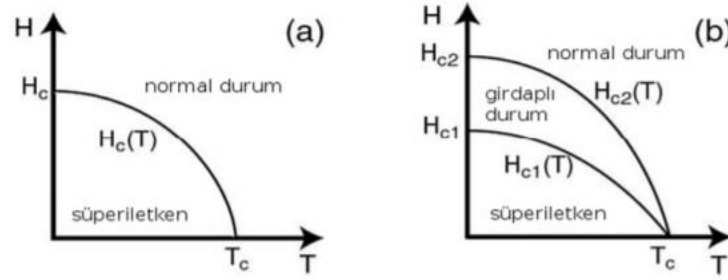
### 1.5. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ )

Süperiletken durumdaki malzemeye dışardan uygulanan manyetik alan veya taşıdığı akımın oluşturduğu manyetizasyon belirli bir değere ulaştığında malzeme normal duruma geçerek metalik davranış sergiler. Süperiletken malzemenin süperiletken halinin bozularak normal iletken duruma geçtiği bu değere kritik manyetik alan denilir ve  $H_c$  ile ifade edilir (Bilgili,2007:12).

Süperiletken malzemeler maruz kaldıkları manyetik alana karşı göstermiş oldukları davranışa göre I. tip ve II. tip süperiletkenler olarak iki gruba ayrılırlar. I. tip süperiletkenler belirli bir  $H_c$  değerine kadar süperiletken durumdayken uygulanan manyetik alan  $H_c$  değerinin üzerine çıktığında süperiletken özelliğini tamamen kaybederek normal duruma geçer.

1957 yılında II. tip süperiletkenlerin manyetik alan altındaki tepkilerini Alexei Abrikosov açıklamıştır (Abrikosov,1957:1174-1182). II. tip süperiletkenlerde  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  olmak üzere iki kritik manyetik alan değeri vardır. Malzeme  $H_{c1}$  değerine kadar tamamen süperiletken fazda iken  $H_{c1}$ - $H_{c2}$  değerleri arasında süperiletken ve süperiletken olmayan bölgelerden (vortex) oluşur. Oluşan vortex bölgelere üç farklı kuvvet etki etmektedir. Bu kuvvetlerden ilki etki eden manyetik alan ve uygulanan akım etkisiyle oluşan Lorentz kuvvetidir. İkinci etki eden kuvvet vortekslerin birbirini itmesine sebep olan elektromanyetik itme kuvvetidir. Üçüncü etki eden kuvvet ise yapıdaki kusurlardan kaynaklı tuzaklama kuvvetidir. Vortex hareketine sebep olan Lorentz kuvveti, akıma zıt yönde bir

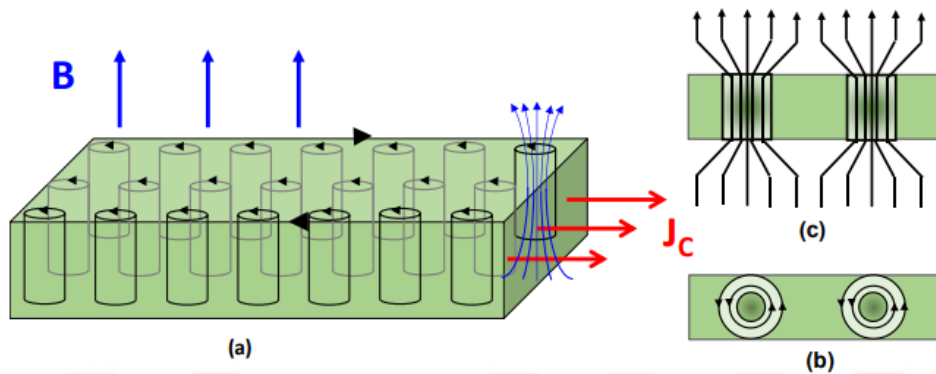
elektrik akımı oluşturarak dirence sebep olur. Oluşan vortexlerin hareketini durdurucu etkiye sahip olan tuzaklama kuvveti, ohmik dirençlerin oluşmasını engeller. Elektromanyetik itme kuvveti ise vortekslerin hareketini engelleyici etkiye sahiptir (Altın,2009:12).  $H_{c2}$  değerinin üzerinde ise malzeme tamamen süperiletkenlik özelliğini kaybederek normal duruma geçer. Şekil 1.8’de I. tip ve II. tip süperiletkenlerin manyetik alan etkisindeki faz durumları görülmektedir.



**Şekil 1.8.** Birinci Tip (a) ve İkinci Tip (b) Süperiletkenlerde Faz Durumu

**Kaynak:** Durmuş,2011:10.

$H_{c1}$ - $H_{c2}$  manyetik alan aralığında süperiletken malzemeler içerisinde, merkezi normal bölgeler olan akı girdapları oluşur. Bu akı girdapları manyetik akının malzeme içerisine nüfuz etmesine sebep olur. Meydana gelen bu akı girdapları etki eden manyetik alanla ve birbirleri ile etkileşim halindedir. Manyetik alan şiddeti arttıkça girdap sayısı artmakta ve girdabın merkezinde en yüksek seviyede olan manyetik alan merkezden uzaklaştıkça azalmaktadır. Şekil 1.9’da  $H_{c1}$ - $H_{c2}$  aralığında oluşan girdapların şekli (a), kesit alanı (b) ve yan yüzey kesit alanı (c) görülmektedir.



**Şekil 1.9.**  $H_{c1}$ - $H_{c2}$  Aralığında Oluşan Girdap Mekanizmaları

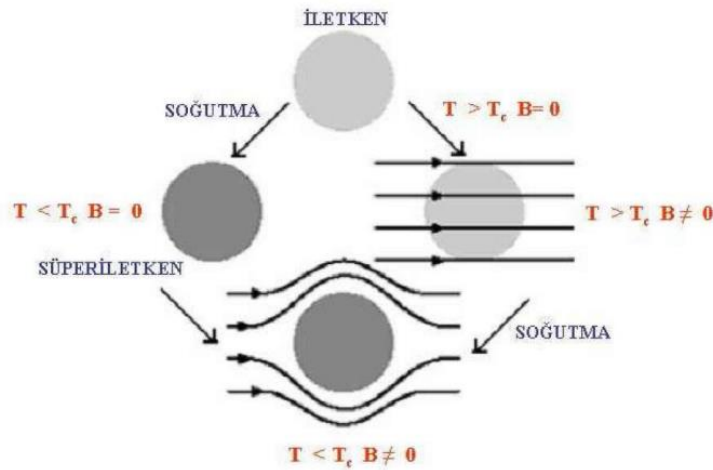
**Kaynak:** Turan,2018:8.

Artan girdap sayısı ile daralan girdaplar arası mesafe, malzemede süperiletken özelliğın bozularak normal duruma geçmesine neden olur (Turan,2018:7).

### 1.6. Meissner Etkisi

Heike Kamerlingh Onnes'ın süperiletkenliğı keşfinden 22 yıl sonra Walther Meissner ve yüksek lisans öğrencisi Robert Ochsenfeld, süperiletkenlerin sıfır dirençle akım taşıma özelliklerinin yanı sıra ayırt edici bir manyetik özelliğe daha sahip olduğunu keşfetmişlerdir (Krüger,2017:1134-1142). Yaptıkları deneyde kalay elementini kritik sıcaklık değerinin altına kadar soğutup faz geçişi tamamlandıktan sonra uyguladıkları manyetik alanın oluşturduğu akı çizgilerinin malzeme tarafından dışlandığını gözlemlemişlerdir (Aytekin,2020a:4).

Süperiletken malzemelerin manyetik özelliğinin keşfedilmesi ile diyamanyetik davranış sergiledikleri bulunmuştur. Süperiletkenlerin manyetik akı çizgilerini dışarlama özelliğı Meissner-Ochsenfeld etkisi olarak bilinir. Süperiletkenlerin manyetik akı çizgilerini dışarlama özellikleri iki şekilde ifade edilmiştir. Bunlardan ilki manyetik alan altında soğutulan bir süperiletken malzemenin  $T_c$  değerine ulaştığında içerisindeki manyetik akıyı dışarlaması, ikincisi ise süperiletken fazdaki malzemeye uygulanan manyetik alanın malzeme içerisine nüfus etmemesi şeklindedir. Bu durum Şekil 1.10'da gösterilmektedir.



Şekil 1.10. Meissner Etkisi

**Kaynak:** Bilgili,2007:10.

## BÖLÜM 2

### SÜPERİLETKENLİK TEORİLERİ

#### 2.1. London Teorisi

Meissner etkisinin keşfinden sonra Fritz ve Heinz London kardeşler denge termodinamiğine dayanan fenomenolojik denklemleri oluşturmuşlardır. London Teorisi, süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk teoridir. London kardeşler, süperiletkenliğin temel özellikleri olan diamagnetizma ve sıfır direnç özelliklerini iki denklem ile açıklamışlardır (London ve London,1935:71-88). Teoriye göre süperiletken malzemelerdeki elektronlar, süperiletken elektronlar ve normal elektronlar olarak iki grubun karışımı şeklinde ifade edilmiştir. Normal elektron grubunun yoğunluğu  $n_n$  ve süperelektron grubunun yoğunluğu  $n_s$  olarak tanımlanmıştır. Süperiletkendeki toplam elektron yoğunluğu;  $n = n_n + n_s$ 'dir. Sıcaklık  $T=0$ 'dan  $T = T_c$ 'ye kadar artırıldığında süperelektron yoğunluğu  $n_s$ ,  $n$ 'den sıfır değerine düşer. Süperiletkenlikte bu durum iki akışkan modeli olarak bilinir. Hareket halindeki süperelektronlar direnç ile karşılaşmazlar ve elektrik alanı oluşturmazlar (Askerzade,2005:9).

#### 2.1.1. Birinci London Denklemi

Elektrik alan içerisindeki süper elektronların hareket denklemi 2.1'de görülmektedir;

$$n_s m \frac{dv_s}{dt} = n_s e E \quad (2.1)$$

Denklem 2.1'de elektronun kütlesi ( $m$ ), elektron yükü ( $e$ ),  $E$  Elektrik alan ( $E$ ),  $v_s$  süper akışkan hızı ( $V_s$ ),  $n_s$  süper  $v_s$  sınırının elektron yoğunluğu ( $n_s$ ) olarak verilmiştir. Süper elektronların hareket denklemi süperiletken malzemelerin elektrodinamiğini açıklar ve birinci London denklemi olarak bilinir. Bu denklem süperiletken malzemelerin direnç göstermeme özelliklerini tanımlayarak akım değişmediği sürece malzeme içerisinde elektrik alan olmayacağını açıklar (Bilgili,2007:14).

#### 2.1.2. İkinci London Denklemi

İkinci London denklemi, süperiletken malzemelerde süper akım ile manyetik alan arasındaki ilişkiyi tanımlamaktadır. Bir sistem, serbest enerji durumunu denge hali termodinamiğine göre en düşük seviyede tutmak ister. Süperiletken fazın serbest enerjisi normal duruma göre daha az olmaktadır.  $F_s$  süperiletken fazın,  $F_n$  normal durumun birim

hacim başına düşen enerjileri olmak üzere kritik sıcaklığın altında  $F_s < F_n$  durumu söz konusudur (Davarcıoğlu,2005:27).

### 2.1.3. Manyetik Alanın Nüfuz Etme Derinliği

Nüfuz etme derinliği ( $\lambda$ ), uygulanan manyetik alanın süperiletken içerisine ne kadar nüfuz ettiğinin bir ölçüsüdür. Manyetik alanın süperiletken içerisine ne kadar nüfuz ettiğini bulmak için ikinci London denkleminin çözümü kullanılır (Akça,2010:15). Süperiletken malzemelerin diyamanyetik özelliği, içinden geçen manyetik akıyı sıfırlaması ile gerçekleşir. Süperiletken yüzeyinden akan süper akımlar bu duruma neden olmaktadır (Demirdiş,2008:12). Manyetik alanın süperiletken malzeme içerisine nüfuz etme uzunluğu;

$$\lambda = \left( \frac{mc^2}{4\pi n_s e^2} \right)^{1/2} \quad (2.2)$$

olarak tanımlanır. Denklem 2.2’de verilen nüfuz etme derinliği ( $\lambda$ ), elektron kütlesi ( $m$ ), ışık hızı ( $c$ ), süper sıvının elektron yoğunluğu ( $n_s$ ) ve elektron yükü ( $e$ ) ile belirtilmiştir.

### 2.2. Ginzburg Landau Teorisi

Landau ve Ginzburg tarafından süperiletkenliğe ilk kuantum mekaniksel yaklaşım yapılmıştır. Genel termodinamik konularıyla süperiletkenin makroskopik özelliklerini inceleyen ve makroskopik bir teori olan Ginzburg Landou teorisi, London teorisinin öngördüğü süperelektronlar varsayımına dayanır. Süperiletkenliğin ilk kuantum teorisi Ginzburg Landau teorisidir. Kuantum teorisi, manyetik alan yokluğunda normal duruma göre daha düzenli bir durum olan süperiletken faza geçişi ikinci dereceden faz dönüşümü olarak ifade etmiştir. Süreksiz olarak sistemin simetrisinin bozulması ikinci derece faz geçişidir. İkinci derece faz geçişi terimindeki düzen parametresi  $T < T_c$  durumunda sıfırdan farklı ve  $T > T_c$  durumunda sıfır olur. Ginzburg ve Landau  $\psi$  düzen parametresini denklemlerinde süperiletken elektronları temsil eden dalga fonksiyonu olarak kullanmışlardır (Şahin,2005:12).

Ginzburg Landau teorisinin ana başarısı  $H \approx H_c$  civarında normal ve süperiletken bölgelerin aynı anda var olduğu ara durumu işlemesidir (Kadıoğlu,2010:17). Eş uyum uzunluğu olarak adlandırılan karakteristik bir uzunluk Ginzburg ve Landau tarafından ortaya atılmıştır. Eşuyum uzunluğu ( $\xi$ ) matematiksel olarak şu şekilde ifade edilmiştir:

$$\xi(T) = \frac{\hbar}{|2m^*(T)|^{1/2}} \quad (2.3)$$

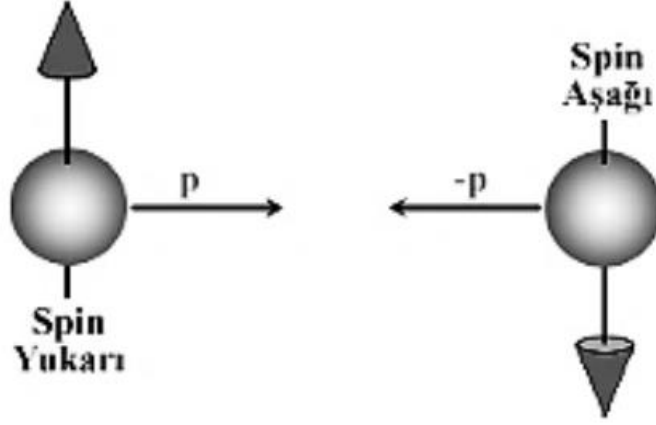
Denklem 2.3'te  $\hbar$  planck sabitini,  $m$  elektron yükünü belirtmektedir. Eş uyum uzunluğu Cooper çiftini meydana getiren iki elektronun birlikte hareket edebileceği maksimum mesafe olarak tanımlanır. I. tip süperiletkenlerde bu mesafe 1000 Å civarında iken, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde bu değer birkaç kat daha küçüktür (Körpe,2019:12). Süperiletken malzemelerde eş uyum uzunluğu ne kadar büyükse malzeme o derece iyi süperiletken olarak tanımlanır. Sıcaklığa bağımlı nüfuz derinliği  $\lambda$  ile sıcaklığa bağımlı eş uyum uzunluğunun  $\xi(T)$  oranı Ginzburg Landau parametresini ( $\kappa$ ) vermektedir. Bu parametre;

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.4)$$

olarak verilir. Ginzburg Landau parametresinden elde edilen değer, süperiletken malzemenin I. tip veya II. tip olarak sınıflandırılması için kullanılır.  $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$  değeri için malzemenin I. tip süperiletken olduğu,  $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$  durumu ise malzemenin II. tip süperiletken olduğunu işaret etmektedir.

### 2.3. BCS Teorisi

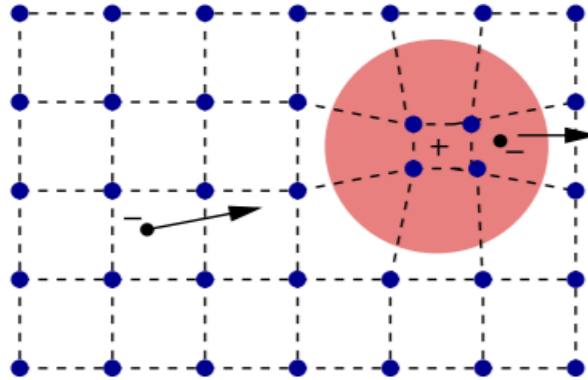
BCS teorisi, Amerikalı fizikçiler John Bardeen, Leon Cooper, Robert Schrieffer tarafından 1957 yılında önerilmiştir. Bu teori süperiletkenliği mikroskobik ölçekte açıklayan en kapsamlı ve kabul görmüş ilk teoridir. Teori temelde süperiletken malzemelerin iç yapısında elektronlar arasında çekici bir kuvvetin olduğu temeline dayanır. Bu teori aynı yüke sahip elektronların birbirini itmesi gerçeğine karşın elektronların örgü titreşimiyle etkileşerek birbirlerini çekebilecekleri ve elektron çifti oluşturabileceklerini açıklamıştır. Aralarında çekici etkileşme bulunan elektron çiftlerine Copper çifti denilir (Özkan,2010:15). Zıt yönde spin ve momentuma sahip iki elektronun oluşturduğu Cooper Çifti Şekil 2.1'de görülmektedir.



Şekil 2.1. Cooper Çifti

**Kaynak:** Aytekin,2020a:8.

Eksi yüklü bir elektron, pozitif yüklü bir iyon yaklaşırken; oluşan çekim etkisiyle örgüde büzülme meydana gelir. Bu esnada elektron etrafındaki net yük pozitiftir. Pozitif yükün çekim etkisiyle başka bir elektron pozitif yüklü bölgeye doğru çekilir. İki elektron birbirini elektron-örgü-elektron mekanizmasıyla çekmiş olur. Elektron-örgü-elektron mekanizması bir elektronun örgü ile etkileşimi sonucu örgüde deformasyona sebep olarak ardından gelen ikinci bir elektronun bu deformasyonu görüp enerji durumunu azaltacak şekilde yeniden düzenlemesiyle oluşur (Yaşar,2009:10). Şekil 2.2’de örgü bozulmundan kaynaklı iki elektron arasındaki çekici etkileşim görülmektedir.



Şekil 2.2. Cooper Çiftleri Arasındaki Çekici Etkileşim

**Kaynak:** Yaşar,2009:11.

Cooper çiftleri oluşurken aralarında belirli bir mesafe ile çiftlenirler. Elektronların bir arada kalabildiği bu mesafeye koherens uzunluğu denilir. Sonuç olarak elektronlar

arasındaki coulomb ve fonon indüklemeli etkileşimler sonucu oluşan Cooper çiftleri süperiletkenliğin temelini oluşturmaktadır.

#### 2.4. İzotop Etkisi

Fizikçi Herbert Frohlich 1950 yılında süperiletkenlerde üstün akımı taşıyan elektronlarla titreşen örgü arasındaki elektron-fonon etkileşiminin süperiletkenlik mekanizmasını oluşturduğunu önermiştir. Frohlich kızıl ötesi spektroskopisindeki bilgilere dayanarak bir atomun titreşim frekansının, atom ağırlığının karekökü ile ters orantılı olduğu bilgisine dayanarak örgü titreşimlerinin süperiletkenliğe etkisinin araştırılmasında kullanılabileceğini önermiştir. Bu yönüme göre Rutgers Üniversitesinden C. A. Reynolds, W. H. Wright, B. Serin ve Z. B. Nesbit tarafından bazı deneyler yapılmıştır (Şentürk,2006:38). Cıva elementinin atomik kütle birimi 199,5'ten 203,4 atomik kütle birimine değiştirildiğinde cıvada  $T_c$  değerinin 4,185 K'den 4.14 K'e düştüğü gözlemlenmiştir (Aytekin,2015:8).

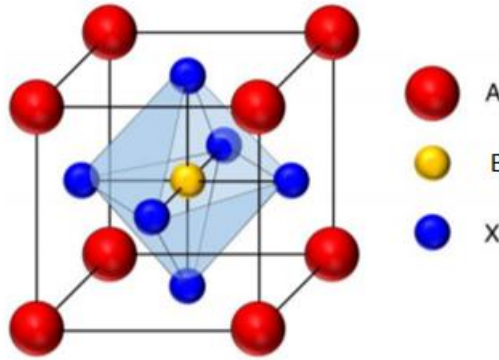
Cıva elementinde izotopik kütleyle bağlı olarak meydana gelen değişimin spektroskopide olduğu gibi atom ağırlığının karekökü ile ters orantılı olduğu görülmüştür. Birçok süperiletken element için  $\alpha = \frac{1}{2}$  olmak üzere izotop etkisi matematiksel olarak;  $T_c \times M^\alpha = \text{sabit}$  ifadesi ile verilir. Bu sonuç bize süperiletkenlik mekanizmasının anlaşılmasında örgü titreşimlerinin önemli rol oynadığını gösterir.

## BÖLÜM 3

### YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİ

Süperiletkenliğin keşfinden bu yana süperiletken malzemelerin endüstriyel ve teknolojik alanlarda kullanımının sağladığı faydaların giderek anlaşılması, bu malzemelerle ilgili geliştirme ve yeni malzemeler bulma arayışını da hızlandırmıştır. Bednorz ve Müller tarafından yapısında bakır oksit bulunduran Lantanyum tabanlı malzemelerin keşfi ile yüksek sıcaklık süperiletkenliğine geçiş yapılmıştır. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, geçiş sıcakları baz alındığında sıvı azotun kaynama sıcaklığı olan 77 K üzerinde süperiletken faza geçen malzemeler olarak nitelendirilebilir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin tamamı seramik grubuna ait olan oksit perovskit tipi kristal yapılarıdır. Perovskit yapı kalsiyum titanatın ( $\text{CaTiO}_3$ ) keşfinden sonra bu yapıya benzeyen  $\text{ABX}_3$  yapısındaki bileşiklerin genel adı olarak kullanılmıştır.  $\text{ABX}_3$  perovskit yapısındaki X konumuna genellikle oksijen bağlanabilmekte ayrıca halojenler, nitritler ve sülfidler gibi iyonlar da bağlanabilmektedir. X konumuna oksijen bağlanan  $\text{ABO}_3$  yapıları perovskitlerde, A büyük pozitif yüklü iyonu temsil ederken B ise daha küçük bir pozitif yüklü iyonu temsil eder. Bu pozitif yüklü iyonlar lantanyum ile seryum gibi nadir toprak elementlerini, stronsiyum ile kalsiyum gibi toprak alkali metallerini, sodyum gibi alkali metalleri ve nikel, kobalt gibi geçiş metallerini temsil etmektedir (Kul,2019:11). Şekil 3.1’de genel  $\text{ABX}_3$  perovskit yapısı görülmektedir.



Şekil 3.1.  $\text{ABX}_3$  Perovskit Yapısı

**Kaynak:** Giovanni,2017:6.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin neredeyse tamamı Bakır-Oksit ( $\text{CuO}_2$ ) içeren tabakalar barındırmaktadır. Elektronların herhangi bir dirence maruz kalmadan

süperakımları iletmeleri bu  $\text{CuO}_2$  düzlemler arasında gerçekleşir. Kritik geçiş sıcaklığı değerinin oluşan  $\text{CuO}_2$  tabaka sayısı ile arttığı bilinmektedir. Fakat oluşan  $\text{CuO}_2$  düzlem sayısı belirli bir miktardan sonra kritik geçiş sıcaklığı üzerinde etkili olmamaktadır.

### 3.1. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenliğinin Keşfiyle İlgili Yapılan Önceki Çalışmalar

Süperiletkenliğin keşfinden bu yana yapılan araştırmalar, bu malzemelerin teknolojik ve endüstriyel uygulamalarda kullanılmalarının yaygınlaştırılması amacını taşımaktadır. Süperiletken malzemelerin çok düşük sıcaklıklarda süperiletken faza geçmesi hem malzemelerin kullanım alanlarını sınırlı hale getirmekte hem de kullanımları için yüksek maliyetli soğutucu sistemler gerektirmektedir.

Nisan 1986'da Zürih Rüşchlikon IBM araştırma laboratuvarında çalışan Alex Müller ve George Bednorz adlı bilim insanları 30 K'de elektrik direncini kaybeden bir malzeme buldular. Bu malzeme şimdiye kadar kullanılmış olan metal bileşimlerinden farklı olarak Lantanyum, Baryum ve Bakırın karışık fazda bulunduğu, özel kristal biçiminde düzenlenmiş maden oksitlerin birleşiminden oluşan seramik benzeri bir malzemeydi. Daha sonra yapılan çalışmalarda, süperiletken fazın,  $x=0.2$  olmak üzere  $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$  olduğu bulunmuştur. Daha sonraki çalışmalarında yapı içerisine baryum yerine stronsiyum katarak  $T_c$ 'nin değerini 36 K'e çıkardılar. Bednorz ve Müller tarafından keşfedilen La-Ba-Cu-O (LBCO) bileşiği yüksek sıcaklık süperiletkenliği dönemini başlatarak, diğer yüksek  $T_c$ 'li süperiletken malzemelerin keşfine öncülük etmiştir. Ulaşılan yüksek  $T_c$  değerleri bu alanda çalışan bilim insanlarını heyecanlandırarak süperiletkenlik alanındaki çalışmalara ivme kazandırmıştır (Bednorz ve Müller, 1986:189-193).

1987 yılında Wu ve çalışma arkadaşları Bednorz ve Müllerin geliştirdikleri La-Ba-Cu-O yapıdaki Lantanyum yerine İtiryum katarak 93 K'lik  $T_c$  değerine ulaşmışlardır. Sentezlenen malzemede süperiletken fazın  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) olduğu belirtilmiştir. Sentezlenen malzeme ile ilk defa sıvı azotun kaynama sıcaklığı olan 77 K üzerinde süperiletken özellik gösteren bir malzeme keşfedilmiştir. Bu keşif yüksek sıcaklık süperiletkenliği için dönüm noktası olmuştur (Wu ve Ashburn, 1987:908-910).

80 K üzerinde geçiş sıcaklığına sahip Talyum, Baryum, Bakır ve Oksijen içeren  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$  ve  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5.5+x}$  stokiyo metrisindeki süperiletken sistem Sheng ve Herman tarafından 1987 yılında keşfedilmiştir (Sheng ve Herman, 1987:937-940).

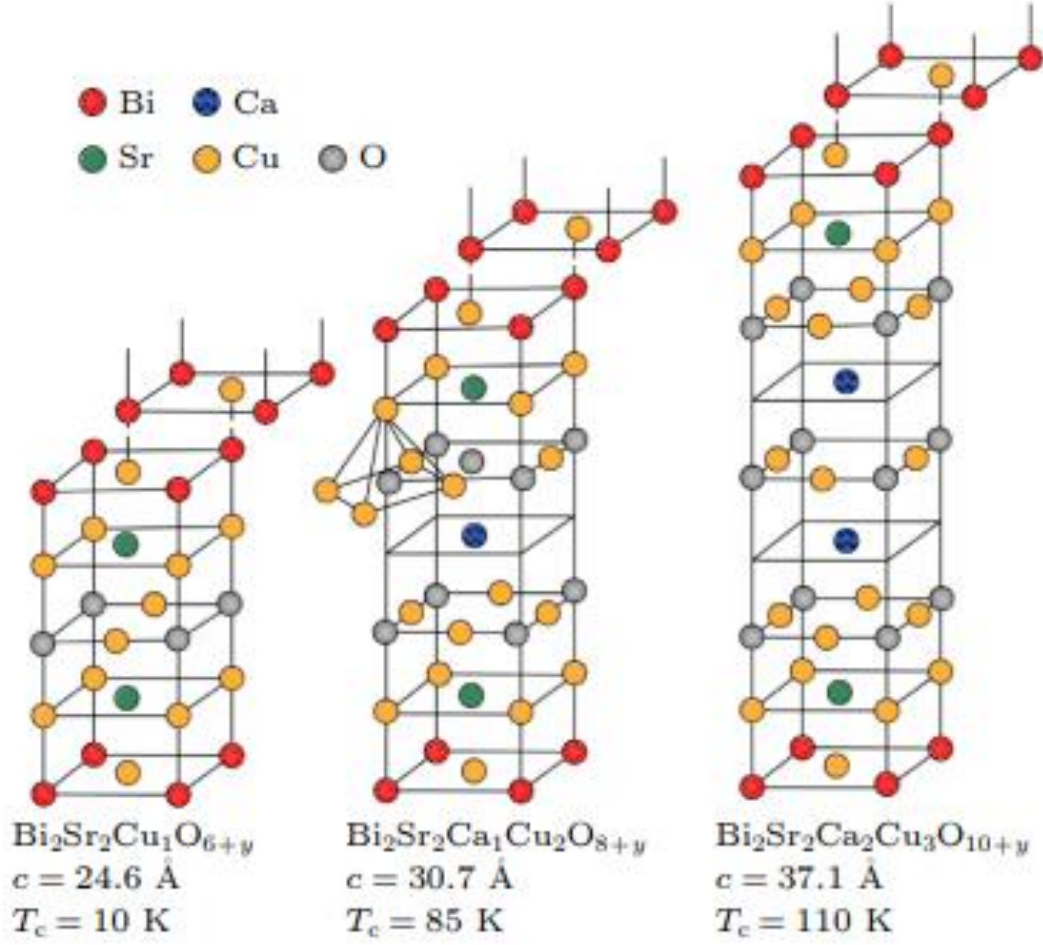
$Tl_2Ba_2Cu_3O_{8+x}$  ve  $Tl_2Ba_2Cu_3O_{5.5+x}$  bileşikleri üzerine yapılan çalışma sonrası yapı içerisine Kalsiyum elementi ekleyerek geçiş sıcaklığı 100 K üzerinde olan  $TlSr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$  ( $n = 1, 2$  ve  $3$ ) ve  $Tl_mSr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2m+3}$  ( $m = 1$  değeri için  $n = 1, 2, 3, 4$  ve  $5$ ;  $m = 2$  değeri için  $n = 1, 2, 3$  ve  $4$ ) olarak iki farklı yapı şeklinde geliştirilmiştir (Sheng ve Herman,1988:138-139).

Civa, Baryum, Bakır ve Oksijen elementlerinden oluşan süperiletken sistem, 1993 yılında Putilin ve arkadaşları tarafından keşfedilmiştir. Sistem  $HgBa_2CuO_4$  stokiyometrisinde yaklaşık olarak 90 K geçiş sıcaklığına sahiptir. Yapı içerisine Kalsiyum elementi eklenerek  $HgBa_2CaCuO_{6+x}$  kompozisyonuna göre 120 K geçiş sıcaklığı elde etmişlerdir (Putilin vd.,1193:266-270).

Dies ve çalışma grubu yaptıkları araştırmada  $CH_8S$  (Carbonaceous Sulfur Hydride) bileşiğinin yüksek basınç altında ve oda sıcaklığında süperiletken özellikler gösterdiğini bulmuşlardır. Uyguladıkları 267 GPa basınç altında 287.7 K'lik geçiş sıcaklığı elde etmişlerdir (Dias vd.,2020:373-377).

### 3.2. BSCCO Süperiletken Sistemi

BSCCO süperiletken sistemi bünyesinde nadir toprak elementi içermeyen Bi-Sr-Cu-O elementleriyle ilk kez Michel ve arkadaşları tarafından üretilmiştir (Michel vd.,1987:421-423). Yapı içerisine 1988 yılında Maeda ve arkadaşları tarafından Ca elementi eklenmiştir. Bu keşiften kısa bir süre sonra sistemin genel formülü  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$  olarak çıkarılmıştır. (Maeda vd.,1988:209-210). Formüldeki  $n$  sayısı yapı içerisindeki Cu tabakaların sayısını gösterir. Bu değer aldığı sayıya (1, 2 ve 3) göre faz yapıları  $Bi_2Sr_2Cu_1O_y$  (Bi-2201),  $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_2O_y$  (Bi-2212) ve  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  (Bi-2223) olarak adlandırılmıştır (Türk vd.,2014:711; Özkurt vd.,2013a:3345). Bu faz yapıları farklı geçiş sıcaklığı değerlerine sahiptirler. Yapı içerisinde Ca atomu bulunmayan Bi-2201 fazının geçiş sıcaklığı yaklaşık olarak 20 K'dir (Özçelik vd.,2014:4476). Sistem içerisinde bir adet Ca atomu bulunduran Bi-2212 faz yapısının geçiş sıcaklığı yaklaşık 85 K iken, yapı içerisinde iki tane Ca atomu bulunduran Bi-2223 faz yapısının geçiş sıcaklığı 120 K civarındadır (Bal vd.,2012:847). Şekil 3.2'de BSCCO sisteme ait üç farklı kristal faz yapısı görülmektedir.



Şekil 3.2. BSCCO Sistem Faz Yapısı

**Kaynak:** Jacobs,2016:4.

BSCCO süperiletken faz yapısına  $n=1$ ,  $n=2$ ,  $n=3$  ait örgü parametre değerleri Tablo 3.1'de görülmektedir.

**Tablo 3.1.** BSCCO Sistem Faz Yapısına Ait Örgü Parametreleri

Kristal Yapı	$T_c$ (K)	Örgü Parametreleri
Bi-2201 ( $n = 1$ )	20	$a = b = 5.4 \text{ \AA}$ , $c = 24.4 \text{ \AA}$
Bi-2212 ( $n = 2$ )	85	$a = b = 5.4 \text{ \AA}$ , $c = 30.89 \text{ \AA}$
Bi-2223 ( $n = 3$ )	120	$a = b = 5.4 \text{ \AA}$ , $c = 37 \text{ \AA}$

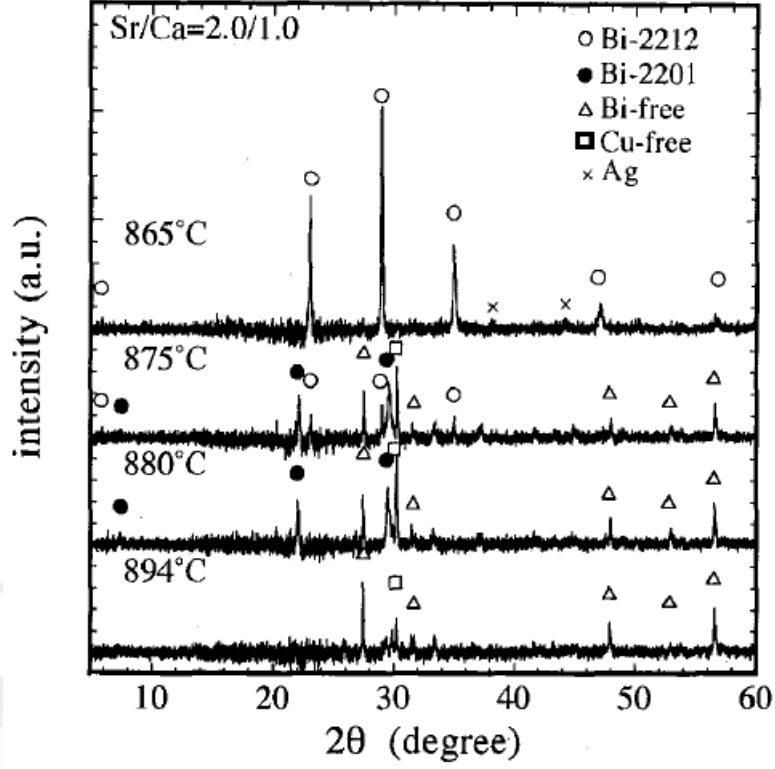
**Kaynak:** Ersin, 2015: 17.

BSCCO sistemler yapı içerisinde sandviç şeklinde CuO düzlemler içeren tabakalı yapıya sahiptir. Şekil 3.2’de görüldüğü gibi Bi-O katmanların arasına diğer katmanların yerleşmesiyle oluşmuştur. Bu katmanlarda CuO katmanlar elektrik iletiminden sorumluyken diğer katmanlar yük depolayıcı olarak görev yapmaktadır. Süperiletken özelliklerin geliştirilmesinde CuO katmanlardaki taşıyıcı holler elektronlardan daha önemlidir. Artan hole taşıyıcıların yoğunluğu BSCCO sistemin süperiletken özelliklerini geliştirebilmektedir. Yapılan çalışmalarda süperiletken özelliklerin geliştirilmesi için CuO düzlemlerdeki taşıyıcı hol yoğunluğunun yüksek olması hedeflenir.

### 3. 3. BSCCO Sistemlerde Faz Oluşumu

BSCCO seramik süperiletkenler grubuna ait Bi-2201 süperiletken fazı yaklaşık 450 °C civarında, Bi-2212 faz yapısı 630 °C yukarısı sıcaklık değerlerinde ve Bi-2223 fazı ise 830 °C üzerindeki sıcaklıklarda faz oluşumunu tamamlamaktadır. BSCCO süperiletkenlerde yapı içerisine Pb katkılanması yapılabilmemesi gibi iki durum faz oluşumu üzerinde etkilidir. Özellikle Bi-2223 fazının oluşumunda Pb katkısının önemli rolü olduğu daha önceki çalışmalardan bilinmektedir (Sung vd.,1995:79-88; Gazda vd.,2005:35-42; Nhien vd.,1996:309-318). Bi-2223 faz oluşum kinetiklerini hızlandıran  $Ca_2PbO_4$  sıvı fazı, Bi sitelere Pb elementi eklenmesi ile faz oluşumunu yaklaşık olarak 800 °C civarında başlatmaktadır. Faz oluşum kinetiğini artıran  $Ca_2PbO_4$  fazı Ca ve Pb ayrılıp Bi-2212 fazı ve CuO ile reaksiyona girerek Bi-2223 faz oluşumuna katkıda bulunur. Bu durum Pb katkılanmanın yapı üzerindeki olumlu etkisidir. Ancak Ca, CuO ile reaksiyona girerek  $(Sr, Ca)_2CuO_3$  safsızlık fazını da oluşturabilir. Bu durum da  $Ca_2PbO_4$  fazının olumsuz etkisidir.

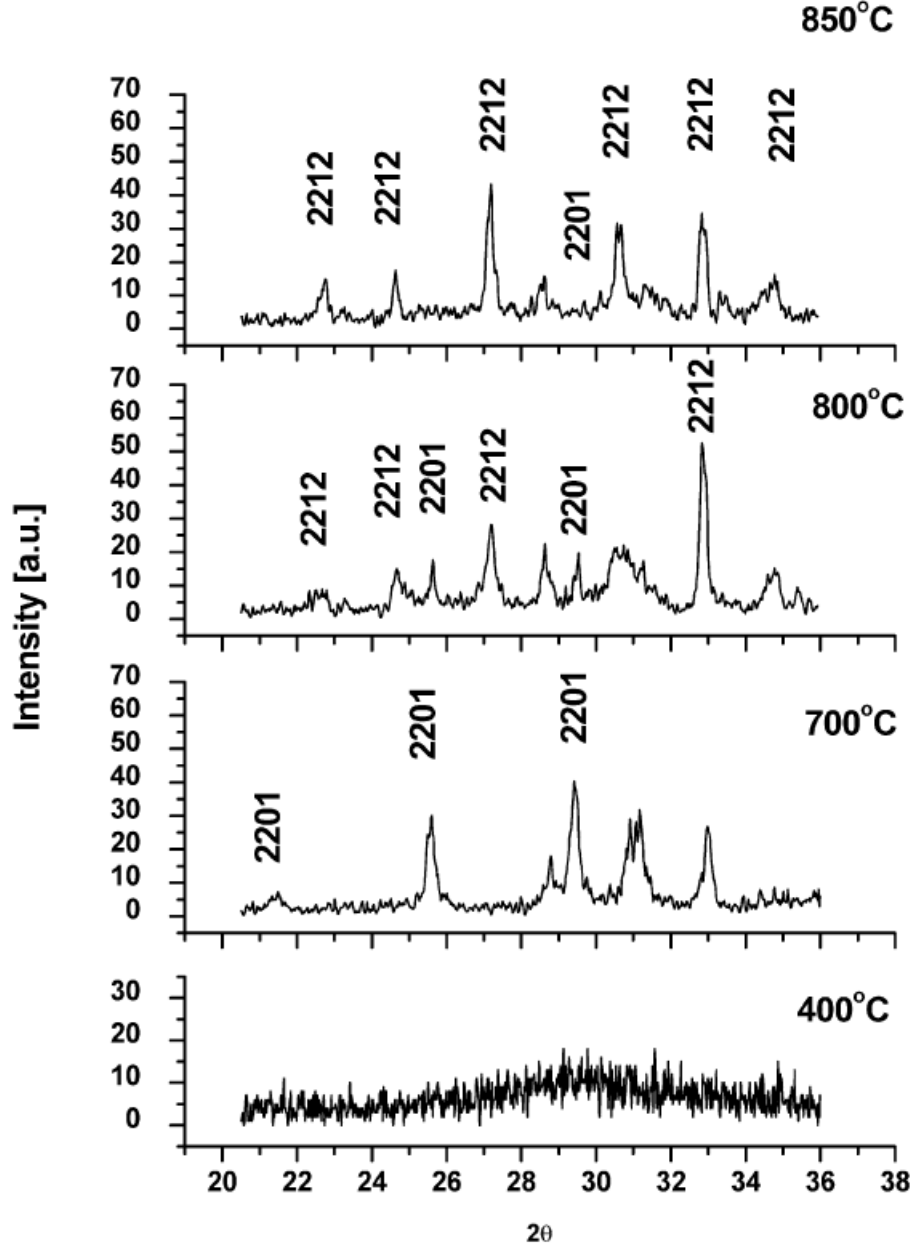
Mikro yapının gelişim sürecini incelemek için yağda ani soğutma tekniği (oil quenching) iyi bir yöntemdir (Matsumo vd.,2001:3046-3049; Matsumo vd.,2002:913-915). Bi-2212 faz yapısını araştırmak için Matsumo ve arkadaşları yağda ani soğutma tekniğini kullanmışlardır. Bu çalışmada üretilen örnekler bir fırın içerisine alınarak maksimum işlem sıcaklığına kadar çıkarılıp eritilmiş ve belirli bir soğutma oranında soğutulmuştur. Elde edilen XRD görüntüleri Şekil 3.3’te görülmektedir. XRD desenlerinden elde edilen sonuçlara bakarak maksimum işlem sıcaklığında  $\Delta$  ve  $\square$  ile gösterilen Bi ve Cu içermeyen safsızlık fazları gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra 882 °C’de Bi-2201 fazının yanında Bi-2212 fazının oluşum göstermeye başladığı görülmüştür. Sıcaklık 870°C’ye geldiğinde ise Bi-2201 fazları sıcaklığın etkisiyle Bi-2212 fazlarına dönüşmüştür.



**Şekil 3.3.** Yağda Soğutma İşlemi Uygulanan Örneklerin XRD Grafiği

**Kaynak:** Matsumo vd.,2001:3047.

Gazda ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile (Bi-Pb)-Sr-Ca-Cu-O cam seramiklerde kristalleşmenin ilk aşamasındaki faz değişimlerini analiz etmişlerdir. Yaptıkları çalışmada 400° C ile 850 °C arasında uygulanan tavlama işleminin ilk dakikalarında elde ettikleri XRD analizleri Şekil 3.4'te görülmektedir (Gazda vd.,2003:213). Mikrografi sonuçlarından 700 °C' de Bi-2201 sıcaklık fazının oluştuğu görülür. Sıcaklık artışıyla Bi-2212 yüksek sıcaklık fazı çekirdeklenmeye başlamıştır. 850 °C'de ise Bi-2212 yüksek sıcaklık fazı oluşumunu tamamlamıştır. Elde edilen bilgilerden yola çıkarak Bi-2212 faz oluşumu üzerinde tavlama sıcaklığındaki değişimlerin önemli derecede etkili olduğu söylenebilir.



**Şekil 3.4.** Farklı Sıcaklıklarda Tavlama İşlemi Uygulanan (Bi-Pb)-Sr-Ca-Cu-O Örneklerin XRD Grafikleri

**Kaynak:** Gazda vd.,2003:213.

### 3.4. Süperiletken Özelliklerin Geliştirilmesi İçin Yapılan Daha Önceki Çalışmalar

Bakır oksit tabaka içeren BSCCO süperiletkenlerin keşfinden bu yana yapılan çalışmalar, süperiletken özelliklerin geliştirilerek oda sıcaklığında süperiletken özellik gösteren bir malzeme üretmek gayesiyle yapılmaktadır. Daha önce yapılan çalışmalar genel olarak yapı içerisine yapılan katkılama/ekleme veya malzeme hazırlama sürecindeki üretim parametreleri (sinterleme sıcaklığı, presleme basıncı, kalsinasyon süresi gibi) üzerinde

yapılan optimizasyonları kapsamaktadır. Bu bölümde malzeme özelliklerini geliştirmek için yapılan bazı çalışmalara yer verilmiştir.

Khalil yaptığı çalışma ile, katı hal tepkime yöntemi kullanarak hazırladığı  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  kompozisyonundaki süperiletken malzemelere  $x = 0.0, 0.18, 0.22, 0.25, 0.3, 0.35$  ve  $0.5$  gibi oranlarda Pb katkılamanın süperiletken ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerini araştırmıştır. XRD ve SEM ölçüm sonuçlarına dayanarak yapı içerisinde  $0.3$  miktarına kadar yapılan katkılamanın Bi-2223 faz miktarını artırarak safsızlık faz sayısını giderek azalttığını belirtmiştir. Ayrıca yoğunlaşmanın artarak gözenek oranının düştüğünü ifade etmiştir. En yüksek geçiş sıcaklığı değerinin  $0.3$  oranında Pb katkılması yapılan örnekte görüldüğünü belirtmiştir (Khalil,2001:457-466).

Karaca ve arkadaşları Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O seramik malzemelere ağırlıkça % 3.5, 5, 10, 20, 30 ve 50 oranlarında Zn ilavesi yapmanın örgü parametreleri ve mikroyapı üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışmada elde ettikleri XRD sonuçları artan Zn ilavesininin c örgü parametre değerini artırdığını belirtmişlerdir. SEM görüntülerinden artan Zn miktarı ile tane boyutunun azaldığını ifade etmişlerdir (Karaca vd.,2001:115-118).

Bal ve arkadaşları yaptıkları çalışma ile katı hal tepkime yöntemi kullanılarak hazırladıkları  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_{2.0}\text{Ce}_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}$  kompozisyonundaki Bi-2212 malzemelere  $x = 0.0$  ile  $x=0.1$  aralığında Seryum eklemenin süperiletken özellikleri ne ölçüde geliştirdiğini incelemişlerdir. XRD, SEM, EDX ve R-T ölçüm teknikleri kullanılarak elde ettikleri bilgilerden Ce katkısının  $T_c$  ve  $J_c$  değerlerini önemli ölçüde azalttığını ifade etmişlerdir. Ce katkısının tane yönelimini olumsuz etkilediğini ve yapının homojenlikten uzaklaştığını açıklamışlardır. Katkılama miktarının artmasıyla tane boyutundaki azalmaların tane sınırı sayısını artırarak  $J_c$  değerini azalttığı sonucuna varmışlardır (Bal vd.,2012:847-856).

Özkurt tarafından yapılan araştırmada,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{2-x}\text{Na}_x\text{O}_y$  sitokiyometrisine göre  $x = 0.0, 0.05, 0.1$  ve  $0.25$  oranlarında Na katkılması yaptığı örnekleri, geleneksel katı hal tepkime yöntemini kullanarak üretmiştir. Üretim sürecinde  $\text{Bi}_2\text{O}_3, \text{SrCO}_3, \text{CaCO}_3, \text{CuO}$  ve  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  tozları uygun oranlarda karıştırıp öğüttükten sonra tek eksen soğuk pres tezgahında  $375 \text{ MPa}$  basınç uygulayarak  $1.3 \text{ cm}$  çapında peletler haline getirmiştir. Peletleri  $750 \text{ }^\circ\text{C}$  de 12 saat süresince kalsine etmiştir. Kalsine ettiği örneklere tekrar öğütme ve presleme işlemini iki kez uygulayarak her işlem sonrası süperiletken faz oluşumunu başlatmak için  $820 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 24 saat kalsine işlemi uygulamıştır. Son olarak Bi-2212 faz oluşumunu tamamlamak için örneklere  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  de 120 saat boyunca sinterleme işlemi uygulamıştır.

XRD sonuçları bütün örneklerde temel fazın Bi-2212 olduğunu ayrıca az miktarda safsızlık fazı olarak  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  bileşiğinin görüldüğünü belirtmiştir. Örneklere uyguladığı  $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 120 saatlik sinterleme işleminin yeterli olduğunu belirterek kafes parametresi değerlerinin ortorombik yapıda olduğunu ifade etmiştir. SEM görüntülerine bakarak, Na katkılamanın numunelerin tane boyutunu artırarak morfolojik özellikleri geliştirdiğini açıklamıştır. Sodyum katkılamanın örneklerin süperiletken faza geçiş sıcaklıkları olan  $T_c^{\text{onset}}$  ve  $T_c^{\text{offset}}$  değerlerini arttırdığını ve katkısız numunede ölçülen  $77.6\text{ K}$ 'lik  $T_c^{\text{onset}}$  değerinin 0.25 oranında Na içeren örnekte  $79.8\text{ K}$  olarak ölçüldüğünü belirtmiştir. Manyetik histeresiz ölçümleri katkılama yapılan tüm numunelerde histeresiz eğrisi genişliklerini artırmıştır. Sodyum katkılama numunelerin  $J_c$  değerlerini artırarak en yüksek  $J_c$  değeri 0.25 katkılama yapılmış örnekte hesaplanmıştır (Özkurt,2013a:2426-2431).

Özkurt yaptığı araştırmada, katı hal tepkime yöntemini kullanarak  $\text{Bi}_{1.7-x}\text{Y}_x\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  stokiyometrisine göre hazırladığı farklı miktarlarda ( $x = 0, 0.05, 0.1, \text{ ve } 0.25$ ) Y elementi içeren Bi-2223 süperiletken malzemelerin mekaniksel özellikler üzerine etkisini incelemiştir. Yapılan çalışma Vickers sertlik, elastisite modülü ve akma dayanımı hesaplamalarını kapsamıştır. Çalışmada malzemelerin Vickers sertlik ölçümleri için numuneler üzerine 20 sn boyunca farklı uygulama yükleri ( $0.245, 0.49, 0.981, 1.962, 2.943, 4.905, 9.81\text{ N}$ ) uygulanmıştır. Ölçüm değerlerinin hassaslığını arttırmak amacıyla malzeme yüzeyinin farklı bölgelerinden alınan 20 ölçüm sonucunun ortalama değerini kullanılmıştır. Sonuçlar malzeme yüzeyine uygulanan basınç değerinin artmasıyla katkılama yapılmayan numunede vickers sertlik değerlerinin azaldığını göstermektedir. Katkılama yapılan numunelerde en yüksek vickers sertlik değerleri 0.50 oranında katkılama yapılan numunede ölçülmüştür. Sisteme 0.05 katkılama yapılan numunenin en iyi morfolojik özellikleri sergilediğini belirterek çalışmanın daha önceki çalışma sonuçlarıyla uyum içerisinde olduğunu belirtmiştir. Özkurt, azalan tane boyutu ile sistemdeki tane sınırının artışının vickers sertlik değerlerinde azalmalara neden olduğunu ifade etmiştir. Süperiletken malzemelerin aşırı derecede anizotropik yapıda olmaları nedeniyle malzemelerin dış yüzeyleri ile iç yüzeyleri arasında yapısal farklılıklar bulunduğunu belirterek Vickers Sertlik Ölçüm sonuçlarının her zaman gerçek değerleri tam olarak yansıtamayacağını belirterek sertlik değerlerini farklı modeller (elastik ve plastik deformasyon modelleri) kullanarak hesaplamıştır. Hesaplamalar sonucunda bulunan değerlerin ölçülen değerlerden önemsenmeyecek derecede az çıktığını belirtmiştir. Gerilim ve gerinim eğrilerinden

hesaplanan en yüksek akma dayanımı ve elastisite modülü değerlerini, 0.05 oranında katkılama yapılan numunede gözlemlenmiştir (Özkurt,2014a:3295-3300).

Özkurt yaptığı çalışmada, katı hal tepkime yöntemi kullanarak hazırladığı  $\text{Bi}_{1.46}\text{Pb}_{0.36}\text{Ag}_{0.18}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-x}\text{Na}_x\text{O}_y$  ( $x=0, 0.05, 0.1$  ve  $0.25$ ) seramik malzemelere sodyum katkılama ve gümüş eklemenin süperiletken özellikler üzerindeki etkilerini araştırmıştır. XRD sonuçları tüm örneklerde ana fazın Bi-2223 olduğunu göstermektedir. Yapı içerisindeki Na miktarının artması tane boyutunu artırmıştır. En yüksek kritik geçiş sıcaklığı  $x= 0.05$  oranında sodyum katkılaması yapılan örnekte elde edilmiştir. En geniş M-H eğrilerine  $0.05$  oranında sodyum katkılaması yapılan örnekte ulaşılmıştır (Özkurt,2014b:261-266).

Sotelo ve arkadaşları tarafından yapılan araştırmada,  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  stokiyo-metrisinde polimer matriks yöntemi kullanılarak hazırlanan tozlar lazer yüzer bölge (LFZ) tekniği kullanılarak  $x = 0.0, 0.2, 0.4,$  ve  $0.6$  oranlarında Pb katkılaması yapılarak üretilmiştir. Numunelerin DTA analiz sonuçları, bütün numunelerde  $800$  ile  $900$  °C aralığında malzemede erimeler görülebileceğini göstermiştir. Katkısız numunede ölçtükleri  $870$  °C ergime sıcaklığını, sisteme  $0.6$  oranında Pb katkılamayla  $845$  °C'ye çekerek Pb katkılamasının sistemin ergime sıcaklığını düşürdüğünü açıklamışlardır. Sisteme uygulanacak tavlama sıcaklığını DTA sonuçlarından yorumlayarak  $835$  °C olarak belirtmişlerdir. Numunelerin XRD grafiklerini incelediklerinde katkısız numunelerin neredeyse Bi-2212 fazından oluştuğunu gözlemlenmiş, artan Pb miktarının ikincil faz oluşumunu artırarak düzgün tane yönelimini bozduğunu ve bu durumun SEM görüntülerinden  $0.6$  oranında katkılama yapılan örnekte açıkça görüldüğünü açıklamışlardır. Sisteme yapılan Pb katkılama miktarının artırılmasıyla  $T_c$  değerlerindeki düşüşe karşın  $0.4$  katkılı numunenin  $77$  K ve  $65$  K aralığındaki kritik akım yoğunluğu maksimum  $3300$  A/cm<sup>2</sup> hesaplayarak bu durumun mükemmel bir gelişim olduğunu ifade etmişlerdir (Sotelo vd.,2014:2977-2982).

Kahraman ve arkadaşları yaptıkları çalışmada,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta+x}$  wt% Ag ( $x=0$  A örneği,  $x=3$  B örneği) temel kompozisyonuna göre sol jel yöntemiyle hazırladıkları numunelere  $15$  saat süresince  $800$  °C'de  $20$  MPa presleme basıncında sıcak pres işlemi uygulamanın sistem üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Ag elementinin yapı üzerindeki etkilerini XRD, SEM, M-H ve R-T sonuçlarına göre yorumlamışlardır. XRD sonuçlarına göre örneklerde temel fazın Bi-2212 olduğunu fakat Ag katkısı yapılan numunedeki safsızlık fazlarının daha az olduğunu belirtmişlerdir. SEM görüntülerinden yapı içerisine ekleme yapılan gümüş elementinin tane boyutunu artırıp tane dizilimini daha düzgün hale getirdiğini

belirtmişlerdir. Bütün numuneler  $T_c^{\text{onset}}$  sıcaklığına kadar metalik davranış sergilemiştir.  $T_c^{\text{onset}}$  ve  $T_c^{\text{offset}}$  değerlerinde gözle görülür bir değişiklik olmamasına rağmen oda sıcaklığı direnç ölçümleri sisteme Ag eklemenin öz direnç değerini  $\sim 9.5 \mu\Omega \text{ m}$ 'den  $8.5 \mu\Omega \text{ m}$ 'ye düşürdüğünü ifade etmiştir.  $\pm 2 \text{ T}$  aralığında ve 10 K ile 25 K sıcaklıklarında yapılan manyetik histeresiz ölçümleri B örneğinin bütün sıcaklık değerlerinde en geniş histeresiz eğrisi verdiğini göstermiştir. Manyetik ölçümler sonucunda hesaplanan kritik akım yoğunluğu değerleri sisteme Ag eklemesi yapılan örneklerde belirgin şekilde artmıştır. Sisteme eklenen Ag sistemin hole sayısı değerini 0.085 değerinden 0.110 değerine çıkarmıştır (Kahraman vd.,2015:14924-14929).

Zhang ve arkadaşları yaptığı çalışmada, Bi-2212 süperiletkenlerin Stronsiyum (Sr) tabakalarına İterbiyum (Yb) katkılanmasının süperiletken özellikleri ne ölçüde etkilediğini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışma sonucunda yapı içerisine Yb katkılanmanın Bi-2212 faz miktarını arttırarak düzensiz tane yönelimini daha düzgün hale getirdiğini belirtmişlerdir. En gelişmiş akı çivileme merkezlerinin 0.02 oranında Yb katkılanması ile elde edildiği sonucuna ulaşmışlardır (Zhang vd.,2015:045014).

Aytekin tarafından yapılan çalışmada, katı hal tepkime yöntemiyle hazırladığı  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  stokiyometrisindeki BSCCO süperiletkenler üzerine farklı peletizasyon basınçları uygulamanın etkileri araştırılmıştır. Hazırlanan numuneler üzerine 1.5, 3, 4.5 ve 6 GPa'lık peletleme basınçları uygulanarak, sırasıyla A, B, C ve D numunelerinin X-Ray Kırınım (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri (R-T), manyetizasyon ölçümleri (M-H), mikro sertlik ölçümleri ve kritik akım yoğunluğu hesaplamaları yapılmıştır. Yapılan XRD ölçümleri sonuçları, tüm numunelerde ana fazın Bi-2212 fazı olduğunu göstererek, uyguladıkları peletizasyon basıncının yeterli olduğunu belirtmiştir. SEM sonuçları bütün numunelerde Bi-2212 fazını kanıtlar nitelikte olan plaka şeklinde (plate like) taneciklerin oluştuğunu göstermiştir. Uygulanan peletizasyon basıncının artmasına bağlı olarak örneklerin tane boyutunun arttığını, daha homojen bir yapının oluştuğunu ve taneler arası boşluğun azaldığını belirtmiştir.  $\pm 2 \text{ K}$  manyetik alan ve 10 K - 25 K aralığındaki tüm ölçümlerde, en geniş M-H eğrisinin 6 GPa basınç uygulanan D örneğinde olduğunu ifade etmiştir. Elektriksel direnç ölçüm sonuçları süperiletkenlik özelliklerin geliştiğini gösteren en düşük  $\Delta T_c$  değerinin de D örneğinde olduğunu göstermiştir. Mikro sertlik ölçüm değerleri uygulanan presleme basıncının artışına bağlı olarak en yüksek mikrosertlik değerinin D örneğinde ölçüldüğünü ifade etmiştir. Presleme basıncındaki artışın malzemelerin süperiletkenlik özelliklerini geliştirdiğini belirterek daha

yüksek presleme basınçları uygulamayla ilgili çalışmaların yapılabileceğini açıklamıştır (Aytekin vd.,2016:8068-8073).

Özkurt yaptığı araştırmada, yüksek miktarda Bi-2212 fazını elde etmek için Bi-2234 kompozisyonundan katı hal tepkime yöntemini kullanarak  $(\text{BiPb})_2\text{Ce}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Ti}_y\text{O}_{12+\delta}$  ( $x = 0,05$  ve  $y = 0,0; 0,05; 0,1$  ve  $0,2$ ) stokiometrisindeki bileşiklere Seryum eklemesi ve Cu sitelere Titanyum katkılamanın etkilerini araştırmıştır. XRD sonuçları yapı içerisindeki titanyum miktarındaki artışın istenmeyen faz oluşumuna etki etmediğini belirterek örgü parametrelerinin Bi-2212 faz yapısıyla uyumlu olduğunu belirtmiştir. Tüm örnekler 70-90 K arası süperiletken faza geçiş bölgesinde faz değişimini gösteren bir pik göstermiş olsalar da yarı iletken özellik sergilemişlerdir.  $\pm 2$  T manyetik alan aralığında ve tüm sıcaklık değerlerinde katkılama miktarının artmasıyla histerezis eğrilerindeki kapalı alanın genişlediğini belirtmiştir (Özkurt,2016:205-211).

Çalış yaptığı araştırmada, Bizmut tabanlı süperiletken malzemeler üzerine Na ekleme Va katkılamanın malzeme üzerindeki süperiletkenlik özelliklerini nasıl etkilediğini incelemiştir. Katı hal tepkime yöntemiyle  $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{V}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_{1,75}\text{Na}_{0,25}\text{O}_y$  stokiometrisine göre hazırladığı numunelere  $x=0, 0,05, 0,1,$  ve  $0,25$  Va katkılması yaparak numuneleri sırasıyla A, B, C, D örneği olarak isimlendirmiştir. B-2212 fazının tüm örneklerde ana faz olduğu,  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4, \text{V}_5\text{O}_9, \text{Bi}_{10}\text{Sr}_{10}\text{Cu}_5\text{O}_{29}$  gibi safsızlık fazlarını da gözlemlediğini XRD sonuçlarına dayanarak açıklamıştır. B numunesindeki pik şiddetin fazla görülmesinin sebebinin numunedeki kristalleşmenin diğer örneklere kıyasla daha iyi bir şekilde oluşmasına bağlamıştır. A, B ve C örneklerinde kristal kafes yapısı ortorombik iken D örneğinde kristal kafes yapısının tetragonal olduğunu gözlemlemiştir. SEM görüntülerini incelediğinde Bi-2221 fazının karakteristik tane yapısı olan plaka benzeri (plate like) ve iğnemsî yapıların tüm örneklerde oluştuğunu açıklamıştır. A örneğindeki düzensiz tane yöneliminin ve taneler arası boşluğun diğer numunelere kıyasla daha fazla olduğunu belirtmiştir. Bi-2212 faz yoğunluğunun artmasına bağlı olarak en iyi morfolojik yapıyı B örneğinde gözlemlemiştir. Elektriksel direnç ölçümleri, faz oluşumu hakkında bilgi veren  $T_c^{\text{onset}}$  değerlerinde Va katkısının artması ile yükseliş gözlemlenmiş fakat D örneğindeki  $T_c^{\text{offset}}$  değerinde manidar bir azalış meydana geldiğini belirterek, bu durumun sebebinin D örneğinde görülen safsızlık fazlarının taneler arası yapıyı bozmasına bağlamıştır. Yapının homojenliği hakkında bilgi veren en yüksek  $\Delta T_c$  değerinin D örneğinde görülmesini oluşturan safsızlık fazlarıyla açıklamıştır.  $\pm 2$  T aralığında ve 10 K-25 K sıcaklık değerlerinde yapılan ölçümler B örneği dışındaki tüm numunelerde yapılan Va katkılamanın histeresiz alanlarını daraltarak

numunelerin manyetik özelliklerini bozduğunu ifade etmiştir. B örneğinde gelişen manyetik özellikler Va katkılamamanın malzemenin süperiletkenlik özelliklerini geliştirdiğini açıklamıştır. Bean's modeline göre yaptığı  $J_c$  hesaplamaları, B örneğinde oluşan tane boyutu ve plaka benzeri yapılardaki artışın tane sınırlarını azaltarak en yüksek kritik akım yoğunluğu değerinin B örneğinde elde edilmesini sağlamıştır (Çalış vd.,2015:2760-2765).

Nane ve arkadaşları yaptıkları araştırmada, polimer solüsyon metodu kullanarak hazırladıkları  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{1-x}\text{Na}_x\text{Cu}_2\text{O}_y$  ( $x = 0.0, 0.05, 0.075, 0.1, 0.15, \text{ ve } 0.20$ ) kompozisyonundaki seramik malzemeler üzerine Na katkılaması yaparak, tane büyütme işlemlerinde sıcak presleme tekniği kullanmışlardır. Tüm örneklerde ana pikin Bi-2212 olduğunu ve tepe noktaların c eksenine dik 001 kırınımına denk geldiğini XRD sonuçlarına bakarak açıklamışlardır. Kristal simetrisi tüm örneklerde  $a-b \approx 5.40 \text{ \AA}$  ve  $c = 30.88 \text{ \AA}$  olarak ölçülmüştür. SEM mikrografileri 0.075 oranına kadar Na ikame etmenin disk kalınlığını artırıp daha fazla miktarda yapılan katkılamaların azalmalara sebep olduğunu açıklayarak, disk kalınlıklarının  $x = 0.0, 0.05, 0.075, 0.10, 0.15, 0.20$  Na katkılama miktarları için sırasıyla 910, 950, 1300, 1010, 860, 600  $\mu\text{m}$  olarak ölçüldüğü belirtilmiştir. Yapı içerisindeki sodyum miktarının artması, sistemin ergime sıcaklığını düşürüp difüzyon hızını artırarak tanelerin genişlemesine neden olabileceğini açıklamıştır. Gözeneksiz şekilde istiflenmiş tanelerin ve Na katkısıyla artan tane boyutlarının önceki çalışmalarla uyum içerisinde olduğunu belirtmişlerdir. Sıcaklığın bir fonksiyonu olarak manyetizasyon eğrileriyle 100 Oe'lik alanda bütün numunelerde yaklaşık 85 K'de süperiletken faza geçişin başladığını açıklamışlardır. En yüksek  $T_c$  değeri 0.075 oranında katkılama yapılan numunede 85.6 K olarak ölçülmüştür. Manyetik histeresiz eğrileri incelendiğinde daha geniş eğriler 0.075 oranında katkılama yapılan numunede görülmüştür. Saf numunede ölçülen  $0.34 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$  lik kritik akım yoğunluğu değeri 0.007 katkılı örnekte  $1.38 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$  ölçülerek dört katlık artış sağladıklarını belirtmişlerdir (Nane vd.,2017:1007-1012).

Kır yaptığı araştırmada,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{K}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  kompozisyonuna göre katı hal tepkime yöntemiyle hazırladığı örneklerde, Na miktarını 0.25 oranında sabit tutup sisteme K eklemenin etkilerini incelemiştir. Sisteme katılan Na miktarını 0,25 oranında sabit tutmasının sebebinin ise daha önceden Özkurt tarafından yapılan çalışmada sisteme 0,25 oranında Na katkılamamanın en iyi elektriksel, manyetik ve morfolojik sonuçları vermesiyle açıklamıştır. Sisteme  $x = 0, 0.05, 0.1 \text{ ve } 0.25$  oranlarında K eklemesi yaparak numuneleri sırasıyla K1, K2, K3 ve K4 olarak isimlendirmiştir. Bütün örneklerdeki etkin fazın XRD sonuçlarına göre Bi-2212 fazı olduğunu ve safsızlık fazı olarak sadece  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  bileşiği

olduğunu açıklamıştır. Sodyum ve potasyum içeren safsızlık fazlarının görülmemesi nedeni ise Bi-2212 birim hücreleri içerisine sodyum ve potasyumun tamamen dahil olmasından kaynaklandığını açıklamış ve uyguladığı 850 °C’de 120 saatlik sinterleme işleminin yeterli olduğunu belirtmiştir. Örgü parametreleri değerlerinin tüm örneklerde tetragonal kafes sistemi değerlerini verdiğini gözlemlemiştir. Katkısız ve az katkılı K1 örneğinde a ve c kafes parametre değerleri değişmezken K3 ve K4 örneklerinde azalmalar meydana gelmiştir. Bu durumun açıklamasını Na ve K elementinin yapı içerisine girerek oksijen miktarını değiştirmesiyle açıklamıştır. Tane boyutları sisteme ekleme yapılan K element miktarının artmasıyla sırasıyla 40, 41.5, 42, 43.2 nm olarak artmıştır. SEM görüntüleri bütün örneklerde rastgele yönelimli plaka benzeri yapıların olduğunu göstererek en büyük plaka benzeri yapılar K4 örneğinde görülmüştür. Bu plakalardan bazılarının Bi-2212 fazı bazılarının ise safsızlık fazı olan Bi<sub>2</sub>CaO<sub>4</sub> olabileceğini açıklamıştır. Geniş ebatlı tanelerin oluşumu tane sınırlarını azaltırken meydana gelen geniş boşlukların elektrik iletimini olumsuz yönde etkileyebileceğini açıklamıştır. Elektriksel ölçüm sonuçları katkılama oranının artmasıyla T<sub>c</sub><sup>onset</sup> değerlerinin arttığını fakat en düşük T<sub>c</sub><sup>offset</sup> değerini en yüksek K eklemesi yaptığı örnekte ölçtüğünü belirtmiştir. Bunun sebebi ise, oluşan büyük plaka benzeri yapıların uygulanan katıhal tepkime metoduna bağlı olarak geliştiği güzel yönelmesi ile süperiletken taneler arasındaki bağları zayıflatmasıyla açıklanmıştır. K4 örneği için oda sıcaklığında ölçülen öz direnç ölçümlerinde elde edilen 3.46 mohm-cm’lik değer, K4 örneğindeki morfolojik yapıdan kaynaklı boşlukların oluşmasıyla ilişkilendirmiştir. Manyetik histeresiz ölçüm sonuçları, tane ebatlarının gelişmesine bağlı olarak manyetik özellikleri de geliştirmiştir. En geniş histeresiz eğrisi K4 örneğinde görülmüştür. K1 örneğinde 0.2 T ve 10 K’de ölçülen 61.717x10<sup>4</sup> A/cm<sup>2</sup> J<sub>c</sub> değeri aynı şartlar altında 0.25 potasyum eklemesi yapılan örnekte 95.046x10<sup>4</sup> A/cm<sup>2</sup> ölçülerek yapılan katkılama işleminin J<sub>c</sub> değerlerini olumlu yönde etkilediğini belirtmiştir (Kır vd.,2016:79-85).

Özkartal ve Enis tarafından gerçekleştirilen çalışmada, eritme döküm yöntemiyle hazırladıkları Bi<sub>1.6</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>12</sub> kompozisyonundaki BSCCO malzemeler üzerine doğru akım tavlamanın etkilerini incelemiştir. Hazırladıkları bakır kalıp içerisine, alüminyum pota içerisinde 1200 °C’de tamamen erittikleri malzemeleri dökerek ürettikleri 100 mm boyunda 60 mm çapındaki çubuklar üzerine tasarladıkları deney düzeneği ile doğru akım uygulamışlardır. Çubuğun uç noktasından doğru akım uygulandığında + uçtan – uca doğru sıcak bölge oluştuğunu belirtmişler ve voltajı azaltıp akımı az miktarda artırarak tavlama işlemini birkaç kez tekrar etmişlerdir. Sıcak bölge malzemenin tam ortasında iken

akımı kesip numuneleri sıcak bölge, ısıtılmış bölge ve ısıtılmamış bölge olarak kısımlara ayırmışlardır. Malzemenin enine ve boyuna kesitinden aldıkları XRD ölçümleri ile malzemenin daha çok amorf yapıda olsa da orta kısımlarında hafif kristalleşmeler gördüklerini belirtmişlerdir. Bu durumun sebebini ise malzeme içerisine katkıladıkları Kurşun elementine ve malzeme orta kısımlarının dış yüzeylere oranla daha yavaş soğumasına bağlamışlardır. Örneğin SEM görüntülerinde BSCCO sistemden beklenen iğnemi taneler yerine istenmeyen bloklar halinde kümelenmelerin olduğu görülmüştür. Malzemenin oda sıcaklığındaki direnci  $15.7 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$  olarak ölçülmüştür. Sıcaklığın düşmesiyle orantılı olarak azalan öz direnç değeri sıcaklık 105 K'e geldiğinde  $10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$  olarak ölçülmüştür. Doğru akım tavlama tekniğinin süperiletken özellikleri geliştirdiğini açıklamışlardır (Özkartal ve Enis,2018:123-128).

Abdulridha ve arkadaşları yaptıkları araştırmada,  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  kompozisyonundaki (Bi, Pb)-2223 seramik malzemeler içerisine %0.2 oranında  $\text{WO}_3$  eklemesi yaparak malzemeleri sentezlemişlerdir. Bu bağlamda katı hal tepkime yönteminin presleme kısmında farklı peletleme basınçları (0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ve 1.0 GPa) uygulayarak sentezlenen seramik malzemelerin mekaniksel, elektriksel direnç ve yapısal özellikleri incelenmiştir. Örneklerin XRD sonuçlarıyla, bütün numunelerde dominant fazın Bi-2223 yüksek sıcaklık fazı olduğu, ikincil faz olarak da Bi-2212 fazı gözlemlenmiştir. Örneklerin hepsinin tetragonal kristal kafes yapısında olduğunu ve benzer pik şiddetleri verdiklerini belirtmişlerdir. Ortalama tane boyutlarında 0.4 GPa değerine kadar artış gözlenirken artan basınç değerlerinde tane boyutlarında azalmalar olmuştur. Yapı içerisindeki oksijen içeriği miktarını iyodometrik titrasyon yöntemiyle hesaplayarak en yüksek oksijen değerini 0.4 GPa basınç uygulanarak üretilen örnekte 0.024 olarak hesaplayıp 0.4 GPa değerinin üzerindeki basınç değerlerinde oksijen miktarlarında azalış olduğunu belirtmişlerdir. Örneklerin SEM görüntüleri Bi-2223 ve Bi-2212 fazlarını kanıtlar nitelikte olan plaka şeklinde (plate like) ve pul pul (flukly) yapılar görülmüştür. Kritik geçiş sıcaklığının en yüksek olduğu değer 0.4 GPa basınç uygulanan örnekte 130 K olarak ölçülmüştür. Vickers mikrosertlik ölçümleri uygulama yükünün artışıyla sertlik değerlerinde azalmalar olduğunu göstermiştir. Bu durumun malzemenin mono kristal yapısı ve gözeneklilik oranından kaynaklandığını açıklamıştır (Abdulridha vd.,2020:106967).

Aytekin yaptığı çalışmada,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_{2-x}\text{Sn}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  stokiyo metrisine ( $x = 0.0, 0.05, 0.1, 0.20$ ) göre katı hal tepkime yöntemi kullanarak hazırladığı örneklere  $\text{SnO}_2$  eklemesinin sistem üzerine etkilerini XRD, SEM, R-T, M-H, mikrosertlik ve yüzey pürüzlülük

ölçümü yaparak araştırmıştır. Bütün örneklerde birincil fazın Bi-2212 olduğunu XRD sonuçlarından gözlemleyerek  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  ve  $\text{Na}_{0.29}\text{Bi}_{1.71}\text{O}_{2.71}$  gibi ikincil fazların da var olduğunu belirtmiştir. Sistem içerisinde Sodyum ve Kalaya ait ikincil fazlarının bulunmamasını ekleme yapılan elementlerin sistem içerisine tamamen dahil olmasıyla açıklamıştır. Ayrıca 0.05  $\text{SnO}_2$  katkılama yapılan örnek için XRD sonuçlarında  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  safsızlık fazının görülmemesinin ve c kristal kafes parametresinde önemli bir değişiklik olmamasının sebebini stronsiyum sitelere yapılan az miktarda  $\text{SnO}_2$  katkılamayla faz yapısındaki gelişime bağlamıştır. Katkılama miktarının artmasına bağlı olarak 0.1 ve 0.2 oranında katkılama yapılan örneklerin ana faz piklerinde kaybolmalar ve azalışların olmasının süperiletkenliği olumsuz yönde etkileyebileceğini belirtmiştir. SEM görüntülerine bakarak  $\text{SnO}_2$  katkılaması yapılmayan saf numunede rastgele yönelimli plaka benzeri yapıların oluştuğunu gözlemlemiştir. Katkılama miktarı 0.05 olan örneğin SEM görüntülerini incelediğinde birbiri ile kuvvetli bağlı ve daha az boşluklu yapıların oluştuğunu, bunun sebebini ise sisteme katkılama yapılan  $\text{SnO}_2$  elementinin taneler arası boşluklara yerleşmesi durumu olarak açıklamıştır. 0.1 oranında katkılama yaptığı örnekte büyük açılı boşlukların oluştuğunu, bu durumun sistemin süperiletkenlik özelliğini olumsuz etkileyeceğini açıklamıştır. Katkılama miktarı 0.2 olan örnekte homojenliği bozan küçük ölçekte taneler gözlemlenmiştir. Elektriksel direnç ölçümleri sonucu en düşük  $\Delta T_c$  değeri 0.05 katkılı örnekte gözlemlenmiş ve bu durumun SEM VE XRD sonuçları ile uyum içerisinde olduğunu belirtmiştir.  $\pm 2$  T manyetik alanlarda 10 K ve 25 K sıcaklıkta yapılan manyetik ölçüm sonuçları en geniş histeresiz eğrilerinin 0.05 miktarında katkılama yapılan örnekte olduğunu açıklamıştır. Kalay miktarını 0.05'ten fazla katkılamanın kritik akım akım yoğunluğu değerlerinde azalmaya neden olduğunu belirterek bu durumun safsızlık fazlarının çivileme merkezi oluşturmayarak taneler arası boşluklara yerleşmesinin bir sonucu olduğunu açıklamıştır. En yüksek mikrosertlik değeri  $x=0.1$  oranında katkılama yapılan örnekte ölçülürken katkılama yapılmayan saf numunede ise en iyi yüzey pürüzlülük değeri ölçülmüştür (Aytekin ve Özkurt,2020b:965-970).

Özçelik ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, katı hal tepkime yöntemiyle hazırladıkları  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  wt% CNT sitokiyometrisindeki BSCCO seramik malzemeler içerisine yüzde ağırlıkça  $x = 0, 0.5, 1, \text{ ve } 3$  oranlarında karbon nano tüp eklemenin yapı içerisindeki etkilerini incelemişlerdir. Örneklerin tane büyütme işlemlerini, izostatik presleme işlemiyle 200 MPa basınç uygulayarak 2-3 mm çapında 120 mm uzunluğunda çubuk malzemelere lazer yüzey bölge (LFZ) tekniği kullanarak gerçekleştirmişlerdir. XRD

ölçüm sonuçları %1 ve %0.5 oranında katkılama yapılan numunenin saf numuneyle benzer pikler göstermesine karşın %3 katkılama yapılan örnekte  $(\text{SrCa})_3\text{BiO}_x$  ve Bi-2201 gibi safsızlık fazları gözlenmiştir. FESEM görüntüleri de bütün örneklerin neredeyse Bi-2212 fazından oluştuğunu kanıtlar nitelikte renk konsantrasyonuna sahip görüntüler vermiştir. Bütün numunelerde 10 ila 14 nm arasında değişen tane boyutları ölçülmüştür. Boyuna kesitinden alınan örneklerin cilalı yüzeylerinin görüntülerinde de CNT miktarının artmasıyla ikincil fazların arttığını ve bu durumun tane hizalanmasını olumsuz yönde etkilediğini belirtmişlerdir. Artan CNT miktarlarının  $T_c$  sıcaklıklarında düşümlere sebep olduğunu belirterek, bu durumun granüler yapıdan, ikincil fazlardan ve tane bağlarının zayıf olmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir. Katkılama yapılan örneklerin saf numunelere oranla daha düşük  $J_c$  değerlerine sahip olduğunu belirterek en yüksek  $J_c$  değeri saf numunede  $22 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  olarak ölçülmüştür. CNT katkılama miktarının artmasıyla numunelerin histeresiz eğrileri daralmış ve en dar eğri genişliği ağırlıkça %3 oranında katkılama yapılan örnekte görülmüştür. Akı çivileme kuvvetlerinin en büyük değeri  $9 \times 10^8 \text{ Oe} \cdot \text{A/cm}^2$  olarak katkılama yapılmayan örnekte ölçülmüştür (Özçelik vd.,2019:3135-3141).

Özkurt yaptığı çalışmada, Au katkılı ( $x=0.2$ )  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_2\text{Au}_{0.2}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  başlangıç kompozisyonuna göre katı hal tepkime yöntemi kullanarak hazırladığı seramik numunelere  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklıkta 120 saatlik sinterleme işlemi uygulamanın ardından  $870 \text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklıkta farklı bekleme süreleri (10 dak., 30 dak., 1 saat, 2.5 saat) için sinterleme sürelerinin etkisini araştırmıştır. XRD sonuçları bütün numunelerde baskın fazın Bi-2212 olduğunu ve  $\text{Bi}_4\text{Sr}_4\text{CaCu}_3\text{O}_4$  ve  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  gibi safsızlık fazlarının oluştuğunu belirterek oluşan safsızlık fazlarının normal durumdan süperiletken faza geçiş aralığını artırmada etkin rol oynadığını açıklamıştır. Artan bekleme süreleri kristal kafes parametrelerinin değerini artırarak, en yüksek değerlerin 2.5 saat sinterleme uygulanan örnekte elde edildiğini belirtmiştir. Artan bekleme süresinin etkisi manyetik histeresiz eğrilerine yansiyarak en geniş histeresiz eğriler 2.5 saat sinterleme uygulanan örnekte görülmüştür.  $T_c^{\text{onset}}$  ve  $T_c^{\text{offset}}$  değerlerinden bütün örneklerin dirençli bir geçiş sergilediğini gözlemleyerek bu durumu oluşan safsızlık fazlarıyla açıklamıştır. Daha önceki çalışmalarda ek sinterleme uygulanmamış örnekte 0.15 T ve 10 K sıcaklıkta ölçülen  $13.42 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  kritik akım yoğunluğu değerini,  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  de 2.5 saatlik sinterleme işlemi uygulayarak 0.15 T ve 15 K sıcaklıkta  $16.58 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  olarak artırmıştır (Özkurt,2020:11448-11456).

## BÖLÜM 4

### MATERYAL VE METOT

Literatürdeki çalışmalar, bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin üretim sürecinde kullanılan tekniğin malzemenin fiziksel özellikleri üzerinde etkili olduğunu açıkça göstermektedir. Bu sebeple süperiletken malzeme hazırlamak için çok farklı üretim teknikleri kullanılır. Aynı stokimetriye sahip fakat farklı üretim tekniğiyle üretilen malzemelerde birbirinden farklı analiz sonuçları görmek mümkündür. Yaygın olarak kullanılan bazı üretim yöntemleri arasında katı hal tepkime yöntemi, sol-jel yöntemi, eriyik döküm yöntemi, polimer matrix yöntemi gibi farklı üretim yöntemleri sıralanabilir. Farklı teknikler kullanılmasındaki temel amaç, daha homojen ve düzenli yönelmiş taneler elde ederek süperiletken özelliklerin geliştirilmesini sağlamaktır.

Malzeme hazırlama süreci esnasında tercih edilen üretim tekniğine dayalı olarak yapısal kusurlar, yüksek miktarda oluşan safsızlık fazları gibi sebeplerden dolayı malzeme içerisinde kristalleşme kusursuz bir şekilde gerçekleşmez. Kristalleşmenin tam olarak gerçekleşmediği durumlarda malzeme iç yapısında aynı yapıya sahip fakat farklı yönelimi olan kristal kümeleri görülebilir. Malzeme yapısındaki yüksek miktardaki safsızlık fazlarının varlığı, gelişigüzel şekilde yönelmiş tanelerin oluşturduğu yüksek açılı tane sınırları, örgü kusurları gibi yapısal bozukluklar bizmut tabanlı süperiletken malzemelerin fiziksel, manyetik ve mekanik özelliklerini de önemli derecede etkilemektedir.

Yapılan çalışmalardan; Na, K, Li gibi toprak alkali metallerin yapı içerisine eklenmesi/katkılanması veya bu elementlerin ikili veya üçlü kombinasyonları ile yapılan ekleme/katkılama işlemlerinin tane boyutlarını arttırarak oluşan tane sınırı sayısını azalttığı bilinmektedir (Janz and Lorenz,1961:321-323; Bilgili vd.,2008:439-449; Özkurt, 2013a:2426-2431; Özçelik vd.,2015:441-447; Zhang,2015:045014; Özkurt,2017:8857-8863; Özkurt,2021:1059-1066). Özellikle katı hal tepkime yöntemiyle üretilen Bi-2212 süperiletken sistemlerde artan tane boyutu ve azalan tane sınırına rağmen yüksek anizotropiden kaynaklı tanelerin gelişigüzel yönelimi,  $J_c$  değerlerini düşürmektedir. Katı hal tepkime yöntemiyle üretilen örneklerdeki bu olumsuz durumu engellemek için farklı tabakalı (texture) yapı oluşturma teknikleri kullanılarak daha düzgün tane yönelimini sağlamak mümkün olur. Bu tekstüre tekniklerine örnek olarak, lazer yüzer bölge (LFZ Laser Floating Zone), elektrik destekli lazer yüzer bölge (EALFZ Electrically Assisted Laser Floating Zone) gibi teknikler ve tez çalışmamıza konu olan *sıcak presleme* tekniği

gösterilebilir (De la Fuente vd.,1993:201-204; Calliard vd.,2000:101-111; Costa vd.,2013:943-946).

Bu tekniklerde uygulanan presleme basıncı, sinterleme sıcaklığı, tane büyütme hızı gibi üretim parametrelerindeki değişikliklerin de malzemelerin süperiletken özellikleri üzerinde etkili olduğu literatürden bilinmektedir (Özkurt vd.,2013b:3344-3351; Özçelik vd.,2013:873-878; Abdulridha vd.,2020:106967). Bu bölümde malzemelere uygulanan sıcak presleme tekniği ve malzeme hazırlama sürecinde kullanılan katı hal tepkime yöntemi detaylı olarak anlatılmıştır. Ayrıca malzemelerin elektriksel ve manyetik özelliklerini karakterize etmede kullanılan ölçüm teknikleri de bu bölümde anlatılmıştır.

#### **4.1. Malzeme Hazırlama Yöntemleri**

##### **4.1.1. Katı Hal Tepkime Yöntemi**

Yüksek sıcaklık süper iletkenlerin tamamına uygulanabilen katı hal tepkime yöntemi, diğer üretim tekniklerine kıyasla üretim süreçlerinin daha basit ve düşük maliyetli oluşundan dolayı araştırma grupları tarafından en yaygın kullanılan malzeme üretim tekniğidir. Bu yöntemde malzemeler hazırlanırken oksit, nitrat ve karbonat gibi başlangıç maddeleri kullanılır. Başlangıç malzemelerinin saflık derecesi üretilen malzemenin homojenliği ve safsızlık faz miktarı üzerinde son derece etkilidir.

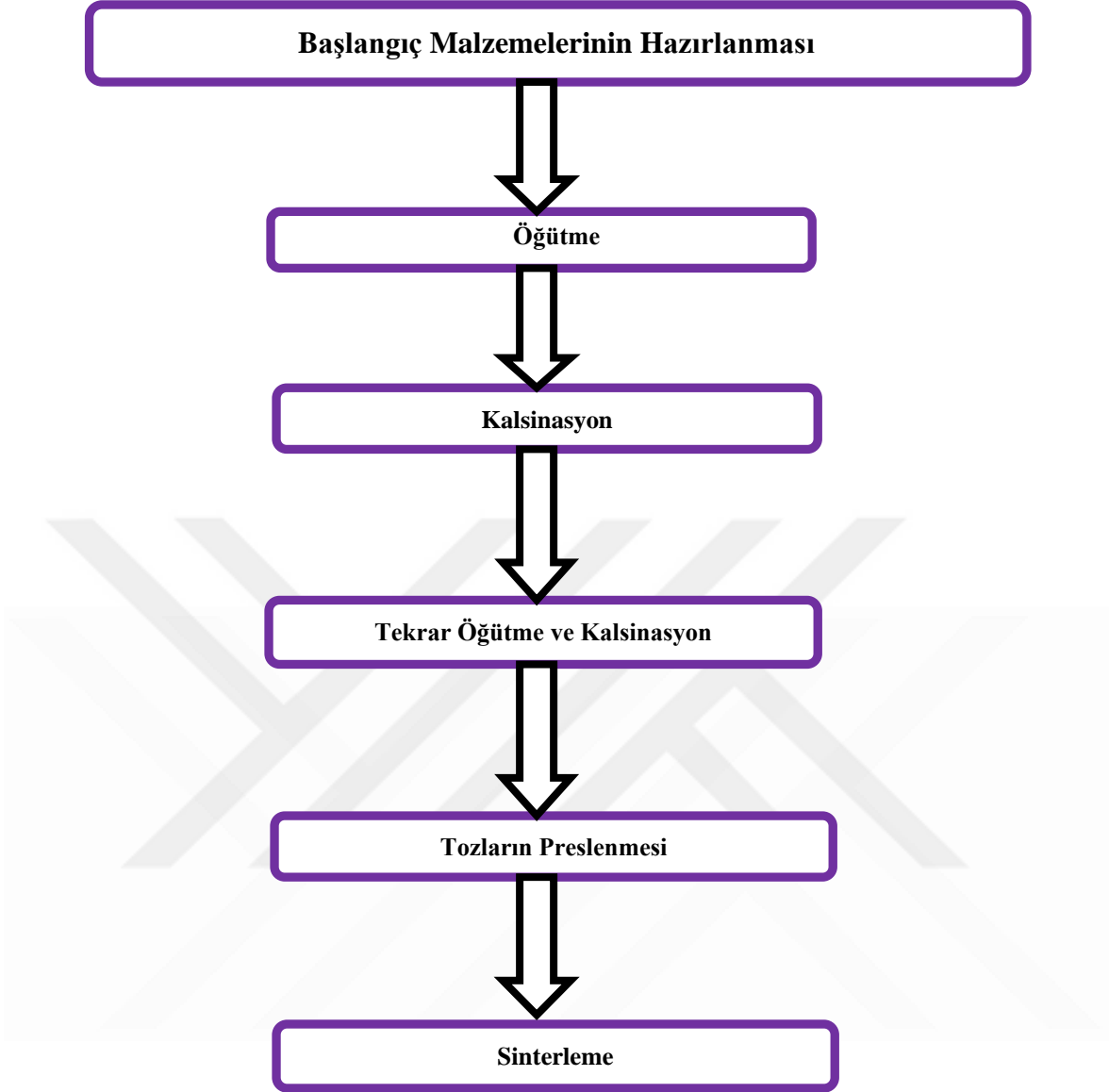
Bu yöntemde ilk aşama olarak malzeme stokiyometrisi ve redox eşitliği kullanılarak bileşiği oluşturacak madde miktarları hesaplanır. Homojen bir bileşik ve daha ince tozlar elde etmek amacıyla hassas terazide tartılan tozlar agat havan veya bilyalı öğütücü yardımıyla öğütülür. Öğütme işleminde sertlik derecesi ve aşınma direnci yüksek malzemelerden üretilmiş aletler kullanılarak bileşik içerisine istenmeyen madde karışmasının önüne geçilmiş olur. Öğütme sürecinde bileşik içerisine sürtünmeden kaynaklı yabancı madde karışmasını önlemek için kullanılan agat havanlar, sertlik değeri ve aşınma direnci yüksek akik taşından üretilir. Bilyalı öğütücü sistemlerde ise bilya malzemesi olarak sertleştirilmiş çelik, paslanmaz çelik, tungsten karbür, akik, sinterlenmiş alüminyum oksit, silikon nitrid, zirkonyum oksit gibi aşınma direnci yüksek malzemelerden üretilmiş bilyeler kullanılır. Öğütme işlemi sonrası ilk ısıtma işlemi aşaması olan kalsinasyon adımına geçilir.

Kalsinasyon işleminde tozlar alümina potaya alınarak bu tozlara kül fırınında belirli bir süre malzemenin ergime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta ısıtma işlemi uygulanır. Kalsinasyon süresi ve sıcaklık değeri süperiletken malzemelerin türüne göre belirlenir.

Kalsinasyon işleminin amacı bileşik içerisindeki oksit, karbondioksit, su gibi yabancı maddelerin bileşikten uzaklaştırılmasını sağlamaktır. Kalsinasyon işlemi sırasında süperiletken tozların katıldığı kap doğru seçilmelidir. Yüksek sıcaklık etkisiyle tozların katıldığı kap ve süperiletken bileşik arasında kimyasal reaksiyon sonucu oluşacak sızmalar, süperiletken malzemenin özellikleri üzerinde olumsuz etkiler meydana getirir. Sızıntıların önüne geçmek için genellikle ergime sıcaklığı ve kimyasal direnci yüksek olan alümina potalar ( $Al_2O_3$ ) kullanılır. Fırından alınan tozlar bir kez daha öğütülerek (ara öğütme) kalsinasyon işlemi tekrar uygulanır. Ara öğütme işlemi birkaç kez tekrar edilebilir. Sinterleme işlemine geçilmeden önce süperiletken taneler arası bağları güçlendirmek ve toz haldeki malzemeye form vermek için tozlar özel üretilmiş kalıplara alınıp 4-6 ton basınç uygulanarak preslenir.

Katı hal tepkime yönteminin son basamağı olan sinterleme işleminde tabletler, tozların ergime sıcaklığının altında (ergime sıcaklığının yaklaşık 2/3'ü) bir sıcaklıkta belirli bir süre ısı işlem görür. Sinterleme işleminde yüksek sıcaklığın etkisiyle tozların yüzey alanının küçülerek tane temas noktalarının artması ve gözenek hacminin küçülmesi beklenir (Öztürk,2017:13; Afşar,2022:16). Sinterleme işlemiyle malzemede istenilen düzeyde süperiletken faz elde etmek, bileşiği oluşturan atomlar arası bağları güçlendirmek, yapısal kusurların giderilmesini sağlamak ve kritik geçiş sıcaklık değerini yükseltmek hedeflenir. Uygulanacak sinterleme sıcaklığı ve süresi süperiletken türüne göre değişiklik gösterir. BSCCO sistem için sinterleme sıcaklığı 750-850 °C arasındadır. Sinterleme işlemi tamamlandıktan sonra peletlerin ani olarak soğutulması malzeme iç yapısında gerilme ve zorlanmalara yol açar. Bu durumun önüne geçmek için fırın yavaş bir şekilde kademeli (rampalı) olarak soğutulmalıdır (5°C/dak). Katı hal tepkime yönteminde kullanılan üretim parametrelerinin değerleri, süperiletken malzemenin türüne göre değişiklik gösterir. Şekil 4.1'de katı hal tepkime yönteminin üretim aşamaları görülmektedir.

## KATI HAL TEPKİME YÖNTEMİ

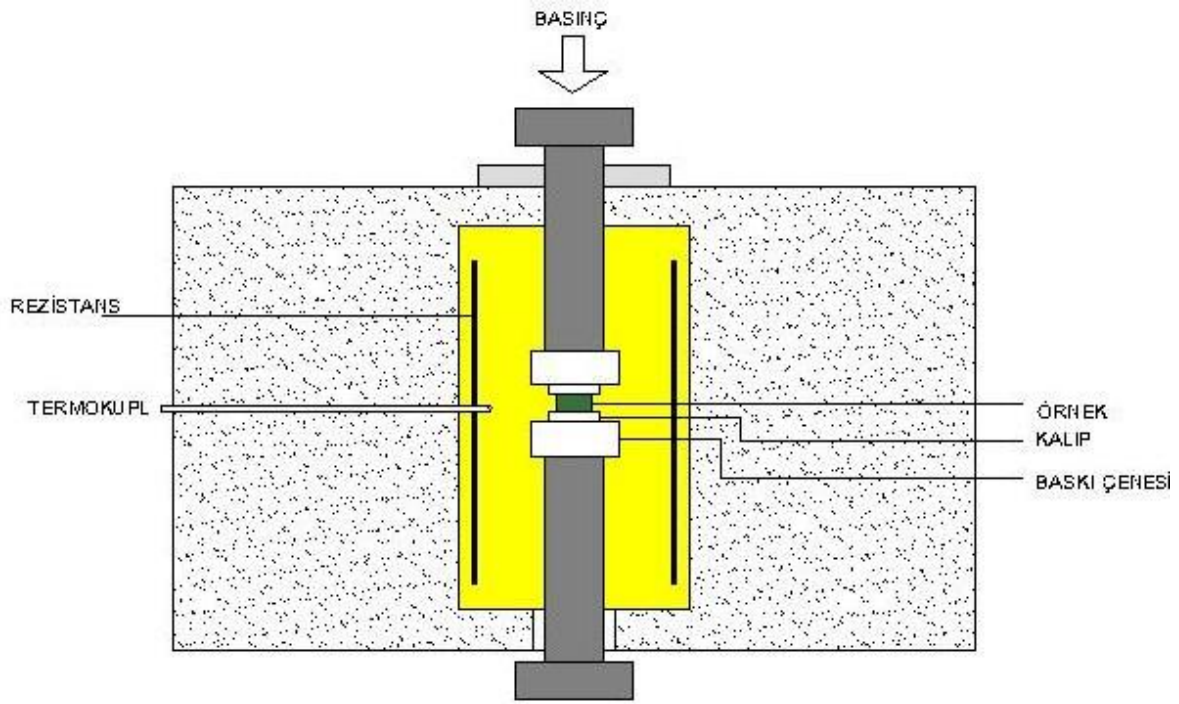


Şekil 4.1. Katı Hal Tepkime Yöntemi Üretim Aşamaları

**Kaynak:** Ersin,2015:35.

### 4.1.2. Sıcak Presleme Yöntemi

Sıcak presleme yöntemi, malzemelerin üretilme aşamasında sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulanarak malzemede daha düzgün kristalleşmenin (tekstüre) sağlandığı önemli bir tekniktir. Bu teknikle biri hareketli diğeri sabit (tek eksen presleme) veya ikisi de hareketli (çift eksen presleme) basma çeneleri arasında malzemenin istenilen sıcaklık ve basınç değerinde sinterlenmesi gerçekleştirilir. Şekil 4.2’de sıcak pres tezgahının şematik olarak gösterimi verilmiştir.



**Şekil 4.2.** Sıcak Pres Tezgahı Şematik Gösterimi

Sıcak pres tezgahları genel anlamda üç ana kısımdan oluşmaktadır. Bu kısımlardan ilki malzemenin ısıtılma işleminin gerçekleştiği fırın ünitesidir. Fırın ünitesi yüksek ısıya dayanıklı (seramik elyaf plaka, kalsiyum slika vb.) malzemelerden üretilir. Fırın içerisinde yüksek ısının oluşturulması için özel olarak üretilmiş yüksek ısıya dayanıklı nikel oranı yüksek rezistans telleri (kanthal A1) tercih edilir. Fırın içerisindeki sıcaklık ölçümü için yüksek ölçüm hassasiyetine sahip K tipi thermocoupullar kullanılır. Fırın içerisindeki sıcaklığın istenilen değere getirilmesinde ve bu sıcaklık değerinin stabilliğinin sağlanmasında sıcaklık kontrol ünitelerinden faydalanılır. Fırının ani bir şekilde istenilen sıcaklık değerine çıkması veya içerisindeki malzemenin aniden soğuması, malzeme iç yapısında termal çarpımalara sebebiyet verebileceği için sıcaklık kontrol üniteleri rampalı ısıtma ve soğutma yapabilecek şekilde dizayn edilmiştir.

Sıcak pres tezgahının ikinci ana kısmı ise hidrolik güç ünitesidir. Bu kısım hidrolik motor, hidrolik pompa, hidrolik tank, yön kontrol valfleri gibi hidrolik elemanları barındıran ve malzemelere basınç uygulayan basma çenelerine hidrolik gücü sağlayan kısımdır. Sıcaklığın etkisiyle malzemede meydana gelen genleşmeler basma çeneleri arasındaki basınç değerinin düşmesine sebebiyet verir. Bu durumun önüne geçmek için hidrolik sisteme bağlı olan akümülatör sistemleri, anlık basınç kayıplarını tolere ederek basınç kayıplarının

önüne geçilmesini sağlayarak malzemelerin stabil basınç altında preslenmesine olanak sağlar.

Üçüncü ana kısım ise basma çeneleri ve hidrolik silindir arasındaki ısı geçişini engelleyen seperatörlere soğutucu akışkan pompalayan soğutucu ünite kısmıdır. Bu ünitenin temel amacı, fırın içerisinde yüksek ısı altında çalışan basma çenelerinin sahip oldukları ısıyı iletim yoluyla bağlı buldukları hidrolik silindire iletmelerini engellemektir. Soğutma sistemi olmayan bir sıcak pres tezgahında hidrolik silindirlerde kısa süre içerisinde deformasyonlar oluşarak iş görmez hale gelirler. Soğutucu sistem, tank içerisindeki devir daim pompası yardımıyla basma çeneleri ve hidrolik silindir arasındaki seperatörlere soğutucu akışkan pompalayarak seperatörlerin ısı kalkını gibi davranmasını sağlarlar.

## 4.2. Örneklerin Hazırlanması

### 4.2.1. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ Bileşiklerin Katı Hal Tepkime Yöntemi Kullanılarak Sıcak Pres İşlemine Hazırlanması

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  kompozisyonundaki süperiletkenleri hazırlamak için yüksek saflıktaki  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99%),  $\text{SrCO}_3$  (PanReac, 98 + %),  $\text{CaCO}_3$  (Aldrich, 99.9%),  $\text{CuO}$  (Aldrich, 99.99%) ve  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Aldrich, 99%) öncü tozlar stokiyometriye uygun olarak her biri 10 gr 3 tablet elde edilecek miktarlarda 0.001 hassasiyetindeki dijital terazi ile tartılmıştır. Şekil 4.3'te kullanılan hassas dijital terazi görülmektedir.



Şekil 4.3. Dijital Hassas Terazi

Tartılan tozlar agat havan içerisinde alınarak karıştırıldı. Elde edilen toz örnekler Şekil 4.4'te görülmektedir. Karıştırılan tozların homojenliğini artırmak ve tane boyutunu azaltmak amacıyla "Fritsch" marka bilyeli öğütücüde 300 rpm'de yarım saat süreyle öğütüldü.



**Şekil 4.4.** Elde Edilen Tozlar

Tozların homojenliğini artırmak için kullanılan Fritsch Marka bilyeli öğütücü Şekil 4.5'te görülmektedir.



**Şekil 4.5.** Bilyalı Öğütücü

Öğütülen tozlar özel olarak üretilmiş 48HRC sertlikteki çelik kalıplara alınarak tek eksenli soğuk pres tezgahında oda sıcaklığında 375 MPa basınç uygulanarak 1,3 cm çapında tabletler haline getirildi. Örneklerin soğuk preslenmesinde kullanılan masaüstü pres tezgahı Şekil 4.6'da görülmektedir. Tablet haline getirilen tozlar, kalıptan çıkarılıp kalsinasyon işlemi için 'Protherm' marka laboratuvar fırınına katıldı. Fırın dak\5°C hızla 750 °C sıcaklığa çıkarılarak tabletler bu sıcaklıkta 12 saat bekletildi.



**Şekil 4.6.** Kollu Pres Tezgahı

Sıcak presleme işlemine geçmeden önce süperiletken faz oluşumunu başlatmak için buraya kadar olan öğütme, presleme işlemleri iki kez tekrar edilerek her işlem sonrası 820 °C sıcaklıkta 24 saat kalsinasyon işlemi uygulandı. Örneklerin hazırlanmasında kullanılan Protherm marka kül fırını Şekil 4.7’de görülmektedir.



**Şekil 4.7.** Protherm Marka Kül Fırını

Sıcak presleme işleminin  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  numuneleri üzerindeki etkisini belirlemek için katı hal tepkime yöntemindeki işlemler, daha önceki makalelerdeki prosedür izlenerek gerçekleştirildi (Özkurt,2013a:2427; Kır,2016:81; Çalış,2016:2671). Şekil 4.8’de katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan örneklere uygulanan işlem sırası görülmektedir.



**Şekil 4.8.** Katı Hal Tepkime Yöntemi İşlem Sırası

#### 4.2.2. $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_{1.75}Na_{0.25}O_y$ Tabletlere Sıcak Pres İşleminin Uygulanması

Katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan  $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_{1.75}Na_{0.25}O_y$  tabletler sıcak pres işleminden önce agat havan içerisinde alınarak toz hale getirildi. Toz hale getirilen örnekler özel kalıplara alınarak oda sıcaklığında 250 MPa basınç uygulanarak tablet haline getirildi. Örneklere uygulanan sıcak pres işlemi Thermolab marka tek eksen sıcak pres tezgahında gerçekleştirildi.

Örneklerin yüzeyleri yüksek sıcaklıkta oksitlenmeyi önlemek amacıyla sıcak pres işlemi öncesi özel bir sprey kullanılarak temas yüzeyleri boyandı. Yüksek sıcaklık ve basıncın etkisiyle tezgah basma çeneleri ve malzeme yüzeyi arasındaki yapışmaları önlemek için örnekler ince gümüş folyo ile kaplandı.

A, B ve C olarak adlandırılan örnekleri için sırasıyla uygulanan presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığı 22 MPa, 750 °C; 33 MPa 750 °C ve 22 MPa, 800 °C dir. Bu değerler her bir örnek için tezgah kontrol ünitesinden presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığı değerleri ayarlanarak uygulanmıştır. Örneklere sıcak pres işleminin uygulandığı Thermolab marka tek eksen sıcak pres tezgahı Şekil 4.9’da görülmektedir.



**Şekil 4.9.** Thermolab Marka Sıcak Pres Tezgahı

Örneklere uygulanan sıcak presleme işleminin uygulama sırası ve numunelere uygulanan üretim parametresi değerleri Şekil 4.10’da görülmektedir.



**Şekil 4.10.** Sıcak Presleme İşlem Sıralaması

Tek eksenli sıcak pres tezgahında 12 saat süreyle sıcak pres işlemi uygulanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  süperileken malzeme Şekil 4.11’de görülmektedir.



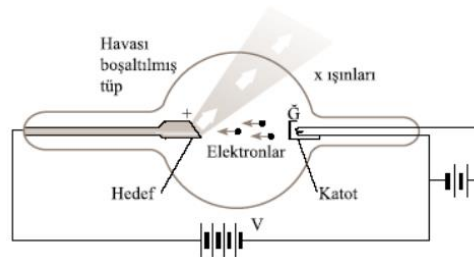
**Şekil 4.11.** Sıcak Pres Uygulanmış Örnek

### 4.3 Deneysel Ölçümler

Katı hal tepkime yöntemi kullanılarak üretilen örnekler sıcak presleme tekniği uygulamanın elektriksel ve manyetik özellikler üzerindeki etkisi XRD, SEM, M-H, R-T ve kritik akım yoğunluğu hesaplamaları yapılarak araştırıldı. Bu kısımda araştırmada kullanılan ölçüm yöntemleri detaylı olarak anlatılmaktadır.

#### 4.3.1. X- Işını Toz Kırınım Analizleri

X- ışınları toz kırınım tekniği, numune malzemeye tahribat vermeden malzeme kristal yapısının incelenmesinde yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. X- ışını kırınım tekniği malzemenin içerdiği fazların belirlenmesi, birim hücre boyutu ve atom düzlemleri arasındaki boşluğu hesaplamada kullanılır. XRD cihazlarda dalga boyu sabit X ışınları kullanılır. X ışınlarının oluşturulmasında ışın kaynağı olarak X-ışını tüplerinden faydalanılır. Şekil 4.12'de X ışını oluşturan tüpün şematik resmi görülmektedir.



**Şekil 4.12.** X-Işını Tüpü

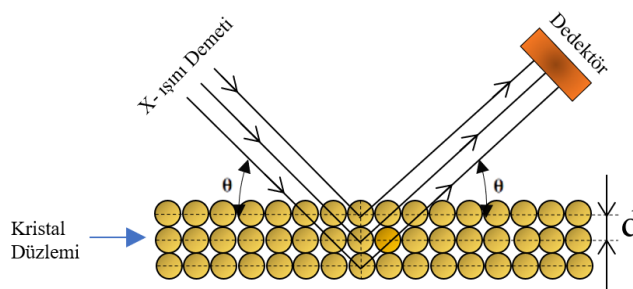
**Kaynak:** Ulu ve Polatöz,2008:145.

X ışınlarını elde etmek için elektrik akımı ile ısıtılan tungsten flamandan yayılan elektronlar, elektromanyetik alan içerisinde hızlandırılır. Yüksek enerjili hızlandırılmış elektron demeti, bakır gibi anot bir yüzeye çarptığında elektronlar anotun elektron kabuklarına girer. Elektron demeti çekirdeğe yakın bir elektrona çarparak elektronu yerinden çıkarırsa bu boşluğu daha yüksek enerjili bir elektron doldurur ve bu enerji farkından kaynaklı X ışını fotonu yayılır. Oluşan X ışınları Berilyum pencereden geçerek belirli bir açı ile döndürülen malzemenin kristal düzlemine çarparak saçılır.

X ışını kırınımı en basit ifadeyle kristal düzlemine gönderilen X ışınlarının atom düzlemlerine çarparak yansımaları olayıdır (Şişman,2006:113). Saçılım esnasında belli yönlere ışınlardan bazıları birbirlerini sıfırlarken (yıkıcı girişim) bazı ışınlar birbirini kuvvetlendirerek yapıcı girişim (difraksiyon) meydana getirirler. Difraksiyon oluşumu sadece Bragg denklemini sağlayan geliş açılarında oluşmaktadır. Bragg denklemi:

$$n * \lambda = 2 * d * \sin\theta \quad (4.1)$$

şeklinde ifade edilir. Denklemdaki “n” yansıma mertebesini, “λ” x-ışını dalga boyunu, “d” düzlemler arası mesafeyi, “θ” düzleme gelen ve düzlemden yansıyan açıyla düzlem arasındaki açıyı ifade eder. Şekil 4.13’te kristal düzlem yüzeyine θ açısıyla gelen X1 ve X2 ışınlarının difraksiyona uğrayarak yaptıkları Y1 ve Y2 saçılım ışınları görülmektedir. Yansıyan ışınlar arasındaki açıya difraksiyon açısı denilir ve deneylerde θ yerine 2θ olarak ölçülür.



**Şekil 4.13.** Bragg Yasası

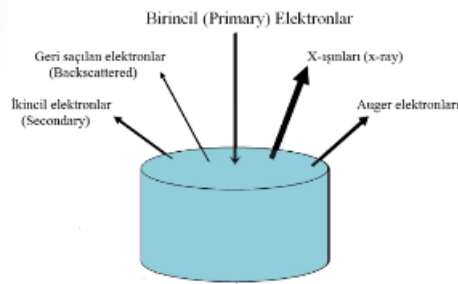
Süperiletken özellikleri araştırılacak örneklerin kristal kafes yapısını, safsızlık fazlarını ve Bi-2212 pik şiddetini belirlemede Panalytical marka XRD cihazı kullanılmıştır. Örnek ölçümlerinde 3°/dak tarama hızı ve  $2\theta = 3^\circ - 60^\circ$  aralığı seçilmiştir. Şekil 4.14’te ölçümlerde kullanılan XRD cihazı görülmektedir.



**Şekil 4.14.** Panalytical Marka XRD Cihazı

#### 4.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri (SEM)

SEM’de görüntüleme işlemi hızlandırılmış elektronlar yardımıyla gerçekleştirilir. Farklı türde elektron tabancaları ile (Tungsten, Lantanyum Hegzaborat, Field Emission) üretilen elektronlar, anot-katot sisteminde uygulanan voltaj farkı ile hızlandırılır. Hızlandırılmış elektronlar elektromanyetik mercekler yardımıyla numune yüzeyine odaklanarak malzeme atomları ile elastik ve inelastik etkileşime girerler. Elektron yüzeyine çarpan elektronlar sonucu meydana gelen etkileşim Şekil 4.15’te görülmektedir.



**Şekil 4.15.** Malzeme Yüzeyine Çarpan Elektron Etkileşimi

**Kaynak:** Karaduman,2017:27.

Oluşan bu etkileşim sonucu saçılan elektron ve X-ışınları farklı türde dedektörler tarafından algılanır. Algılanan elektron ve x-ışınları sinyal güçlendiricilerden geçerek tarama bobinleri (scan coils) yardımıyla örnek yüzeyinde tarama işlemi gerçekleştirilir. Tarama işlemi sonucu elde edilen görüntüler bilgisayar yazılımlarıyla senkronize edilerek monitöre üç boyutlu görüntü aktarılır (Karaduman,2017:18). SEM’de ayırma gücü (resolution) alan

derinliđi (depth of field) ve çözünürlük oranı optik mikroskoplara oranla daha yüksektir. SEM'in bu özellikleri cam seramik süperiletken malzemelerdeki kristallerin çekirdeklenmesi safhasında oluşan birçođu 1 $\mu$  hatta bazıları birkaç yüz angstron boyutunda olan taneciklerin görüntülenmesine olanak sağlar. Şekil 4.16'da örneklerin SEM görüntülerinin alındığı Zeiss marka SEM cihazı görölmektedir.



Şekil 4.16. Zeiss Marka SEM Cihazı

SEM'de iletken ve kaplama yapılmış yalıtkan malzemeler incelenebilir. Yalıtkan malzeme yüzeyinden görüntü alma işlemi için malzemelere belirli bir protokole göre kaplama işlemi (sputter coater) uygulanır. Kaplama cihazlarında örnekler altın, altın-paladyum ve karbon gibi kaplama malzemeleri ile istenilen kalınlıkta kaplanır.

### 4.3.3. Manyetik Alana Bağlı Manyetizasyon Ölçümleri (M-H)

Malzemelerin manyetik davranışları, manyetik momente sahip atomların birbirleri ile nasıl etkileştiđi ve dışardan uygulanan manyetik alana karşı nasıl bir tepki verdikleriyle açıklanır. Malzemelerin sahip olduđu manyetik momentleri, çiftlenmemiş elektronların yörüngesel açısai momentumları ve spin açısai momentumlarından kaynaklanmaktadır. Bilindiđi üzere çiftlenmemiş elektronlara sahip malzemeler dışardan uygulanan manyetik

alana karşı tepki gösterirler. Bu tepki her malzemenin atomik yapısına bağlı olarak farklı manyetik özellikler sergilemesine sebep olur.

Diyamanyetik özellik sergileyen süperiletken malzemelerde her bir atomun manyetik moment yönü diğer atomlardan bağımsızdır ve manyetik alan olmadığında toplam manyetik momentleri sıfırdır. Bu malzemelere dış manyetik alan uygulandığında ise dış alana ters yönde bir manyetik moment oluştururlar. Malzemelerin dış manyetik alana karşı göstermiş oldukları tepki duyarlılıkla ilişkilidir ve bu duruma malzemenin uygunluğu denilmektedir. Magnetizasyonun uygulanan manyetik alana oranı  $dM/dH$  malzemenin uygunluğunun bir ölçüsüdür. Histeresiz eğrileri süperiletken malzemelerin diamanetik davranışlarının belirlenmesi için önemli bir grafikdir. M-H sonuçlarından elde edilen verilerle çizilen histeresiz eğrilerinin altında kalan alan süperiletken özelliğin bozulması için verilmesi gereken enerji miktarını ifade eder. Bu eğrilerin genişliğine bakılarak süperiletken özellikler hakkında yorumlar yapılabilir. Manyetik Histeresis sonuçlarından elde edilen verilere göre örneklerin  $J_c$  değerleri Bean's modeli kullanılarak hesaplanmıştır.

#### **4.3.4. Elektriksel Özdirenç Analizleri (R-T)**

Süperiletken malzemelerin spesifik özelliği olan sıfır direnç durumunu belirlemede yaygın olarak sıcaklığın bir fonksiyonu olan özdirenç ölçümü kullanılır. Bu ölçümlerden elde edilen sonuçlar ile numunelerin kritik geçiş sıcaklığı değerleri ( $T_c^{onset}$ ,  $T_c^{mid}$ ,  $T_c^{offset}$ ) belirlenir (Arebat,2018:4). Elde edilen sonuçlar, süperiletken malzemelerin homojenliği ve taneler arası bağların gelişimi hakkında önemli bilgilere ulaşmamızı sağlar. Örneklerin R-T analizlerinde yaygın olarak fiziksel özellikler ölçüm cihazı ve dört nokta kontakt yöntemi kullanılır. Bu çalışmada malzemelerin R-T grafiklerinin elde edilmesinde PPMS (Physical Properteis Meauserement System) cihazı kullanılmıştır. Bu cihazda ölçüm yapabilmek için örnekler cihazın malzeme tutucu haznesine bağlanabilecek boyutta uygun olarak kesilir. Kesilen numuneler ölçüm yapılacak aparata yerleştirilerek bağlantılar gümüş pasta kullanılarak yapılır. Bağlantı hatalarını en aza indirmek için bağlantı noktalarının aynı hizada ve eşit mesafede olmasına dikkat edilir (Aşıkuzun,2010:46).

Örneklerin R-T analizlerinde Çukurova Üniversitesi Merkez Laboratuvarında bulunan 1.85-400 K sıcaklık aralığı ve 9 T manyetik alan uygulayabilen Quantum Design Dyno Coll PPMS cihazı kullanılarak yapılmıştır. Ölçümlerde kullanılan cihaz Şekil 4.17’de görülmektedir.



Şekil 4.17. Quantum Design Dyno Coll PPMS Cihazı

## BÖLÜM 5

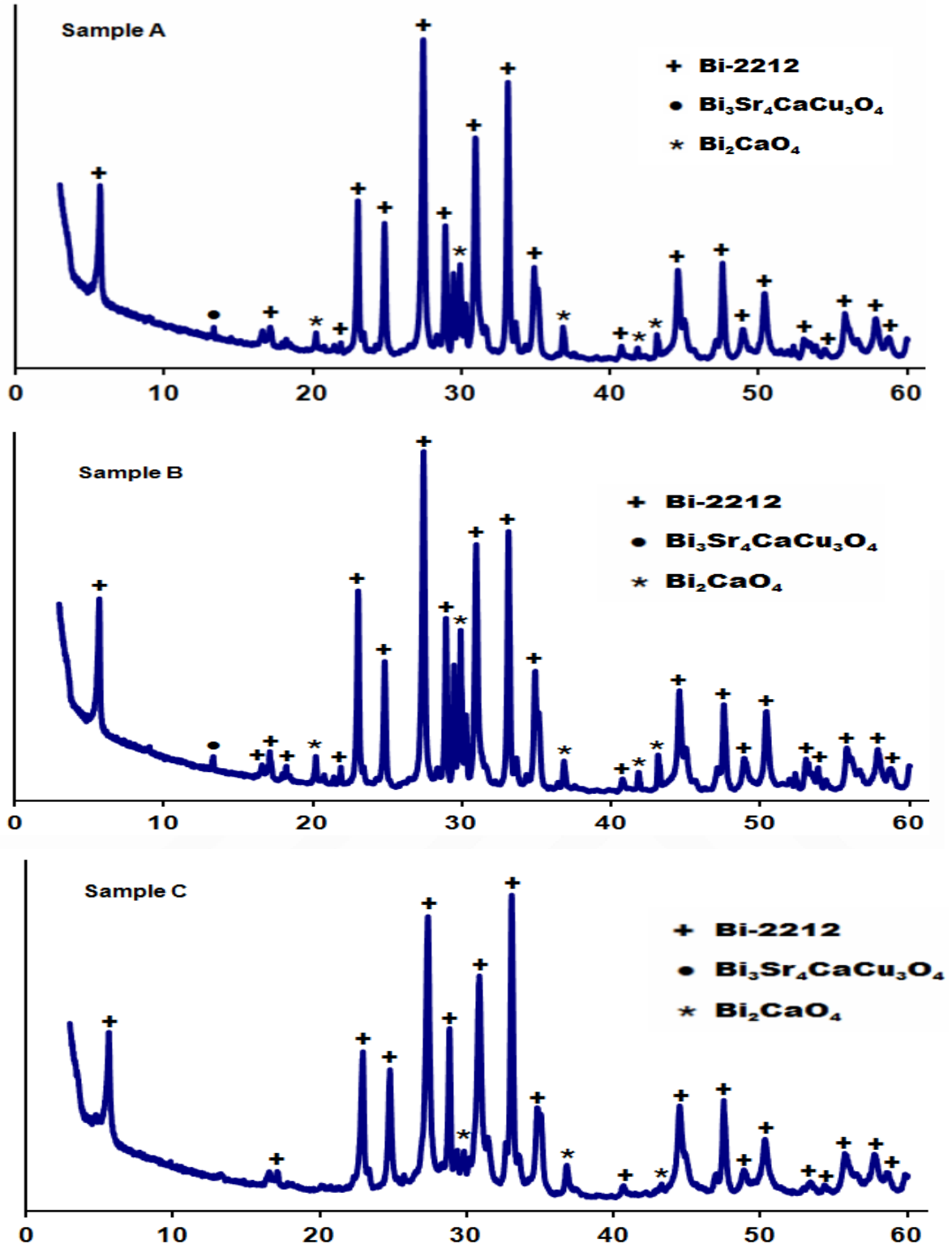
### BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında katı hal tepkime yöntemi kullanılarak hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  süper iletken örnekler farklı sıcaklık ve basınç değerlerinde sıcak presleme tekniği uygulamanın yapısal ve fiziksel özellikler üzerindeki etkisi X-ışını toz kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), özdirenç sıcaklık (R-T) ve manyetik-histerezis (M-H) ölçümleri ve kritik akım yoğunluğu hesaplamalarından elde edilen sonuçlar yardımıyla değerlendirilmiştir.

#### 5.1. X-ışını Kırınım (XRD) Ölçüm Sonuçları

Farklı sıcaklık ve basınç altında sıcak pres tekniği uygulanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  kompozisyonundaki tüm örneklerin X ışınları kırınım desenleri Şekil 5.1’de gösterilmektedir. X ışını kırınım deseni sonuçlarında tüm örneklerde Bi-2212 fazının karakteristik pikleri  $2\theta \approx 5.7^\circ; 24.8^\circ; 29.1^\circ; 31.24^\circ$  ve  $45.04^\circ$  gibi noktalarda görülmektedir. Literatürden iyi bilinmektedir ki bu noktalarda pik şiddetinin keskin olması ve artış göstermesi iyi bir kristalleşmenin gerçekleştiğini yansıtır (Jiang,2006:3239-3242). XRD sonuçlarından tüm örneklerde baskın fazın + sembolüyle gösterilen Bi-2212 yüksek sıcaklık fazı olduğu anlaşılmaktadır.

En yüksek Bi-2212 faz yoğunluğu B örneğinde elde edilmiştir. Ayrıca tüm örneklerde az miktarda sırasıyla \* ve • sembolüyle temsil edilen  $\text{Bi}_{0.75}\text{Sr}_{1.25}\text{O}_3$  ve  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  gibi ikincil fazlar görülmektedir. İkincil fazlarla ilişkili olan tepe noktalarının sayısı A örneğinde diğer örnekler için gözlenen miktarlardan açıkça düşüktür. Yapı içerisine alkali element eklemesi yapılmasına rağmen örneklerde sodyum içeren safsızlık fazı görülmemesi, katkı elementin birim hücreler içerisine tamamen katıldığını gösterir. Tüm örneklerde az miktarda  $\text{Bi}_{0.75}\text{Sr}_{1.25}\text{O}_3$  ve  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  gibi iki farklı ikincil fazların oluşması sıcak presleme tekniğinde uygulanan basınç ve sıcaklık değerlerinin Bi-2212 faz oluşumu için yeterli olduğunu gösterir. Aynı stokometriye sahip fakat sıcak pres tekniği uygulanmadan katı hal tepkime yöntemiyle üretilen örneklerin XRD sonuçlarıyla sıcak pres tekniği uygulanan örneklerin XRD sonuçları karşılaştırıldığında sıcak pres tekniğinin Bi-2212 pik şiddeti ve yoğunluğunu arttırdığı görülmektedir (Özkurt,2013a:2427). Bu durum sıcak pres tekniğinin faz oluşumu üzerindeki olumlu etkisini kanıtlar niteliktedir.



Şekil 5.1. A, B, C Örneklerine Ait XRD Grafikleri

A, B ve C örneklerinin örgü parametreleri XRD verilerinden otomatik olarak hesaplanmıştır. Tablo 5.1’de tüm örneklerin a, b, c örgü parametreleri görülmektedir. Örgü parametreleri A, B ve C örnekleri için sırasıyla  $a = b = 3.825 \text{ \AA}$ ,  $c = 30.820 \text{ \AA}$ ;  $a = 5.402 \text{ \AA}$ ,

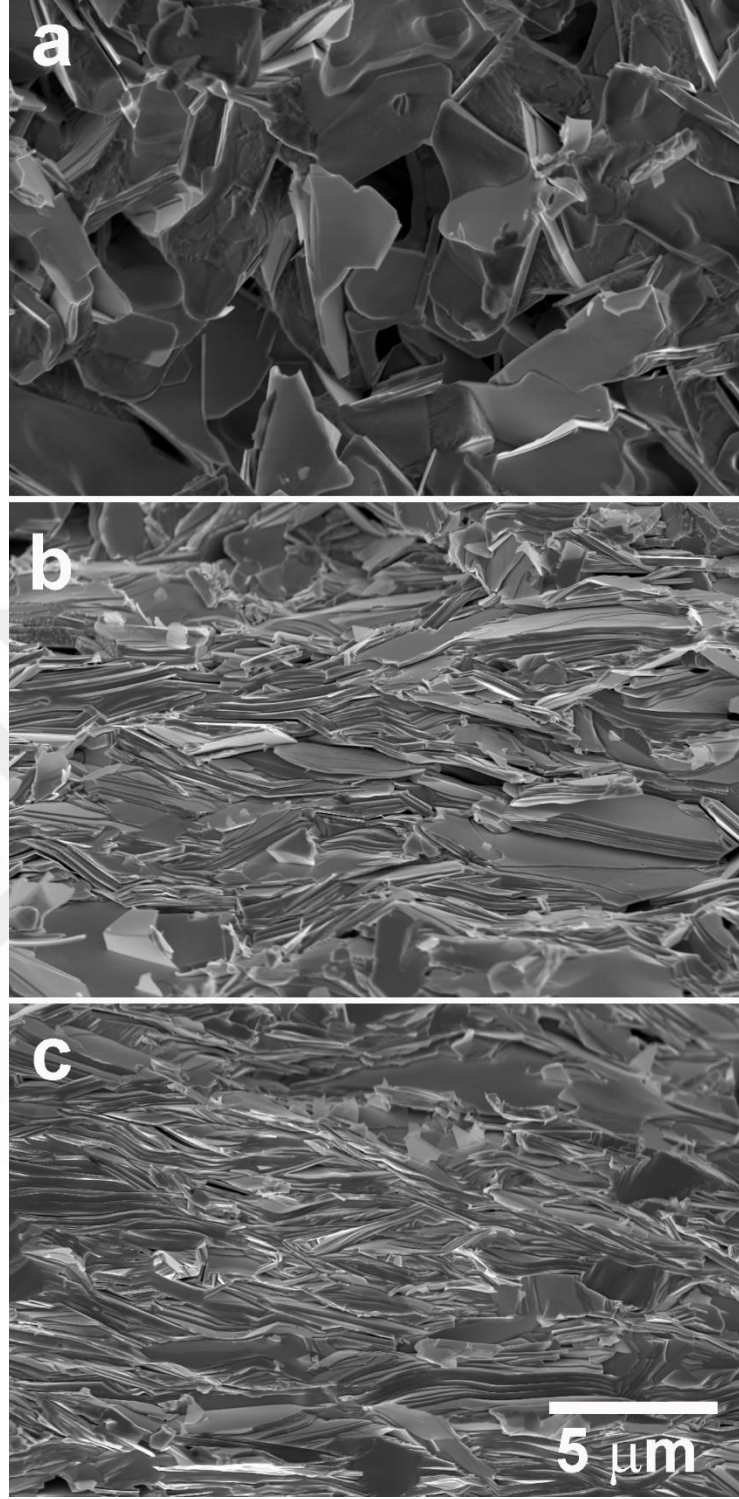
$b = 5.405 \text{ \AA}$ ,  $c = 30.715 \text{ \AA}$ ;  $a = b = 3.825 \text{ \AA}$ ,  $c = 30.820 \text{ \AA}$  olarak elde edilmiştir. Elde edilen verilere göre A ve C örnekleri tetragonal kristal simetriye sahipken B örneği orthorombik simetriye sahiptir. Örneklerin c değerleri daha önceki çalışmalarda elde edilen nötron kırınım deneyleri sonucu elde edilen verilerle uyum içerisinde (Ross vd.,2005:131). A, B ve C örneklerinde c örgü parametre değerinin yaklaşık olarak  $30.887 \text{ \AA}$  olması tüm örneklerde ideal Bi-2221 fazının elde edildiğini kanıtlar niteliktedir.

**Tablo 5.1.** A, B, C Örneklerine Ait Kristal Kafes Örgü Parametreleri

Örnek	a (Å)	b (Å)	c (Å)
A Örneği	3.825	3.825	30.820
B Örneği	5.402	5.405	30.715
C Örneği	3.825	3.825	30.820

## 5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçüm Sonuçları

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  kompozisyonundaki örneklere farklı sıcaklık ve basınç değerlerinde sıcak pres tekniği uygulamanın mikro yapı üzerindeki etkilerini belirlemek için SEM ölçümleri gerçekleştirildi. Örnekler için SEM görüntüleri Şekil 5.2’de görülmektedir. Literatürden iyi bilindiği gibi tanelerin yapısı ve dizilimi elektriksel özellikler üzerinde son derece etkilidir (Jiang vd.,1998:64). Süperiletken malzemelerin elektriksel özelliklerini etkileyen parametreler arasında tanelerin düzenli bir şekilde yönelimi, tane boyutu büyüklüğü, tane sınırı sayısı, taneler arası boşluk miktarı ve bu boşluklarda oluşan safsızlık fazı miktarı olarak sıralanabilir. Yüksek miktarda akım taşıma kapasitesine ulaşmak için tanelerin istenilen yönde ve düzgün bir şekilde yöneltilmesi gereklidir. Farklı yöntemlerle hazırlanan malzemelere tekstüre işlemi uygulanması düzensiz tane yönelimini daha düzgün hale getirerek süperiletken özelliklerin geliştirilmesini sağlar. Bu çalışmada katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan malzemelere sıcak pres tekniği uygulanarak düzensiz tane yöneliminin daha düzgün hale getirilerek süperiletken özelliklerin geliştirilmesi hedeflendi.



**Şekil 5.2.** A, B, C Örneklerine Ait SEM Görüntüleri

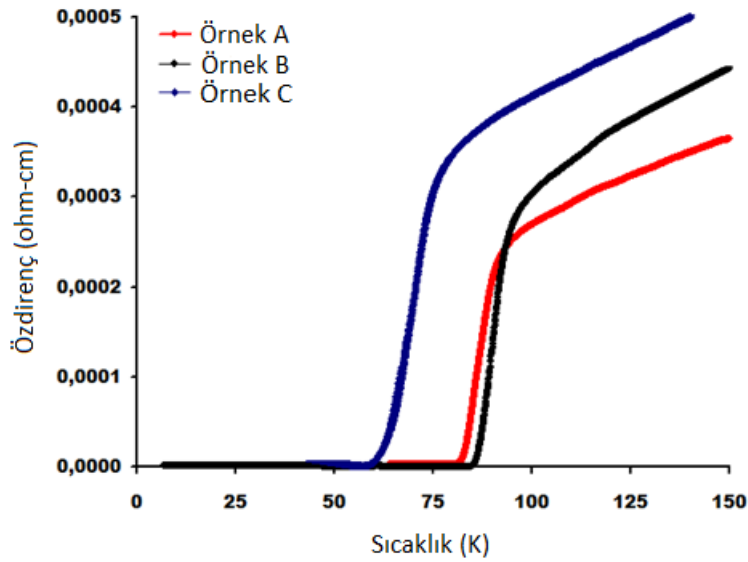
Bu sonuçlardan yola çıkarak sıcak pres tezgahında A örneğine uygulanan 750 °C sıcaklık ve 22 MPa'lık basıncın tane yönelimini daha düzgün hale getirmede ve numune yoğunluğunu artırmada yetersiz kalmıştır.

Hem B hem de C numuneleri, sıcak presleme işleminde uygulanan basınç yönüne dik olan ab düzlemleri için iyi tanecik hizalaması sergilemiştir. Ayrıca gözenek miktarı iki örnek için de oldukça düşüktür. Fakat B ve C numuneleri karşılaştırıldığında, en düzenli tane yönelimi ve düşük gözenekliliğin B örneğinde olduğu görülmektedir. Bu durum örneklerle ait XRD sonuçları ve SEM görüntüleriyle uyum içerisindedir.

Bütün örneklerde kolayca görülebileceği gibi, tane boyutları her durum için ab düzlemi boyunca 5  $\mu\text{m}$ 'yi aşarak Na'nın tane büyümesi üzerindeki etkisi ile ilgili önceki çalışmaların sonuçlarını doğrular niteliktedir (Özkurt,2013a:2428). Bütün örneklerde plaka benzeri tanelerin oluştuğu SEM görüntülerinden açıkça anlaşılmaktadır. Bu plaka benzeri tanelerin oluşumu Bi- tabanlı süperiletkenlerdeki Bi-2212 faz yapısını temsil etmektedir (Alcaide vd.,2005:2487).

### 5.3. Özdirenç-Sıcaklık (R-T) Ölçüm Sonuçları

Üretilen örneklerin kritik sıcaklık  $T_c$  değerlerini belirlemek için sıcaklığın bir fonksiyonu olarak elektriksel özdirenç ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.3'te A, B ve C örneklerine ait sıcaklık özdirenç grafikleri görülmektedir. Bu grafikten örneklerin  $T_c^{\text{onset}}$ ,  $T_c^{\text{offset}}$  ve  $\Delta T_c$  değerleri belirlenebilir.



Şekil 5.3. A, B, C Örneklerine Ait Özdirenç-Sıcaklık Grafiği

Grafikteki bilgilere bakarak bütün örneklerin  $T_c^{\text{onset}}$  sıcaklık değerinin üzerindeki sıcaklıklarda metalik davranış sergilediği görülmektedir. Sıcaklık özdirenç ölçümlerinden elde edilen  $T_c^{\text{onset}}$ ,  $T_c^{\text{offset}}$  ve  $\Delta T_c$  değerleri Tablo 5.2'de görülmektedir.

**Tablo 5.2.** A, B, C Örneklerine Ait  $T_c^{\text{onset}}$ ,  $T_c^{\text{offset}}$ ,  $\Delta T_c$  Değerleri

Örnek	$T_c^{\text{onset}}$ (K)	$T_c^{\text{offset}}$ (K)	$\Delta T_c$ (K)
A Örneği	74.5	63	11.5
B Örneği	91	87.5	3.5
C Örneği	88	85	3

Örneklerin  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri R-T verilerinden A, B ve C örnekleri için sırasıyla 63 K, 87,5 K, 85 K olarak bulunmuştur. Süperiletken malzemelerde  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri, malzeme içerisinde oluşan süperiletken yapıların birbirleri ile olan bağlantıları hakkında bilgi vermektedir. Elde edilen veriler en düşük  $T_c^{\text{offset}}$  değerinin A örneğinde olduğunu gösterir. Mikrograf görüntüleri dikkate alındığında taneler arası boşluk miktarı ve tane sınırı sayısının en fazla olduğu örneğin A örneği olduğu görülmektedir. A örneğindeki yüksek gözenek miktarının taneler arasındaki bağ kuvvetlerini zayıflatarak düşük  $T_c^{\text{offset}}$  değerlerine sebebiyet verdiği söylenebilir.

A örneğine sıcak pres işleminde uygulanan 750 °C sıcaklıkta 22 MPa'lık basıncın 33 MPa değerine çıkarılmasıyla B örneğinde süperiletken taneler arası bağlar güçlenerek en yüksek  $T_c^{\text{offset}}$  değeri elde edilmiştir. A örneğine uygulanan presleme basıncının aynı tutularak sıcaklığın 850 °C'ye çıkarılmasıyla C örneği için B örneğine çok yakın  $T_c^{\text{offset}}$  değeri elde edilmiştir. Bu sonuçlardan yola çıkarak örneklere uygulanan presleme basıncı ve sinterleme sıcaklığındaki değişimlerin, süperiletken yapıların geçiş sıcaklıkları üzerinde son derece etkili olduğu görülmektedir.

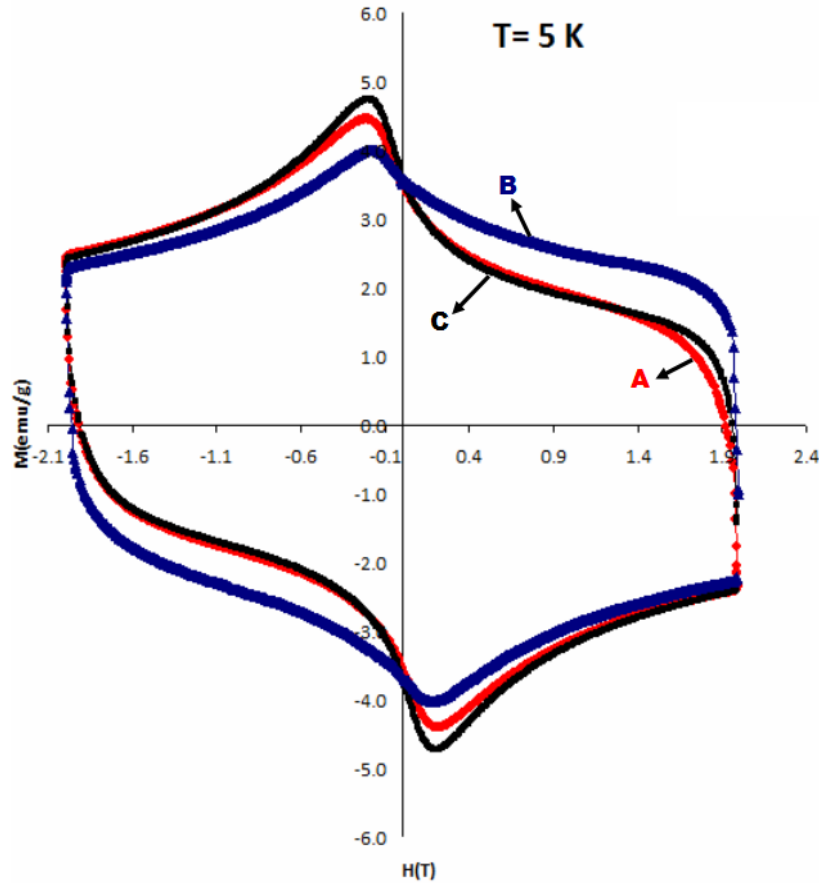
Örneklere ait  $T_c^{\text{onset}}$  değerleri A, B ve C örnekleri için sırasıyla 74,5 K, 91 K ve 88 K olarak elde edilmiştir. Süperiletken malzemelerde  $T_c^{\text{onset}}$  değerleri süperiletken faz oluşumuyla ilgili bilgiler vermektedir. En yüksek  $T_c^{\text{onset}}$  değeri B örneğinde elde edilmiştir. Örneklerin XRD sonuçları ve R-T grafikleri birlikte yorumlandığında en yüksek pik şiddeti ve yoğunluk sıralamasının elde edilen  $T_c^{\text{onset}}$  değerleriyle uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

En yüksek  $\Delta T_c$  değeri A örneğinde elde edilmiştir. Örneklerin XRD ve SEM görüntüleri incelendiğinde A örneğindeki boşluklu yapı ve tanelerin gelişigüzel yöneliminin

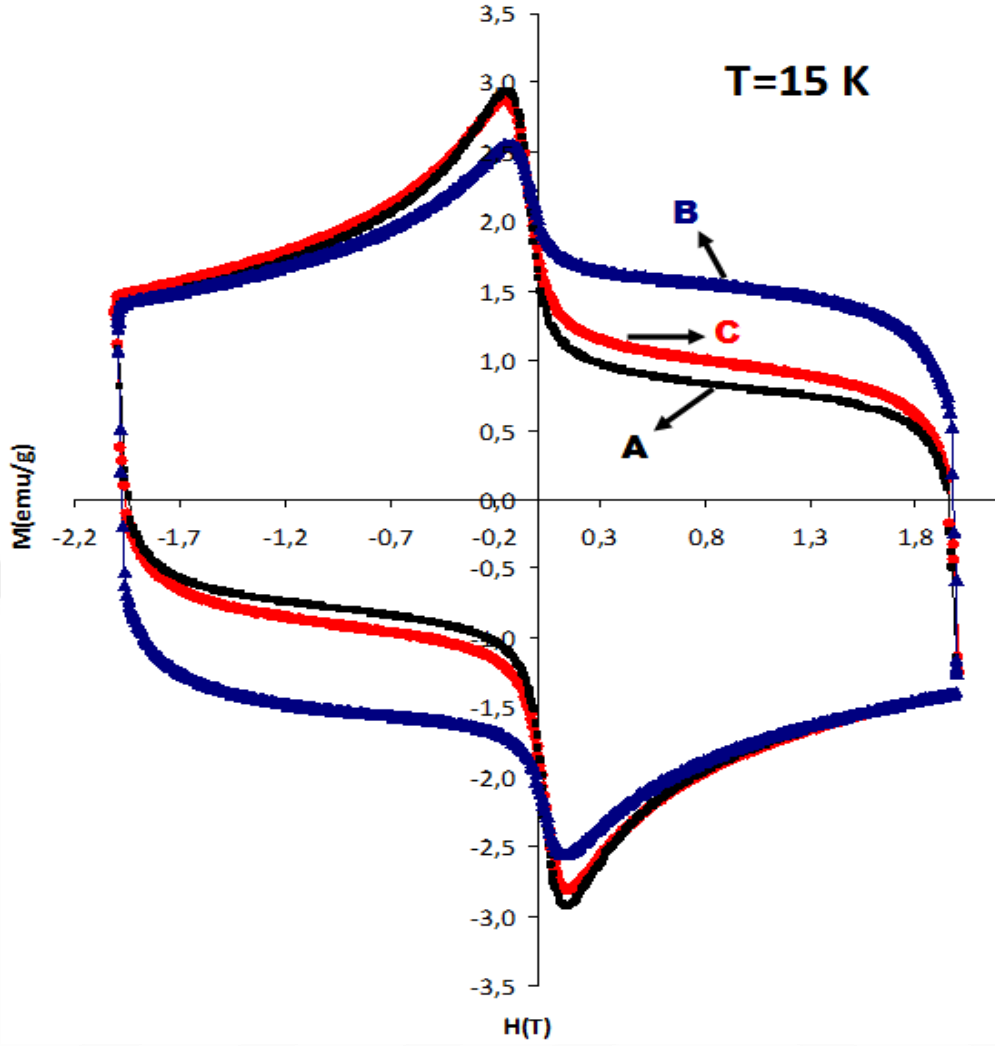
elektriksel özellikleri etkileyerek en düşük  $\Delta T_c$  değerini vermede etkin rol oynadığı görülmektedir. A ve C örneklerinin  $\Delta T_c$  değerlerinin yaklaşık olarak aynı olduğu söylenebilir. A ve C örneklerinden elde edilen SEM ve XRD sonuçları her iki örnekte de morfolojik özelliklerin geliştiğini gösterdiğinden bu durumun yansıması olarak elektriksel özelliklerin geliştiği söylenebilir.

#### 5.4. Manyetizasyon (M-H) Ölçüm Sonuçları

Sıcak pres yöntemiyle tekstüre edilen örneklerin manyetik özelliklerini belirlemek için M-H ölçümleri yapılmıştır. Manyetizasyon ölçümleri  $\pm 2T$  manyetik alan altında iki farklı sıcaklık (5 K ve 15 K) değeri için gerçekleştirilmiştir. Süperiletken örneklere ait M-H ölçüm sonuçları Şekil 5.4 ve 5.5'te görülmektedir.



Şekil 5.4. A, B, C Örneklerine Ait 5 K Sıcaklıkta M-H Eğrileri



Şekil 5.5. A, B, C Örneklerine Ait 15 K Sıcaklıkta M-H Eğrileri

Örneklerden elde edilen manyetizasyon eğrileri ( $M-H$ ) manyetik alanın büyüklüğüne ve ölçüm sıcaklığına göre farklı davranışlar sergileyebilir. Ayrıca malzemedeki süperiletken fazların oranı ve kristalleşme yönelimleri de süperiletken malzemelerin farklı M-H eğrileri sergilemesine sebep olmaktadır. Üretilen örneklerin 15 K’de elde edilen M-H eğrilerin alanı ve manyetizasyon değerleri beklenildiği gibi 5 K’de elde edilen değerlerden daha düşüktür. Ancak her iki sıcaklıkta da en iyi M-H davranışı B numunesinde elde edilmiştir.

Ölçüm sonuçlarından elde edilen M-H eğrilerinin altında kalan kapalı alan süperiletken özelliklerin yok edilmesi için malzemeye dışardan verilmesi gereken enerjiye denk gelmektedir. Geniş M-H eğrileri gelişen süperiletken özellikleri ve daha yüksek kritik akım yoğunluğu değerlerini işaret etmektedir. Her iki sıcaklık durumu için de en geniş M-H eğrisinin B örneğinde görülmesi bu örneğin en gelişmiş süperiletken özelliklere sahip

olduğunu ispatlar niteliktedir. B örneğine ait XRD, SEM ve R-T ölçüm sonuçlarından elde edilen bilgiler de B örneğindeki en geniş manyetizasyon eğrilerinin oluşumunu desteklemektedir. C örneğinin B örneğine kıyasla daha dar histeresiz eğri oluşturmasını, XRD ve SEM sonuçlarında elde edilen pik şiddetlerindeki azalış ve tane yönelimlerdeki düzensizliklerle açıklayabiliriz.

Süperiletken malzemelerin manyetik özellikleri kristal yapıda oluşan safsızlık fazlarına, taneler arasında oluşan ikincil fazlara ve boşluklu yapıya oldukça duyarlıdır. A örneğinin diğer örneklere kıyasla daha fazla boşluklu yapıya ve safsızlık fazına sahip olduğu XRD ve SEM sonuçlarından bilinmektedir. Yapıdaki boşluklu yapı ve safsızlık fazlarının olumsuz etkisi manyetik histeresiz eğrilerine yansımış ve en dar histeresiz eğrileri A örneğinde görülmüştür.

Uygulanan manyetik alan değeri ikinci tip süperiletkenlerde  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  olarak adlandırılan kritik değerler arasında olursa manyetik akı malzeme içerisine nüfuz edebilir. Malzeme içerisine bölgesel olarak giren akı çizgilerinin bu bölgedeki hareketlerinden kaynaklanan elektrik alanın oluşturduğu direnç, malzemenin süperiletkenlik özelliklerini bozabilir. Manyetik akı çizgilerinin vortex bölgedeki hareketlerini engellemek için yapı içerisinde çivileme merkezleri (flux pinning centers) oluşturulmalıdır. Çivileme merkezi, yapı içerisinde oluşan ikincil fazlar ve yapısal kusurlardan faydalanılarak oluşturulmaktadır.

Kristal yapı içerisinde meydana gelen çivileme merkezlerinin kuvveti hakkında bilgi edinmek için M-H eğrilerindeki  $M_r$  (remnant magnetization) değerleri kullanılır (Özkurt,2013b). M-H eğrilerinde elde edilen  $M_r$  değerleri çivileme kuvvetleri ile doğrudan orantılıdır (Allbiss vd.,2010:1542-1547). M-H eğrilerine bakarak A, B ve C örnekleri için  $M_r$  değerleri kıyaslandığında en yüksek  $M_r$  değerinin A örneğinde elde edildiği görülmüştür. Bu sonuç en yüksek çivileme kuvvetine sahip örneğin A örneği olduğunu, aynı zamanda A örneğindeki yapısal kusurların çivileme kuvvetleri üzerinde olumlu etki yarattığını göstermiştir. Buna karşın A örneği düzensiz tane yapısına sahip olması ile taneler arasındaki boşluklar da artışa bununda süperiletken özelliklerin zayıflatmasına neden olduğu kanaatindeyiz. Açıkça görülmektedir ki,  $M_r$  değerinin yüksek olmasına rağmen A örneği en dar M-H eğrilerine sahiptir.

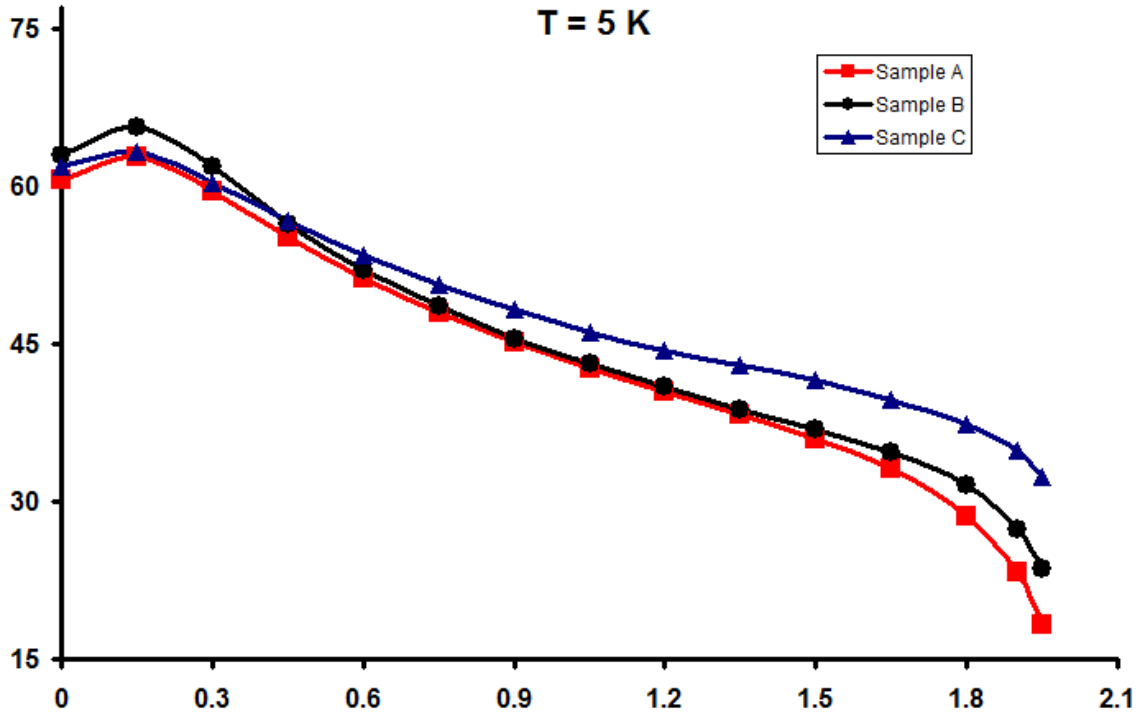
Kritik akım yoğunluğu malzeme içerisindeki süperiletken faz yapısı bozulmadan malzemenin taşıyabileceği akım miktarı olarak bilinir. Süperiletken mıknatıslar, elektrik

jeneratörleri ve güç taşıma kabloları gibi yüksek akım taşıyan sistemlerde kullanılacak süperiletken malzemelerin kritik akım yoğunluğu değerlerinin yüksek olması beklenir.

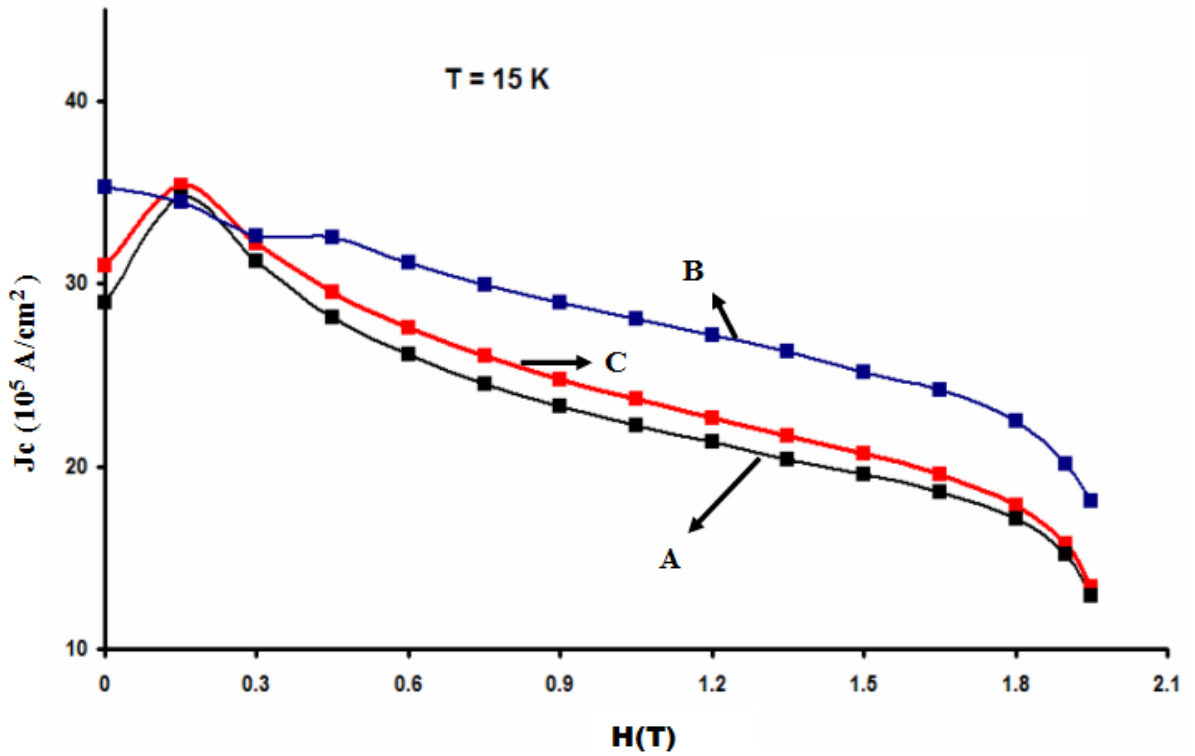
Malzeme üretimi esnasında kullanılan üretim tekniğine bağlı olarak tanelerin gelişimi güzel yönelimi yüksek kritik akım yoğunluğu değerlerine ulaşmada en büyük sorun olarak bilinir. Süperiletken malzemelerin iç yapısında oluşan boşluklar  $J_c$  değerleri üzerinde olumsuz etkiye sahiptir. Bu tez çalışmasında da sıcak pres tekniği kullanılarak tekstüre edilen örneklerin düzensiz tane yönelimi daha düzgün hale getirilerek  $J_c$  değerlerinin yükseltilmesi hedeflenmiştir.

Bu tez kapsamında hazırlanan süperiletken örneklerin kritik akım yoğunluğu değerleri Bean'in modeli kullanılarak histeresiz eğrilerinden iki farklı sıcaklık (5 K, 15 K) değeri için hesaplanmıştır (Bean vd.,1962:250-253).

$J_c$  ampermetre kare başına manyetik akım yoğunluğudur.  $\Delta M = M_+ - M_-$  elektromanyetik birim metre küp olarak ölçülmüştür. Malzemedeki mıknatıslanma farkı  $\Delta M$  (H, T) süperiletken malzemenin  $J_c$  değerini doğrudan etkilemektedir. Bean formülüyle süperiletken malzemelerin taneler arası veya tanelerin iç bölgesindeki  $J_c$  değerleri hesaplanabilir. Denklem 1.1'de d değeri yerine süperiletken örneğin çapı yazılması halinde taneler arası kritik akım yoğunluğu değerine ulaşılır. Bunun yanında d değeri yerine tane çapının yazılması ile tanelerin iç bölgesinde kritik akım yoğunluğu değerleri elde edilir (Topal vd.,2010:1-5). Bu çalışmada örneklerin çapları kullanılarak taneler arası  $J_c$  değerleri hesaplanmıştır. Şekil 5.6 ve Şekil 5.7'de örneklere ait  $J_c$  grafikleri görülmektedir.



Şekil 5.6. 5 K Sıcaklıkta Kritik Akım Yoğunluğu Grafiği



Şekil 5.7. 15 K Sıcaklıkta Kritik Akım Yoğunluğu Grafiği

Bu grafiklerde A ve C örnekleri için  $J_c$  değerinin 5K ve 15K'de tüm alan aralığı için pratik olarak aynı olduğu söylenebilir. B örneği her iki sıcaklık değeri için en yüksek  $J_c$

değerlerini verir. Bu sonuç bize B örneğinin diğer örneklere kıyasla daha yüksek miktarda süperiletken faz içerdiğini, daha iyi tane hizalamasına sahip olduğunu ve bu taneler arasında güçlü bağlantıların bulunduğunu gösterir. XRD, SEM ve R-T ölçüm sonuçları da  $J_c$  değerlerinde elde edilen yüksek kritik akım yoğunluğu değerlerini doğrular niteliktedir.

Ürettiğimiz örnekler literatürdeki aynı başlangıç birleşimine ( $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$ ) sahip katı hal tepkime yöntemiyle üretilmiş numunelerle kıyaslandığında  $J_c$  ve  $T_c$  değerlerinde önemli gelişmeler sağlanmıştır (Kır vd.,2016:79-85; Çalış vd.,2016:2760-2765). Örnek olarak,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{K}_x\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  ( $x = 0,05, 0,1$  ve  $0,25$ ) kompozisyonundaki sodyum ve potasyum katkılı örneklerin 10 K sıcaklık ve 1.8 T manyetik alan altında  $J_c$  ve  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri sırasıyla  $24.41 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  ve 46,3 K olarak elde edilmiştir. Başka bir çalışmada vanadyum ve sodyum katkılı Bi-2212 örnekler 10 K sıcaklık ve 1,9 T manyetik alanda  $J_c$  ve  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri sırasıyla  $23,045 \times 10^4 \text{ A / cm}^2$  ve 66.4 K olarak bulunmuştur.

Bu çalışmada örnek B' de 15 K'de en yüksek  $J_c$  değeri  $201.5 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$  olarak bulunmuştur. Ulaşılan bu değer daha önce elde edilmiş değerlerden yaklaşık 10 kat daha fazladır.

## SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  seramik örneklere farklı sıcaklık (750 °C- 800°C) ve basınç (22 MPa- 33MPa) değerlerinde sıcak pres tekniği uygulamanın elektriksel ve fiziksel özellikler üzerindeki etkisi başarılı bir şekilde araştırıldı. Sıcak pres tekniğinin süperiletken özellikler üzerinde nasıl bir etki meydana getirdiğini değerlendirmek için XRD, SEM, R-T ve M-H ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca M-H ölçümlerinden yararlanarak  $J_c$  değerleri hesaplanmıştır. Çalışma kapsamında elde edilen verilerin yorumlanmasıyla ulaşılan sonuçları aşağıdaki gibi ele alabiliriz:

XRD sonuçlarına göre; sıcak pres tekniği uygulanan bütün örneklerde hedeflenen Bi-2212 fazının ana faz olduğu, bunun yanı sıra az miktarda  $\text{Bi}_3\text{Sr}_4\text{CaCu}_3\text{O}_4$  ve  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  gibi ikincil fazların da olduğu görülmüştür. Yapı içerisine Na katkılanması yapılmasına rağmen tüm örneklerde Na içeren ikincil fazların görülmemesi, uygulanan sıcak pres işlemindeki sıcaklık ve basınç parametrelerinin Na'nın yapı içerisine tamamen katılması için yeterli olduğunu göstermiştir. B örneğinde  $2\theta = 24.98^\circ, 27.7^\circ, 31.24^\circ$  ve  $45.04^\circ$  de oluşan XRD piklerinin yoğunluk ve şiddetinde artışlar gözlemlenmesi bu örnekte kristalleşmenin en fazla olduğu sonucunu doğurur. Bu durum bize sıcak pres işleminde istenilen faz miktarına ulaşmada uyguladığımız değerler içerisinde optimum işlem parametresinin 750 °C' de 33 MPa olduğunu gösterir. Kristal kafes parametre değerlerine bakıldığında A ve C örnekleri için aynı sonuçlara ulaşılarak kafes yapılarının tetragonal, B örneği için ise ortorombik olduğu görülmüştür. Örneklerde c kristal kafes değerinin 30.887 Å hesaplanması, ideal Bi-2221 fazına ulaşıldığını kanıtlamaktadır. A ve C örneklerine uygulanan 750 °C de 22 MPa'lık basıncın 33 MPa'a çıkarılmasıyla kristal yapı tetragonalden orthorombiğe dönüşmüştür. Buradan yola çıkarak aynı sıcaklıkta 11 MPa'lık basınç artışının anizotropik yapı üzerinde etkili olduğu söylenir.

SEM sonuçlarına göre; bütün örneklerde Bi-2212 fazını temsil eden plaka benzeri yapılar elde edilmiştir. A örneğinde tane yöneliminin rastgele bir yönelim sergilediği ve boşluk miktarının fazla olduğu görülmüştür. Bu sonuca dayanarak A örneğine uygulanan 750 °C'de 22 MPa'lık basıncın tane yoğunluğunu oluşturmada ve tane yönelimini hizalamada yetersiz kaldığı söylenebilir. Sıcaklık veya basınç değerlerinde yapılan artış miktarının tane yönelimi ve boşluk oranı üzerindeki olumlu etkisi, B ve C örneklerinde oluşan düzenli tane yönelimi ve düşük gözenek miktarı ile kanıtlanır. B ve C örneği kıyaslandığında ise en iyi tane yöneliminin B örneğinde elde edildiği görülmektedir. Bu sonuç bizi basınç değerinde yapılan artışın sıcaklık değerinde yapılan artışa oranla tane

yönelimi üzerinde daha iyi sonuçlar verdiği bilgisine ulaştırır. Sonuç olarak bu tez çalışmasında katı hal tepkime yönteminde oluşan düzensiz tane yönelimi giderilerek tanelerin daha düzenli hale getirilmesi sağlanmıştır.

Elektriksel öz direnç sonuçlarına göre; sıcak pres tekniği uygulanan A, B ve C örnekleri  $T_c^{\text{onset}}$  değerlerine kadar metalik davranış sergilemiş, bu sıcaklık değerinin altında ise öz dirençleri sıfıra düşmüştür. Bu sonuç, tüm örneklerin başarılı bir şekilde süperiletken faza geçtiğini gösterir. Üretilen A, B ve C örneklerine ait  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri sırasıyla 63 K, 87,5 K, 85 K olarak ölçülmüştür. B ve C örneklerine kıyasla A örneğinde düşük  $T_c^{\text{offset}}$  değerinin elde edilmesi, sıcak pres işleminde uygulanan sıcaklık ve basınç değerinin yetersiz kaldığını gösterir. B ve C örneklerinde elde edilen yüksek  $T_c^{\text{offset}}$  değerleri bu sonucu desteklemektedir. B ve C örneklerindeki yüksek geçiş sıcaklığı değerleri, bu örneklerde tanelerin daha düzenli yöneliminin, tane boyutlarının genişlemesinin ve taneler arası bağın daha güçlü olduğunu ispatlar niteliktedir.

Manyetik histeresiz sonuçlarına göre; 5 K ve 25 K gibi iki farklı sıcaklık değerinde ve  $\pm 2$  T aralığında uygulanan manyetik alanda en geniş M-H eğrileri B örneğinde elde edilmiştir. Bu sonuç  $750^\circ\text{C}$ 'de uygulanan 33 MPa'lık basınç değerinin tane yönelimini daha düzgün hale getirerek manyetik özellikleri geliştirdiğini gösterir. Bütün örneklerde aynı simetriye sahip manyetik histeresiz eğrilerinin elde edilmesi, örneklerin benzer faz yapısına sahip olduğunu kanıtlar. M-H eğrilerinin izlediği yol, tüm örneklerin diamanyetik davranış sergilediğini gösterir. Sıcak pres tezgahında örneklere uygulanan basınç ve sıcaklık değerlerindeki değişim, malzemenin manyetik özellikleri üzerinde olumlu etki oluşturduğu sonucunu doğurur.

Kritik akım yoğunlukları, Bean'ın kritik akım modeli kullanılarak örneklerin M-H histerezis eğrilerinden hesaplanmıştır ve en yüksek  $J_c$  değeri 15 K için B örneğinde  $201.5 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> olarak bulunmuştur. C ve A örnekleri için pratik olarak aynı sonuçların elde edildiği söylenebilir. A örneğinin B ve C örneklerine kıyasla daha düşük  $J_c$  değerine sahip olması, A örneğine uygulanan basınç ve sıcaklık değerlerinin tanelerin düzenli yönelimini sağlamada yetersiz kaldığını gösterir. Elde edilen kritik akım yoğunluğu sonuçları, literatürdeki benzer çalışmalarla kıyaslandığında  $J_c$  değerlerinde B örneği için yaklaşık 10 katlık bir artış sağlandığı görülmektedir.

Katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  kompozisyonundaki örneklere farklı sıcaklık ( $750^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}$ ) ve basınç (22-33 MPa) değerlerinde sıcak pres

tekniki uygulamanın süper iletken özellikler üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Üretilen örneklerin süper iletken özelliklerini belirlemek için XRD, SEM, R-T ve M-H ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlara dayanarak en gelişmiş süperiletken özelliklere B örneğinde ulaşılmıştır.

Bu tez çalışmasında, daha önceki araştırmalarda Na elementinin tane yapısı üzerindeki olumlu etkileri dikkate alınarak 0,25 oranında Na içeren örnekler hazırlanmıştır. Yapılacak diğer çalışmalarda farklı oranlarda sodyum içeren örnekler veya K, Li, Au gibi elementlerin ikili veya üçlü katkılarını ile hazırlanmış örneklere sıcak pres tekniği uygulamanın etkileri araştırılabilir. Bu çalışmada katı hal tepkime yöntemiyle hazırlanan malzemelere sıcak pres tekniği uygulanmıştır. Ancak yapılacak diğer çalışmalarda sol jel, eriyik döküm, polimer matrix gibi farklı yöntemler kullanılarak hazırlanmış malzemelere sıcak pres tekniği uygulamanın etkileri de araştırılabilir.

Yapılacak diğer çalışmalarda sıcak pres tekniğinde uygulanan sinterleme sıcaklığı, basınç ve süre parametrelerinde bu çalışmadan farklı değerler kullanılarak sıcak pres tekniğinin düzensiz tane yönelimi ve süperiletken özellikler üzerindeki etkisi araştırılabilir.

## KAYNAKÇA

- Abdulridha, A. R., Al-Bermany, E., Hashim, F. S. and Alkhayatt, A. H. O., (2020). Synthesis and characterization and pelletization pressure effect on the properties of  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{W}_{0.2}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  superconductor system. *Intermetallics*, 127(2020):106967.
- Abrikosov, A. A., (1957). On The Magnetic properties of superconductors of the second group. *Soviet Physics Journal of Experimental and Theoretical Physics*, 5(6):1174-1182.
- Afşar, B., (2022). SiC-B4C-TiB<sub>2</sub> Kompozitinin Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Eskişehir.
- Akça, G., (2010). (Li-Ho) Katkılı BPSCCO İçin Süperiletkenlik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Albiss, B. A., Obaidat, I. M., Gharaibeh, M., Ghamlouche, H. and Obeidat, S. M., (2010). Impact of addition of magnetic nanoparticles on vortex pinning and micro structure properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor. *Solid State Communications*, 150 (2010):1542-1547.
- Alcaide, E. G., Jardim, R. F. and Mune, P., (2005). Microstructural properties of  $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  and  $\text{Bi}_{1.65}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  ceramic samples through transport measurements: a comparative study, *Physica Status Solidi (a)*, 202(13):2484-2493.
- Altın, S., (2009). Süperiletken BSCCO Whiskerlerin Büyüme Mekanizması ve Farklı Katkılamalara Bağlı Olarak Elektriksel ve Manyetik Özellikleri. Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi, Malatya.
- Arebat, R. A., (2018). Katıhal Reaksiyon Yöntemi ile Üretilen Co Katkılı Polikristal YBCO-358 Süperiletkenlerinin Yapısal, Elektriksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kastamonu.
- Askerzade, İ., (2005). Süperiletkenlik Fiziğine Giriş, Gazi Kitabevi, Ankara, s.150.
- Aytekin, M. E., (2020a). Nano Boyutta Kalay Katkılı Bi-2212 Seramiklerin Süperiletkenlik Özellikleri. Doktora Tezi, Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Mersin.

- Aytekin, M. E. and Özkurt, B., (2020b). The influence of nano-sized SnO<sub>2</sub> doping on physical and magnetic properties of the Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2-x</sub>(SnO<sub>2</sub>)<sub>x</sub>Ca<sub>1</sub>Cu<sub>1.75</sub>Na<sub>0.25</sub>O<sub>y</sub> superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 33(15):965-970.
- Aytekin, M. E., (2015). BSCCO Süperiletkenler Üzerine Uygulanan Yüksek Peletizasyon Basıncının Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Mersin.
- Aytekin, M. E., Özkurt, B., Sugözü, B., Köse, E. and Sugözü, İ., (2016). The effect of different dwell times at a constant pelletization pressure of 6 GPa on superconducting properties of Bi<sub>1.8</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>1.1</sub>Cu<sub>2.1</sub>O<sub>y</sub> ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(8):8068-8073.
- Babaeipour, M. and Ross, D. K., (2005). A determination of the variation in the lattice parameters of Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+x</sub> (Bi-2212) as a function of temperature and oxygen content. *Phys. C*, 425(3-4):130-134.
- Bal, S., Doğruer, M., Yildirim, G., Varilci, A., Terzioğlu, C. and Zalaoglu Y., (2012). Role of cerium addition on structural and superconducting properties of Bi-2212 system. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 25(2):847-856.
- Bean, C. P., (1962). Magnetization of hard superconductors. *Physical Review Letters*, 8(6):250-253.
- Bednorz, J. G. and Müller, K. A., (1986). Possible high T<sub>c</sub> superconductivity in the Ba- La- Cu- O system. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 64(2):189-193.
- Bilgili, Ö., (2007). Bi-2223 Süperiletkenlere Li Katkısı, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Bilgili, Ö., Selamet, Y. and Kocabaş, K., (2008). Effects of Li substitutionin Bi-2223 superconductors. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 21(8):439-449.
- Caillard, R., Garnier, V. and Desgardin, G., (2000). Sinter-forging conditions, texture and transport properties of Bi-2212 superconductors. *Physica C*, 340(2-3):101-111.

- Costa, F. M., Rasekh, S., Ferreira, N. M., Sotelo, A., Diez, J. C. and Madre, M. A., (2013). Effect of current polarity on BSCCO/Ag ceramics textured by electrically assisted laser floating zone. *J. Supercond.Nov. Magn*, 26(4):943-946.
- Çalış, M., Özkurt, B., Aytakin, M. E., Gün. E. and Kır, M. E. and Öztornacı, U., (2015). Enhancement of superconducting properties of Bi-2212 ceramics by vanadium-sodium co-doping. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(3):2760-2765.
- Davarcıoğlu, N., (2005) Süperiletkenlerde Ginzburg-Landau Denklemi ve Çözümleri, Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- De la Fuente, G. F., Ruiz, M. T., Sotelo, A., Larrea, A. and Navarro, R., (1993). Microstructure of laser floating zone textured (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O superconductor composites. *Mater. Sci. Eng. A*, 173(1-2):201-204.
- Delft, V. D., (2008). Little cup of helium, big science. *Phys. Today*, 61(3):36-43.
- Delft, V. D., (2012). History and significance of the discovery of superconductivity by Kamerlingh Onnes in 1911. *Physica C*, 479(14):30-35.
- Demirdiş, S., (2008). Vorteks Mekanizmasının Süperiletkenliğe Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Drude, P., (1902). Zur Elektronentheorie der Metalle. *Annalen Der Physik*, 312(3):687-692.
- Durmuş, H., (2011). Katı Hal Reaksiyon Yöntemiyle ve Farklı Katkı Atomlarıyla MgB<sub>2</sub> Süperiletken Seramiklerin Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Gazda, M. and Kusz, B., (2003). Structure changes in (Bi-Pb)-Sr-Ca-Cu-O glass ceramics during the first minutes of crystallization. *Physica C: Superconductivity*, 387(1):211-215.
- Gazda, M. and Winiarski, A., (2005). XPS and XRD studies of early stages of crystallisation process in (Bi, Pb)<sub>4</sub>Sr<sub>3</sub>Ca<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>O<sub>x</sub> glass-ceramics, *Physica C: Superconductivity*, 432(1):35-42.

- Giovanni, D., (2017). Optical-Spin Dynamics In Organic Inorganic Hybrid Lead Halide Perovskites. Nanyang Technology University Interdisciplinary Graduate School Energy Research Institute, Singapur.
- Holder, A., B. and Keller, H., (2019). High-temperature superconductors: Underlying physics and applications. *Zeitschrift für Naturforschung B*, 75(1-2):3-14.
- Jacobs, T., (2016). Unraveling The Cuprate Superconductor Intrinsic Tunneling Spectroscopy and Electrical Doping Phase Diagram. Doctoral Thesis, Stockholm University Department of Physics, Stockholm.
- Janz, G. J. and Lorenz, M. R., (1961). Solid-liquid phase equilibria for mixtures of lithium, sodium, and potassium carbonates. *J. Chem. Eng. Data*. 6(3):321-323.
- Jiang, L., Sun, Y., Wan, X., Wang, K., Xu, G., Chen, X. and Du, J., (1998). Improvement of the phase formation and superconductivity of the (Bi, Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> silver-sheathed tapes with B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition. *Physica C: Superconductivity*, 300(1-2):61-66.
- Jiang, J., (2007). A facile method to the Ni<sub>0.8</sub>Co<sub>0.2</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nano crystalline via a refluxing route in ethylene glycol. *Materials Letters*, 61(14-15):3239-3242.
- Kadiođlu, Y., (2010). Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılanmış Bi-2223 Süperiletken Seramiklerin Yapısal Karakterlerinin Saptanması, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Kahraman, F., Sotelo, A., Madre, M. A., Diez, J. C., Ozkurt, B. and Rasekh, S., (2015). Relationship between microstructure and superconducting properties in hot-pressed Bi-2212/Ag ceramic composites. *Ceramics International*, 41(10):14924-14929.
- Karaca, İ., Çelebi, S., Kölemen, U. ve Öztürk, A., (2001). Amonyum nitrat yöntemi ile üretilen Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O süperiletken yapıya Zn ilavesinin etkisinin x-ışını kırınım desenleri ve mikroyapı analizi. II. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu, İnönü Üniversitesi, Fen-Edeb. Fakültesi, Fizik Bölümü, Malatya, 115-118.
- Karaduman, B., (2017). Taramalı Elektron Mikroskobu ile Kriminolojik Saç Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.

- Kelvin, L., (1902). XXIX. Aepinus atomized. *Philosophical Magazine Series 6*, 3(15):257-283.
- Khalil, S. M., (2001). Enhancement of superconducting and mechanical properties in BSCCO with Pb additions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 62(3):457-466.
- Kılıç, S., (2008). Yüksek Geçiş Sıcaklıklı Süperiletkenlerde Kritik Durum Modellerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Kır, M. E., Özkurt, B. and Aytekin, M. E., (2016). The effect of K-Na co-doping on the formation and particle size of Bi-2212 phase. *Physica B*, 490(1):79-85.
- Körpe, A., (2019). Al Katkılı Bi-2223 Süperiletken Seramiklere Ait Olan Yapısal, Süperiletkenlik ve Mekanik Performansının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bolu.
- Krüger, E., (2017). Constraining forces causing the meissner effect. *Journal of Modern Physics*, 8(8):1134-1142.
- Kul, M., (2020). Perovskit Yapılı Katalizörlerin Poliol Yöntemiyle Hazırlanması ve Karakterizasyonu. İstanbul Üniversitesi Cerrahpaşa Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, İstanbul.
- Kumakura H., Uehara, M., Yoshida Y. and Togano, K., (1987). Critical current densities in sintered Ba-Y-Cu-O compound. *Physics Letters A*, 124(6-7):367-369.
- Kumar, J., Sharma, D., Ahluwalia, P. K. and Awana, V. P. S., (2013). Enhanced superconducting performance of melt quenched  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  (Bi-2212) superconductor. *Materials Chemistry and Physics*, 139(2-3):681-688.
- London, F. and London, H., (1935). The electromagnetic equations of the supraconductor. *Proceedings of The Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 149(866):71-88.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M. and Asano, T., (1988). A new high- $T_c$  oxide superconductor without a rare earth element. *Japanese Journal of Applied Physics*, 27(2):209-210.

- Mahtali, M. and Chamekh, S., (2010). Superconductive and magnetic properties of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  ceramics by Pb. *J. Supercond Nov Magn.*, 24(1):351-355.
- Matsumoto, A., Kitaguchi, H., Kumakura, H. and Togano, K., (2001). Formation and growth mechanisms of Bi-2212/Ag composite tapes. *IEEE Transactions On Applied Superconductivity*, 11(1):3046-3049.
- Matsumoto, A., Kitaguchi, H., Kumakura, H. and Togano, K., (2002). The microstructure changes of Bi-2212/Ag composite tapes processed under a temperature gradient. *Physica C: Superconductivity*, 432(2):913-915.
- Michel, C., Hervieu, M., Borel, M. M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J. and Raveau, B., (1987). Superconductivity in the Bi-Sr-Cu-O system. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 68(4):421-423.
- Nane, O., Özçelik, B., Sotelo, A. and Madre, M. A. (2017). Effect of Na substitution on superconducting properties of Bi-2212 ceramics prepared by sinter-forged process. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 37(3):1007-1012.
- Nhien, S. and Desgardin, G., (1996). Synthesis and reaction mechanism of the high- $T_c$  2223 phase in the (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O system. *Physica C: Superconductivity*, 272(3):309-318.
- Onnes, H. K., (1911). The resistance of pure mercury at helium temperatures, *Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden*, vol.12, p.120.
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A and Madre, M. A., (2014). Effect of K substitution on structural, electrical and magnetic properties of Bi-2212 system. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 25(10):4476-4482.
- Özçelik, B., Gürsul, M., Sotelo, A. and Madre, M. A., (2015). Improvement of superconducting properties in Na-doped BSCCO superconductor. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 26:441-447.
- Özçelik B., Ergin, İ., Depci, T., Yavuz H., Madre, M. A. and Sotelo, A., (2019). Effect of carbon nanotube addition on the superconducting properties of BSCCO samples textured via laser floating zone technique. *Journal Of Superconductivity And Novel Magnetism*, 32(10):3135-3141.

- Özkan, O., (2010). Mg Katkılı Bi-2223 Süperiletkenlerin Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Özkartal, A. ve Enis, O. N., (2018).  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  Çubuk şeklinde üretilen süperiletken üzerinde doğru akım tavlamanın etkisi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23(2):123-128.
- Özkurt, B., (2007). Nd ve Gd Katkılı BSCCO Cam Seramik Süperiletken Sisteminin Fiziksel ve İletim Özellikleri. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Özkurt, B., (2013a). Enhancement in superconducting transition temperature and  $J_c$  values in Na-doped  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{2-x}\text{Na}_x\text{O}_y$  superconductors. *J Mater Sci: Mater Electron*, 24(7):2426-2431.
- Özkurt B., Madre, M. A., Sotelo, A. and Diez, J. Z., (2013b). Effect of metallic Ag on the properties of Bi-2212 ceramic superconductors. *J Mater Sci: Mater Electron*, 24(9):3344-3351.
- Özkurt, B., (2014a). Improvement of the critical current density in Bi-2223 ceramics by sodium-silver co-doping. *J Mater Sci: Mater Electron*, 25(8):3295-3300.
- Özkurt, B., (2014b). The mechanical properties of Y-doped Bi-2223 superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26(2):261-266.
- Özkurt, B., (2016). BPSCCO Süperiletken malzemeler üzerine seryum ekleme ve titanyum katkılmasının etkisi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16(2):205-211.
- Özkurt, B., (2017). Structural and magnetic properties of Li and Na added  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_{2.1}(\text{Li}, \text{Na})_x\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.2}\text{O}_y$  (Bi-2212) ceramics ( $x= 0, 0.05, 0.1$  and  $0.2$ ). *J. Mater. Sci.Mater. Electron*, 28(12):8857-8863.
- Özkurt, B., (2020). Effect of annealing conditions on the superconducting properties of nano-sized metallic Au-added  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_2\text{Au}_{0.2}\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  (Bi-2212) ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(14):11448-11456.

- Özkurt, B., (2021). Large  $J_c$  enhancement of Bi-2212 ceramics by triple doping of Li, K, and Na in  $\text{Bi}_{1.8-x}(\text{Li, Na, K})_x\text{Sr}_2\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  ( $x= 0.05, 0.1, \text{ and } 0.25$ ) composition. *J. Supercond. Nov. Magn.* 34(4):1059-1066.
- Öztürk, C., (2017). Sinterleme Parametrelerindeki Değişikliklerin Monolitik Transludent Zirkonya Özellikleri Üzerine Etkilerinin Değerlendirilmesi, Doktora Tezi, Türkiye Cumhuriyeti Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Öztürk, G., (2010). Pb, Ag ve Sb Katkı Atomlarıyla Hazırlanmış YBaCuO Süperiletken Sistemlerin Elektriksel Parametrelerinin Saptanması, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Öztürk, K., (2006). Gadolinyum ve İterbiyum Difüzyonunun  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  Bileşiğinin Yapısal ve Süperiletkenlik Özelliklerine Etkisi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Putilin, N. S., Antipov, E. V. and Marezio, M., (1993). Superconductivity above 120 K in  $\text{HgBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{6+\delta}$ . *Physica C: Superconductivity*, 212(3-4):266-270.
- Safran, S., (2010).  $\text{MgB}_2$  Süperiletken Tellerde Alternatif Akım Kaybı ve Akı Perçinleme Mekanizmaları. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Sheng, Z. Z., Hermann, A., Ali, El, M., Almasan, C., Estrada, J., Datta, T. and Matson R. J., (1988). Superconductivity at 90 K in the Tl-Ba-Cu-O system, *Physical Review Letters*, 60 (10):937-940.
- Sheng, Z. Z. and Hermann A. M., (1988). Bulk superconductivity at 120 K in the Tl-Ca/Ba-Cu-O system. *Nature* 332 (6160):138-139.
- Shengnan Z., Chengshan, L., Qingbin, H., Tianni, L. and Pingxiang, Z., (2015). Influences of Yb substitution on the intergrain connections and flux pinning properties of Bi-2212 superconductors. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 551:26-36.
- Snider, E., Gammon, N. D., McBride, R., Debessai, M., Vindana, H., Vencatasamy, K., Lawler, K. V., Salamat, A. and Dias, R. P., (2020). Room-temperature superconductivity in a carbonaceous sulfur hydride. *Nature*, 536:373-377.

- Sotelo, A., Rasekh, Sh., Contantinescu, G., Amaveda, Torres, M. A., Madre and Diez, J. C., (2014). Effect of Pb doping on the electrical properties of textured Bi-2212 superconductors. *Journal of the European Ceramic Society*, 34(12):2977-2982.
- Sung, Y. S. and Hellstrom, E. E., (1995). A reaction couple study of reaction amongst  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_x$ ,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$ , and  $\text{CuO}$  to form  $(\text{Bi, Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ . *Physica C: Superconductivity*, 253(1):79-88.
- Şahin, H., (2005).  $\text{MgB}_2$  Tek Kristali İçin Kritik Manyetik Alanın İki Bantlı Anizotropik Ginzburg-Landau Teorisi ile İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Şentürk, Ali., (2006). YBCO ve BSCCO Üstüniletkenlerinin I-V Özelliklerinin İncelenmesi. Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Şişman, İ., (2006). CdS, CdSe ve CdTe Bileşik Yarı İletken İnce Filmlerinin Aynı Çözeltiden Elektrokimyasal Olarak Au (111) Elektrodu Üzerinde Büyütülmesi ve AFM, STM, XRD ve UV-VIS Spektroskopisi ile Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Topal, U. and Akdoğan, M., (2010). Structural and superconducting properties of YBaCuO superconductors at different atomic compositions. *Journal of Alloys and Compounds*, 503 (1):1-5.
- Turan, N., (2018). Lazer ile Yapay Çivileme Merkezleri Oluşturulan YBCCO Şeritlerin Süperiletkenlik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Türk, N., Gündoğmuş, H., Akyol, M., Yakıncı, D. Z., Ekicibil, A. and Özçelik, B., (2014). Effect of tungsten (W) substitution on the physical properties of Bi-(2223) superconductors. *J. Supercond Nov. Magn*, 27(3):711-716.
- Ulu, M. O. ve Polat A., (2008). Parçacık dedektörlerinin tıpta kullanımı. *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 19(1):143-154.
- Wesche, R., (2017). High-Temperature Superconductors, in Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials, S. Kasap and P. Capper, Eds. Cham: *Springer International Publishing*, pp. 1-1.

Wu, M. K., Ashburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y. Q. and Chu, C. W., (1987). Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. *Physical Review Letters*, 58 (9):908-910.

Yaşar, N., (2009). Xrd Analiz Yöntemleriyle Bi-2223 Süperiletken Seramik Yapıların Faz Değişimlerinin Katkı Atomları ile İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.

Zhang, S., Li, C., Hao, Q., Ma, X., Lu, T. and Zhang, P., (2015). Optimization of Bi-2212 high temperature superconductors by potassium substitution. *Supercond. Sci. Technol.* 28(4):045014.



## ÖZGEÇMİŞ

**Adı ve Soyadı** : Bulut ÖNER

**E-mail** :

**Öğrenim Durumu** : Yüksek Lisans

Derece	Program	Üniversite	Yıl
Ön Lisans	Makine	Mersin Üniversitesi	2002-2004
Lisans	Makine Eğitimi Bölümü	Fırat Üniversitesi	2006-2011
Yüksek Lisans	Enerji Sistemleri Mühendisliği	Tarsus Üniversitesi	2019-2022

### ESERLER (Makaleler ve Bildiriler)

1. Öner, B., Özkurt, P., Madre, M. A., Özkurt, B. and Sotelo, A., (2022). Enhanced superconducting properties in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{1.75}\text{Na}_{0.25}\text{O}_y$  ceramics prepared by hot-pressing under different pressures and temperatures. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 35(7):1831-1838.