



**TARSUS**  
ÜNİVERSİTESİ

**T.C.**

**TARSUS ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**ENERJİ SİSTEMLERİ MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**DÜŞÜK PELETİZASYON BASINCI ALTINDA FARKLI BEKLEME SÜRELERİNDE**  
**Bi-2212 SÜPERİLETKENLERİN SENTEZ VE KARAKTERİZASYONU**

**EMİNE KARA**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**TARSUS - 2022**

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

**DÜŞÜK PELETİZASYON BASINCI ALTINDA FARKLI BEKLEME**  
**SÜRELERİNDE Bi-2212 SÜPERİLETKENLERİN SENTEZ VE**  
**KARAKTERİZASYONU**

**EMİNE KARA**

**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:** D. Öğr. Üyesi M. 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 onaylarım.../.../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 çalışmasında;

- 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 çalışmasında 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. 20 / 10 / 2022

İMZA

Emine Kara

## ÖZET

### DÜŞÜK PELETİZASYON BASINCI ALTINDA FARKLI BEKLEME SÜRELERİNDE Bi-2212 SÜPERİLETKENLERİN SENTEZ VE KARAKTERİZASYONU

EMİNE KARA

**Yüksek Lisans Tezi, Enerji Sistemleri Mühendisliği Ana Bilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Berdan ÖZKURT**

**Temmuz 2022, 52 sayfa**

Bu tezde BiSrCaCuO (BSCCO) süperiletken ailesinde Bi-2212 fazının, düşük peletizasyon basıncı altında farklı bekleme sürelerinin uygulanmasıyla değişen süperiletkenlik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışma için en kararlı termodinamiksel yapıya sahip olduğundan dolayı BSCCO ailesinin Bi-2212 fazı tercih edilmiştir. Bu çalışmada Bi-2212 seramikler geleneksel katı hal reaksiyonu yöntemi kullanılarak hazırlanmış ve presleme aşamasında ise 114 MPa sabit peletizasyon basıncı da 12 saat ile 72 saat arasında değişen farklı bekleme süreleri uygulanmıştır. XRD grafiklerinden tüm örneklerin yüksek oranda Bi-2212 fazına sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca ikincil faz olarak sadece Bi<sub>2</sub>CaO<sub>4</sub> fazı tespit edilmiştir. Bu uygulanan peletizasyon basıncı literatüre göre düşük seçilmiş olsa bile yüksek termodinamik kararlılığı nedeniyle yüksek oranda Bi-2212 fazının oluşumu tüm örnekler de gerçekleşmiştir. SEM sonuçları, tüm örneklerin farklı tane boyutlarına sahip olmaları dışında, rastgele tane yönelimleri ve homojen faz oluşumu ile benzer tane morfolojisine sahip olduklarını göstermiştir. Tüm örnekler için M-T (manyetizasyon-sıcaklık) eğrisinden elde edilen T<sub>c</sub> değerleri 77-82 K aralığında olup Bi-2212 fazının ideal oranlarda oluştuğunu göstermektedir. Hazırlanan örneklerin manyetik özellikleri M-H (Manyetik histerezis) ve manyetik J<sub>c</sub> eğrileri (Bean modeli çerçevesinde hesaplanan kritik akım taşıma yoğunluğu) 15 K'de incelenmiştir. Bu çalışmada, 114 MPa sabit peletizasyon basıncı altında 12 saatlik bekleme süresinin, Bi-2212 fazı için en iyi süperiletkenlik özelliklerini ve en yüksek J<sub>c</sub> değerlerini (T=15 K ve H=1.5 T'de 1.605 x 10<sup>4</sup> A/cm<sup>2</sup>) sağladığı bulunmuştur. Ayrıca örneklerin akı çivileme özelliklerini daha iyi incelemek için J<sub>c</sub> ve B değerlerinden çivileme kuvvet yoğunluğu (F<sub>p</sub>) hesaplanmıştır. Maksimum çivileme kuvveti (3.929 Oe A/cm<sup>2</sup>, T= 15 K ve H= 1.95 T), 114 MPa altında 12 saatlik bekleme süresine tabi olan örnekte elde edilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** BSCCO, Peletizasyon Basıncı, SEM, XRD, Kritik Sıcaklık Değeri, Kritik Akım Yoğunluk Değeri

## ABSTRACT

### SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF Bi-2212 SUPERCONDUCTORS UNDER LOW PELLETIZATION PRESSURE WITH DIFFERENT DWELL TIMES

EMİNE KARA

Master Thesis, Department of Energy Systems Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Berdan ÖZKURT

July 2022, 52 pages

In this thesis, the superconducting properties of the Bi-2212 phase in the BiSrCaCuO (BSCCO) superconductor family, which change with the application of different residence times under low pelletization pressure, were investigated. For this study, the Bi-2212 phase of the BSCCO family was preferred because it has the most stable thermodynamic structure. In this study, Bi-2212 ceramics were prepared using the conventional solid state reaction method and different residence times ranging from 12 hours to 72 hours were applied at a constant pelletization pressure of 114 MPa during the pressing stage. It was seen from the XRD plots that all samples had high Bi-2212 phase. In addition, only Bi<sub>2</sub>CaO<sub>4</sub> phase was detected as the secondary phase. Even though this applied pelletization pressure was chosen low according to the literature, due to its high thermodynamic stability, the formation of a high rate of Bi-2212 phase occurred in all samples. SEM results showed that all samples had similar grain morphology with random grain orientation and homogeneous phase formation, except that all samples had different grain sizes. The T<sub>c</sub> values obtained from the M-T (magnetization-temperature) curve for all samples are in the range of 77-82 K, showing that the Bi-2212 phase is formed at ideal ratios. The magnetic properties of the prepared samples were investigated by M-H (Magnetic hysteresis) and magnetic J<sub>c</sub> curves (critical current carrying density calculated within the framework of the Bean model) at 15 K. In this study, it was found that a 12 hour dwell time under 114 MPa constant pelletization pressure provided the best superconductivity properties and the highest J<sub>c</sub> values (1.605 x 10<sup>4</sup> A/cm<sup>2</sup> at T=15 K and H=1.5 T) for the Bi-2212 phase. In addition, the nailing force density (F<sub>p</sub>) was calculated from the J<sub>c</sub> and B values to better examine the flux nailing properties of the samples. The maximum nailing force (3.929 Oe A/cm<sup>2</sup>, T= 15 K and H= 1.95 T) was obtained in the sample subjected to a holding time of 12 hours under 114 MPa.

**Keywords:** BSCCO, Pelletization Pressure, SEM, XRD, Critical Temperature Value, Critical Current Density Value

## ÖNSÖZ

Yüksek Lisans çalışmam boyunca sosyal ve akademik olarak her türlü bilgi paylaşımı ile desteğini esirgemeyen çok değerli Tez Danışman Hocam Prof. Dr. Berdan ÖZKURT'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Görüş ve tecrübeleriyle çalışmamın gelişmesine önemli katkılarda bulunan değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Pınar ÖZKURT'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Yüksek Lisans eğitim sürecim boyunca katkılarından dolayı tüm Teknoloji Fakültesi öğretim üyelerine teşekkür ederim. Destekleriyle her an yanımda olan değerli ailem; annem Şükriye Metin KARA ve babam Azmi KARA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.



## İÇİNDEKİLER

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

### BÖLÜM I

#### SÜPERİLETKENLER

1.1. Süperiletkenlik ve Keşfi .....	5
1.2. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ ) .....	6
1.3. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	7
1.4. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ ).....	8
1.5. Sıfır Direnç .....	9
1.6. İzotop Etkisi .....	9
1.7. Temel Deneysel Gerçekler .....	9
1.7.1. Akı Kuantumlanması.....	9
1.7.2. Josephson Etkisi .....	11
1.7.3. Meissner-Ochsenfeld Etkisi .....	12
1.8. Tip I ve Tip II Süperiletkenler.....	14
1.9. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri .....	15
1.10. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi .....	16
1.11. Süperiletken Teknolojisinin Kullanım Alanları.....	17

### BÖLÜM II

#### ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. BSCCO Sistemi ile Daha Önce Yapılmış Çalışmalar .....	19
--	----

## **BÖLÜM III**

### **MATERYAL VE METOT**

3.1. Malzeme Hazırlama Yöntemleri .....	31
3.1.1. Katı Hal Tepkime Yöntemi .....	31
3.1.2. Eritme Dökme Yöntemi.....	32
3.1.3. Cam- Seramik Yöntemi .....	33
3.2. Örneklerin Hazırlanması .....	33

## **BÖLÜM IV**

### **BULGULAR VE TARTIŞMA**

4.1. XRD Çalışmaları.....	35
4.2. SEM Analizleri.....	37
4.3. Kritik Geçiş Sıcaklığın Belirlenmesi .....	38
4.4. DC Manyetik Özellikleri .....	40

<b>SONUÇ VE ÖNERİLER .....</b>	<b>44</b>
--------------------------------	-----------

<b>KAYNAKÇA.....</b>	<b>45</b>
----------------------	-----------

<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>52</b>
-----------------------	-----------

## KISALTMALAR

**AC:** Alternatif Akım

**BSCCO:** Bi-Sr-Ca-Cu-O süperiletken sistemi

**DC:** Doğru Akım

**DCA:** Doğru Akım Tavlama İşlemi

**EDS:** Elektron Dağılım Spektroskopisi

**H<sub>c</sub>:** Kritik Manyetik Alan Değeri

**J<sub>c</sub>:** Kritik Akım Yoğunluğu

**LFZ:** Lazer Yüzer Bölge Yöntemi

**SEM:** Taramalı Elektron Mikroskobu

**T<sub>c</sub>:** Kritik Geçiş Sıcaklık Değeri (Süperiletkenliğe)

**T<sub>c</sub><sup>offset</sup>:** Sıfır Direnç Sıcaklık Değeri

**T<sub>c</sub><sup>onset</sup>:** Başlangıç Geçiş Sıcaklık Değeri

**XRD:** X- Işını Kırınım Ölçer

## TABLULAR LİSTESİ

Sayfa

<b>Tablo 4.1.</b> Bütün Örnekler için Hesaplanmış Olan Tanecik Boyutları .....	37
--	----



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

<b>Şekil 1.1.</b> Kamerlingh Onnes ve Ekibinin Hg Numunesi ile Yapmış Olduğu Deneye Dair Grafik.....	6
<b>Şekil 1.2.</b> Süperiletken Malzemeler için Sıcaklık-Direnç Grafiği .....	7
<b>Şekil 1.3.</b> Süperiletken Maddenin Kritik Manyetik Alanının ( $H_c$ ) Sıcaklıkla Değişimi.....	8
<b>Şekil 1.4.</b> Süperiletken Malzemenin Kritik Yüzey Faz Diyagramı .....	8
<b>Şekil 1.5.</b> Atomda Örgü İçerisinde Elektronların Cooper Çifti Oluşturması .....	11
<b>Şekil 1.6.</b> İki Süperiletken Malzemenin İnce Bir Yalıtkan Tabakayla Ayrılmasıyla Oluşturulan Eklem .....	11
<b>Şekil 1.7.</b> Harici Manyetik Alan $T < T_c$ iken Bir İletkenin Manyetik Durumu .....	13
<b>Şekil 1.8.</b> Harici Manyetik Alan $T > T_c$ iken Bir İletkenin Manyetik Durumu .....	13
<b>Şekil 1.9.</b> Meissner Etkisinin Görüldüğü Bir Deney .....	14
<b>Şekil 1.10.</b> Tip II Süperiletkeninde Karışık Durum .....	15
<b>Şekil 4.1.</b> A, B, C, D Örnekleri İçin XRD Desenleri.....	35
<b>Şekil 4.2.</b> A, B, C, D Örnekleri İçin SEM Görüntüleri .....	38
<b>Şekil 4.3.</b> Örnek A için $dM/dT$ 'nin Sıcaklıkla (T) Değişimi .....	39
<b>Şekil 4.4.</b> Bütün Örnekler için Mıknatıslanmanın (M) Sıcaklıkla (T) Değişimi .....	40
<b>Şekil 4.5.</b> 15 K'de $\pm 2T$ Harici Manyetik Alan Altında Bütün Örnekler için Ölçülen Manyetizasyon Histerezis Eğrileri .....	41
<b>Şekil 4.6.</b> 15 K'de Uygulanan Alanın bir Fonksiyonu Olarak Tüm Örnekler için Hesaplanan Kritik Akım Yoğunlukları.....	42
<b>Şekil 4.7.</b> 15 K'de Tüm Örnekler için Uygulanan Alana Karşı Akı Çivileme Kuvvetleri .....	43

## GİRİŞ

Günümüzde artan nüfus, iyileşen sosyo-ekonomik yaşam koşulları tüm hayatımızdaki elektrik enerjisine olan ihtiyacı gün geçtikçe arttırmıştır. Yeraltı kaynakları gibi temel elektrik üretim kaynaklarının sonlu olması enerji alanında farklı çözüm yolları arayışına girilmesine neden olmuştur. Yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelik bu yollardan biri olmakla birlikte bir diğer arayış ise enerjideki kayıpları en aza indirme çabalarıdır.

Elektrik kullanımında üç temel adım olan enerjinin üretimi, iletimi ve dağıtım aşamalarında en çok kayıp elektriğin iletimi ve dağıtım sırasında gözlenmektedir. Buna sebep iletim ve dağıtım hatlarında kullanılan tel ve kablolardaki iletkenin sahip olduğu öz dirençtir. Öz direnç kaynaklı enerji kayıplarını önlemek için üzerine araştırmalar yapılan bir alan da Süperiletken teknolojisidir. Belirli bir geçiş sıcaklığının altında sıfır direnç gösteren süperiletkenler bu kayıpları ortadan kaldırmak için kullanılacak en iyi çözüm yolları arasında görülmekte olup üzerine çok sayıda çalışma yapılmış ve günümüzde halen birçok araştırma gruplarınınca da yapılmaya devam edilmektedir. Özellikle insan sağlığına daha az zararı olan ve üretilmesi nispeten diğer süperiletkenlere göre daha kolay olan Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sistemini çalışmak oldukça avantajlıdır. BSCCO süperiletkenlerinin keşfinden bu yana (Maeda vd., 1988: 209-210), hem Bi-2212 hem de Bi-2223 fazları yüksek süperiletkenlik performanslarından dolayı kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Tanelerin boyutu ve yönelimi, taneler arasındaki zayıf bağların varlığı gibi seramiğin kalitesini belirleyen birçok parametre vardır.

Yüksek sıcaklıklı süperiletkenlerin üretiminde kullanılan teknik ve yöntemlerin hem tane büyümesini hem de tane yönelimini doğrudan etkilediği aşıkardır (Vieira vd., 2012: 9175-9180), (Kahraman vd., 2015: 14924-14929). Katı hal reaksiyon yöntemi ise basit ve maliyetsiz olması nedeniyle BSCCO malzemelerin üretiminde en sık kullanılan yöntemlerden biridir. İyi bilindiği gibi bu yöntem; öğütme, presleme ve ısıl işlem gibi basit işlemleri içerir. Ayrıca sinterleme sıcaklığı ve süresi, öğütme süresi gibi bu aşamaların optimizasyonu da istenilen fazların yüksek miktarda kullanılmasının yanı sıra düzgün bir kristalleşme sürecinde de çok önemlidir.

Süperiletken malzemelerin güncel hayatta yaygın şekilde kullanılmasını engelleyen en önemli nedenler bu malzemelerin kritik sıcaklık değerine inmedeki soğutma maliyetlerinin yüksek olması ve uygulanan yüksek manyetik alan değerlerinde düşük akım taşıma kapasitelerine ( $J_c$ ) sahip olmalarıdır. Süperiletken malzemelerin endüstriyel alanda kullanımlarının yaygınlaştırılması için mekanik özelliklerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri grubunda yer alan Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) süperiletkenler  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$  genel formülü ile ifade edilmektedir. Genel formüldeki n sayısı Cu-O katman sayısını vermektedir. Kritik geçiş sıcaklıkları n=1 için 30 K kritik geçiş sıcaklığı değerine sahip  $Bi_2Sr_2CuO_{6+y}$  (2201) fazı, n=2 için 85 K kritik geçiş sıcaklığı değerine sahip  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$  (2212) fazı ve n=3 için 110 K kritik geçiş sıcaklığı değerine sahip  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+y}$  (2223) fazı bulunmaktadır. Kritik geçiş sıcaklığı en yüksek değerini 2223 fazında vermesine rağmen termodinamik olarak en kararlı faz Bi-2212 fazıdır. BSCCO süperiletkenler; malzeme hazırlama yöntemleri, seçilen malzeme hazırlama teknikleri ve bu tekniklerde uygulanan üretim parametrelerinden (sinterleme sıcaklığı ve süresi, presleme basıncı vb.) hassas şekilde etkilenebilen sistemlerdir. BSCCO sistem içerisine temel yapıdan farklı element katkılama veya ekleme işleminin süperiletkenlik özellikleri geliştirdiği veya olumsuz etkiler yarattığı literatürden de bilinmektedir.

A.R. Abdulridha ve arkadaşları (Abdulridha vd.,2020:106967) katı hal reaksiyon yöntemi ile sentezlenen  $Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr_2W_{0.2}Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$  süperiletken örneğinde 850 °C'de 140 saat boyunca sinterleme aşamasında 0.2 ila 1.0 GPa arasında değişen farklı peletleme basınçlarının etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmiştir. Sonuç olarak yüzey morfolojisinin modifikasyonu nedeniyle kritik sıcaklığın ( $T_c$ ) 0.4 GPa basınç uygulanan örnekte 130 K'e ulaştığı bilgisini elde etmişlerdir.

Ayrıca Marconi ve arkadaşları (Marconi vd.,2013:355-359), 392 MPa aksenal basınç kullanarak 845 °C'de sinterlenen örneklerin, Bi-2223 fazının maksimum hacim fraksiyonuna ulaştığını göstermiştir. Elde ettikleri sonuçlar, uygun peletizasyon basıncının ve uygun sinterleme sıcaklığının seçilmesinin hem gözeneklilikte bir azalma hem de daha iyi tane sınırları sağladığını açıkça göstermiştir.

Seramik süperiletkenlerindeki tane morfolojisinin hem elektriksel hem de mekanik özellikler üzerinde önemli etkisinin olduğu açıktır. Bir malzeme küçük tanelerden oluşuyorsa çok fazla tane sınırına sahip olduğu anlamına gelmektedir. Böyle

bir durumda, tane sınırlarındaki yük taşıyıcı dağılımı artacağından elektriksel iletkenlik önemli ölçüde düşebilir. Bununla birlikte, tane boyutu daha küçük olduğunda dislokasyon kayması daha zor olacağından malzeme bir dış kuvvete karşı daha iyi mekanik özellik sergileyebilir (Benmessaoud vd.,2020:138835). Bu nedenle hem elektriksel hem mekanik özelliklerin aynı zamanda iyileştirilmesi oldukça önemlidir.

K. Habanjar ve arkadaşları katı hal reaksiyon yöntemini kullanılarak farklı peletizasyon basınçları altında (P= 0.3, 0.7, 1.0, 1.4 ve 1.9 GPa) Bi-2223 bulk/yığın örnekleri elde etmişlerdir (Habanjar vd.,2020:065702). 1.4 GPa peletizasyon basıncı altındaki örneğin Bi-2223 hacim yoğunluğunun %93,35'e kadar arttığı, Bi-2212 fazının hacim fraksiyonunun ise %6,66'ya kadar düşüş gösterdiği, çalışmalarından açıkça görülmektedir. Çalışmada optimum peletizasyon basıncının seçimi (1.4 GPa), tane yapısındaki gözeneklilikte azalma ve daha iyi homojen yapı oluşmasından dolayı mekanik özelliklerde gelişme sağlamıştır.

M. E. Aytekin ve arkadaşları daha önce katı hal reaksiyon yöntemi ile hazırladıkları Bi-2212 seramik malzemelerinin süperiletkenlik özellikleri üzerine yüksek peletizasyon basıncının etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmiştir (Aytekin vd., 2015:1799-1805), (Ozkurt vd.,2016:8068-8073). Bu çalışma ile 6 GPa peletizasyon basıncı altında 6 ve 12 saat bekletme süreleri ile tane bağlanabilirliğindeki gelişme sayesinde  $J_c$  değerlerinde artış olduğu açıkça görülmektedir. Yüksek peletizasyon basınçlarından yararlanmanın yanı sıra, BSCCO seramiklerinin düşük peletizasyon basıncı altında hazırlandığında, tane oryantasyonu ve tane sınırlarının kalitesinin araştırılması da üzerinde çalışılması gereken önemli bir konudur.

K. Kocabaş ve arkadaşları 150 MPa ve 750 MPa peletizasyon basıncı altında geleneksel katı hal reaksiyon yöntemi ile örnekler kullanılarak hazırladıkları Sistem I:  $Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  ve Sistem II:  $Bi_{1.6}Pb_{0.3}Ag_{0.1}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  için sıkıştırma basıncının etkisini araştırmışlardır (Kocabaş vd.,2010:397-410). Sonuç olarak P. Sen ve arkadaşlarının çalışması (Sen vd.1995:306-310) ile tutarlı olarak 100 MPa ve 500 MPa arasındaki örneklerin peletizasyon basıncının, oksijen içeriğini dolayısıyla başlangıç sıcaklığını etkilemediğini göstermişlerdir. Öte yandan, düşük peletizasyon basıncının halen örneklerin yoğunluğu, tane boyutları, süperiletken fazlarının saflığı ve taneler arasındaki boşluk miktarı ve dolayısıyla  $J_c$  değerleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir.

Buna göre K. Kocabaş ve arkadaşları, BSCCO seramik süperiletkenleri için optimum sıkıştırma basıncının 450 MPa civarında olduğunu gösterdi.

I.A Fradina ve arkadaşları 100-500 MPa altındaki peletizasyon basıncının Bi-2223 örneklerinin kalitesi üzerindeki etkisini araştırdıkları bir çalışma gerçekleştirmişlerdir (Fradina vd., 1999: 81-85). Çalışmalarında örnekler 150, 200 ve 250 saat boyunca sinterlemeden önce 100 ile 500 MPa arasında sıkıştırılır. Sonuçlar, peletizasyon basıncının 850 °C'de 400 ila 500 MPa arasında uygulanması gerektiğini göstermiştir.

Bi-2212 süperiletkenler düşük peletizasyon basıncı uygulanarak üretildiğinde, ortaya çıkan tane sınırlarını ve tane yönelimlerini incelemek ve bunları  $J_c$  modifikasyonu ile ilişkilendirmek de çok önemlidir.

Bu çalışmada amacımız 114 MPa sabit peletizasyon basıncı altında farklı bekleme süreleri (12, 24, 48 ve 72 saat) seçerek Bi-2212 seramiklerinin fiziksel ve manyetik özelliklerinin değişimini incelemektir. BSCCO sisteminde farklı başlangıç bileşimlerinin kullanılmasının literatürde bildirildiği gibi büyük miktarlarda Bi-2212 ve Bi-2223 gibi farklı fazların oluşmasına yol açabileceği vurgulanmaktadır (Venkataswamy vd.,2014:7). Sonuç olarak bu çalışma da yüksek miktarda saf Bi-2212 fazı elde etmek için örnekler, katı hal reaksiyon yöntemiyle  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  (Bi-2223) başlangıç bileşiminden üretilmiştir.

Bu çalışma dört bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde süperiletkenlik ve süperiletken teknolojisini hakkında bilgiler sunulmuştur. Süperiletkenlik kavramı, süperiletkenliğin keşfi, süperiletkenlerin karakteristik özellikleri, temel deneysel gerçekleri, süperiletken çeşitleri, geçmişten günümüze gelişimi ve süperiletken teknolojisinin kullanım alanları hakkında bilgiler sunulmuştur. İkinci bölümde daha önce yapılmış olan benzer çalışmalardan bilgiler sunulmuştur. Üçüncü bölümde materyal ve metot bilgileri ile malzeme hazırlama yöntemleri hakkında bilgiler sunulmuştur. Son bölümde yapılan çalışmadan elde edilen bulgular ve tartışma paylaşılmıştır.

## BÖLÜM I

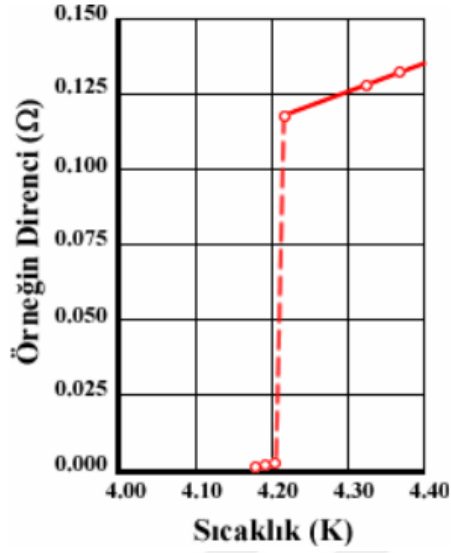
### SÜPERİLETKENLER

Bu bölümde süperiletkenlik kavramından, süperiletkenliğin keşfinden, süperiletkenlerin kritik sıcaklık değeri ( $T_c$ ), kritik manyetik alan değeri ( $H_c$ ), kritik akım yoğunluğu değeri ( $J_c$ ), sıfır direnç ve izotop etkisi gibi temel süperiletkenlik özelliklerinden bahsedilmiştir. Bilinen temel deneysel gerçekler, Tip I ve Tip II süperiletkenleri ile yüksek sıcaklık süperiletkenleri hakkında bilgiler sunulmuştur. Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi ve süperiletken teknolojisinin kullanım alanları hakkında bilgiler verilmiştir.

#### 1.1. Süperiletkenlik ve Keşfi

Elektrik enerjisi, hayatımızın vazgeçilmez bir parçası haline gelmiş, başka enerji türlerine de dönüştürülebilir bir enerji çeşididir. Elektrik akımı, negatif elektrik yükü olan elektronların titreşimi sayesinde yükler arasında oluşan enerji aktarımına denilmektedir. İletkenlik, bir elektrik yükünün veya ısının bir malzemedan kolayca geçebilmesinin bir ölçüsüdür. Bununla birlikte malzemelerin elektrik akımına ne kadar güçlü direndiğinin ölçüsünü gösteren öz direnç özellikleri vardır. Bir iletkenin öz direnci, iletkenin cinsi ve sıcaklığına bağlıdır. Malzemenin öz direnci ne kadar düşükse o kadar iyi bir iletkenidir.

İlk defa 1911 senesinde Leiden Üniversitesinde Hollandalı Fizikçi Heike Kamerlingh Onnes tarafından, sıcaklığın azaltılmasıyla iletkenin sahip olduğu direncin sıfıra düşebildiği gerçeği gösterilmiştir. Onnes, helyum gazını sıvılaştırıp sıcaklığı 4 K (-269 °C) değerine düşürmüştü, saf metalik cıvanın (Hg) bu sıcaklıktaki direncinin sıfır değerine düştüğünü yaptığı deneysel çalışmada gözlemlemiştir (Onnes, 1911). Kamerlingh Onnes bu durumu mükemmel iletken anlamında Süperiletken olarak isimlendirmiştir. Belli bir malzemenin direncinin, sıcaklık sıfırın altına düşürüldüğünde tamamen sıfır olması durumuna süperiletkenlik denilmektedir. Süperiletken malzeme, normal şartlar altında elektrik direnci gösterirken, kritik sıcaklık denilen  $T_c$  civarlarında elektrik direnci aniden sıfıra düşerek süperiletkenlik fazına geçiş yapmaktadır (Şekil 1.1.).



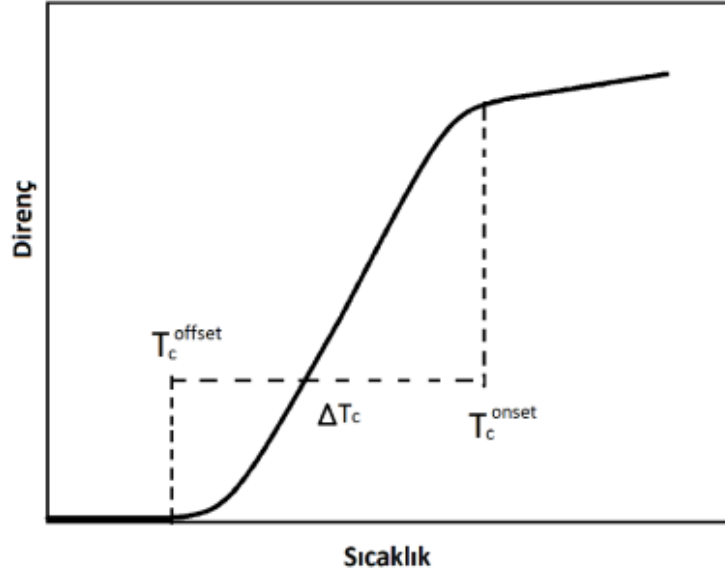
**Şekil 1.1.** Kamerlingh Onnes ve Ekibinin Hg Numunesi ile Yapmış Olduğu Deneye Dair Grafik

**Kaynak:** Ginzburg ve Andryushin, 2004.

Bu durumu farklı çalışmalar üzerinde de değerlendiren Onnes; süperiletken malzemelerin sıcaklıktan, elektrik akımından ve manyetik alandan etkilenebileceğini de göstermiş ve bu çalışmaları sayesinde de 1913 yılında Nobel ödülü almıştır.

## 1.2. Kritik Sıcaklık ( $T_c$ )

Süperiletken maddenin, süperiletkenliğin karakteristik özellikleri olan sıfır direnç özelliğini göstermeye başladığı sıcaklık değeri kritik sıcaklık ( $T_c$ ) olarak adlandırılmaktadır. Kritik sıcaklık değeri “onset” ( $T_c^{\text{onset}}$ ) ve “offset” ( $T_c^{\text{offset}}$ ) olmak üzere iki farklı sıcaklık değerinden oluşmaktadır. Şekil 1.2’de görüldüğü üzere eğrinin doğrusallıktan çıktığı ilk nokta (başlangıç geçiş sıcaklığı)  $T_c^{\text{onset}}$  değerini gösterirken, direncin tamamen sıfırlandığı nokta  $T_c^{\text{offset}}$  değerini göstermektedir. Bu iki sıcaklık değerinin farkı, sıcaklık gradyentini verir ( $\Delta T = T_c^{\text{onset}} - T_c^{\text{offset}}$ ) (Kış, E., 2005). Bu kritik sıcaklık değeri maddeden maddeye değişiklik göstermekle beraber bilinen süperiletken maddelerin ortalama kritik sıcaklık değerleri 20 Kelvin ve 1 Kelvin arasında değişiklik göstermektedir. Bütün süperiletkenlerin kritik sıcaklıkları oda sıcaklığının altında olduğu için, istenilen sıcaklık değeri sıvılaştırılmış gazlar veya atmosferik basınçla elde edilmektedir. Süperiletkenin sahip olduğu kritik sıcaklık değerini öğrenmek için direnç ölçümlerinden ya da manyetik duyunluk ölçümlerinden faydalanılmaktadır.



**Şekil 1.2.** Süperiletken Malzemeler için Sıcaklık-Direnç Grafiği

**Kaynak:** Arebat, 2018:5.

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

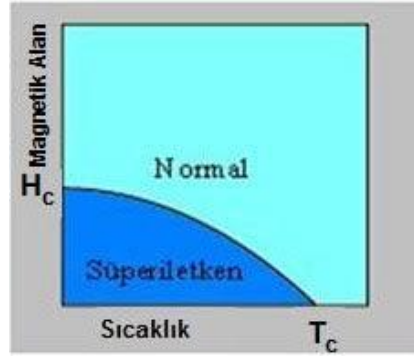
Süperiletkenlik fazına geçiş için kritik sıcaklık değeri ( $T_c$ ) kadar önemli olan bir diğer parametre de kritik manyetik alan değeridir ( $H_c$ ). Bir malzeme süperiletkenlik fazında iken üzerine dışarıdan harici bir manyetik alan uygulandığı zaman, malzeme bu manyetik alanı belirli bir değere kadar tolere edebilmekte ve süperiletkenlik özelliğini kaybetmemektedir.

Ancak güçlü bir manyetik alan uygulandığında süperiletkenlik faz özellikleri yok olabilmekte ve tekrardan malzeme direnç gösterebilmektedir.

Kritik Manyetik Alan Formülü:

$$H_c = H(0) [1 - (T/T_c)^2]$$

Malzemenin cinsine bağlı olan Kritik Manyetik alan değeri, formülden de anlaşıldığı üzere sıcaklığa da bağlıdır.



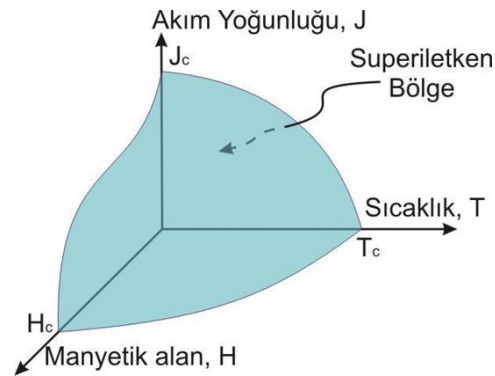
**Şekil 1.3.** Süperiletken Maddenin Kritik Manyetik Alanının ( $H_c$ ) Sıcaklıkla Değişimi

**Kaynak:** Arebat, 2018: 5.

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

Kritik akım yoğunluğu değeri; bir süperiletken malzemede, akımın bir dirençle karşılaştığı andaki büyüklüğüdür. Süperiletken malzemede direnç, yüzey üzerinde rastgele bir yerde toplam manyetik alan kritik manyetik alan değeri ( $H_c$ )'ye ulaştığı anda görülmektedir ve bu manyetik alan değeri ise malzemenin geometrik şekillerine bağlı olup, malzemenin tüm yüzeylerinde aynı şekilde etki etmemektedir.

Süperiletkenlik fazının oluşumuna mâni olabilecek parametrelerden biri olan Kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ ,  $A/cm^2$ ) bir süperiletkenin birim kesitinden geçen akım miktarı olarak tanımlanabilmektedir. Haricen maruz kalınan herhangi bir manyetik akı olmadığı zaman, süperiletken malzeme tarafından iletilen akım kendi manyetik alanını oluşturur, bu alan süperiletken malzeme içerisinde, süperiletkenlik özelliklerini yok edici etki gösterir.



**Şekil 1.4.** Süperiletken Malzemenin Kritik Yüzey Faz Diyagramı

**Kaynak:** Ekizer, 2013: 6.

## 1.5. Sıfır Direnç

Malzemenin süperiletkenlik fazına geçtiğinin en iyi anlaşıldığı parametrelerden biri de kritik sıcaklık değerinde aniden sıfır direnç göstermeleridir.

Metallerde direnç safsızlıkları, fononlardan, kristal kusurlarından dolayı elektronların saçılmaları ile oluşmaktadır. Saf metallerde direnç sadece fononların elektronları saçmasından kaynaklanmaktadır. Saf metallerde fononlar sadece sıcaklığa bağımlılık gösterdiğinden, çok düşük sıcaklıklara düştükçe direncin de sıfıra düşmesi beklenmektedir. Herhangi bir metal malzeme her zaman safsızlıklar bulundurduğundan dolayı elektronlar da sıcaklıktan bağımsız şekilde saçılmaya devam edecek ve sıcaklık çok düşük değerlere düşse dahi direnç göstermeye devam edecektir.

Süperiletken malzemede ise sıcaklık düştükçe malzemenin elektriksel direnci de düşmekte kritik sıcaklık değerine ulaşıldığında ise direnç aniden sıfıra düşmektedir. Yani bu durumda akım taşıma sırasında herhangi bir kayıp olmayacaktır.

## 1.6. İzotop Etkisi

Proton sayısı aynı, nötron sayıları farklı atomlara İzotop atom denilmektedir. Emanuel Maxwell 1950'li yıllarda cıvanın farklı izotopları üzerine çalışmalarda bulunmuş, süperiletken özellik gösterebilmeleri için farklı sıcaklıklar gerektirdiklerini bulmuştur. Kristal örgünün bir karakteristiği olan izotop kütlesi, örgü özelliklerini de etkilemektedir. Her izotopun kendine has bir örgü yapısı vardır. Sonuç olarak süperiletkenlik, izotop kütlesine yani örgü durumuna da bağlıdır. 1957'de üç bilim insanı John Bardeen, N. Cooper, John Schrieffer BCS kuramını ortaya çıkarmıştır. Kurama göre, süperiletkende normal hareket eden elektronlar, Cooper çifti oluşturduklarında değişik bir kuantum durumuna olanak sağlamaktadır. Elektron- fonon etkileşmesi de süperiletkenliğe yol açmaktadır ve bu da süperiletkenlerin neden normal şartlar altında birer kötü iletken olduğunu açıklamaktadır.

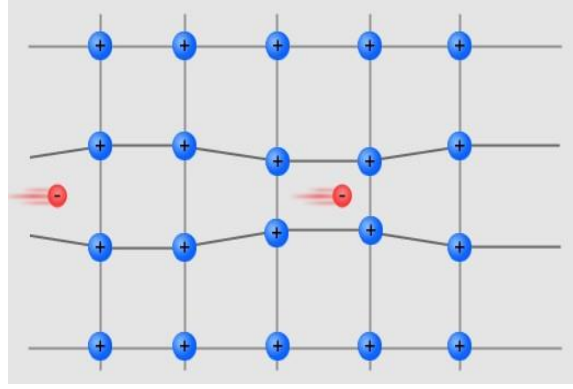
## 1.7. Temel Deneysel Gerçekler

### 1.7.1. Akı Kuantumlanması

Süperiletken herhangi bir halkaya bir elektrik akımı uygulandığında, öz direnci sıfır olduğundan elektrik akımı sonsuz sayılabilecek kadar uzun süre halkada bulunmaya devam edebilir. 1950 yılında Fritz London yapmış olduğu çalışmada süperiletkenliğin temelde bir kuantum olayı olduğunu göstermiştir. Bu çalışmaya göre

süperiletken bir halka  $T > T_c$  sıcaklık değerinde iken manyetik alan içerisine konulursa, manyetik alan çizgileri bu durumda halkanın içerisinden geçmektedir. Sonrasında bu halka  $T_c$  kritik sıcaklık değerinin altına soğutulursa süperiletkenlik fazına geçmektedir. Daha sonra dış manyetik alan kapatıldığında, kapatılma anından itibaren Faraday'ın indüksiyon yasası gereği azalma gösteren manyetik akıyı karşılamak için süperiletken halkada akım indüklenir. Süperiletken malzemedeki akımın davranışı, atomun orbitalindeki bir elektronun davranışına benzemektedir. Süperiletken bir halkadan geçen manyetik akı ( $\Phi = B.A$ ) kuantumlanmıştır. Yani  $\Phi_0$  temel akı kuantumu ve  $n$  tamsayıyı ifade edecek şekilde halkadan geçen manyetik akı  $\Phi = n.\Phi_0$  olmaktadır.

Atomların ortak titreşim nicesi olan fononlar ile malzemenin elektriksel özelliklerinden sorumlu elektronlar süperiletkenler için oldukça önemlidir. Çünkü Bardeen- Cooper- Schrieffer'in BCS Teorisinde açıklandığı üzere Cooper çiftlerinin oluşturulmasında fononlar etkin rol oynar. 30 K sıcaklığının altındaki süperiletkenler için geçerli olan BCS Teorisine göre süperiletkenlik olayı elektron-fonon etkileşmesinden kaynaklanmaktadır. Elektronlar kristal bir örgü içerisinden geçerken, pozitif yüklü iyonları etkileyerek örgüde içe doğru bir bükülme gözlenir ve fononları oluşturur. Bu fononlar deforme olmuş olan bu alanda pozitif yük oluşturarak arkadan gelen elektronların da aynı bölgeden geçmesini sağlar. Bu geçiş sırasında iki elektron birbiriyle etkileşim kurmuş olup elektron çiftlerinden oluşan minimum enerji hali (süperiletken hal) gerçekleşmiş olur. Bu elektron çiftlerine 'Cooper Çiftleri' denilmektedir (Şekil 1.5). Elektronların çiftler halinde geçmesini sağlayan bu olaya 'Fonon yardımıyla eşleşme' denilmekte ve süperiletkenliğe olanak sağlamaktadır. Cooper çiftini oluşturan elektronlar, malzeme içerisinde serbestçe dolaşan elektronlardır. Elektronların tek etkileşim mekanizması bu değildir, özellikle süperiletkenlerde başka mekanizmaların olduğu düşünülmektedir. Bütün malzemelerin süperiletken olmamasının bir nedeni de Cooper Çifti oluşturabilecek derecede kuvvetli bir etkileşimin olmaması olabilir.

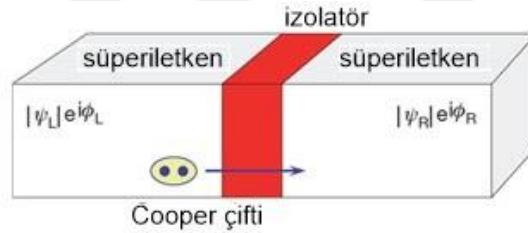


**Şekil 1.5.** Atomda Örgü İçerisinde Elektronların Cooper Çifti Oluşturması

**Kaynak:** Açıkgöz, 2013: o.w.c.

### 1.7.2. Josephson Etkisi

Brian D. Josephson 1962 yılında yapmış olduğu çalışmada Kuantum Mekanik'i ilkeleriyle çok ince bir yalıtkanla ayrılmış iki süperiletkende oluşan histeretik akım – gerilim karakteristiğini açıklamıştır. Çalışmada; süperiletken metal bir malzemedeki enerji aralığının ölçülmesi için iki süperiletken malzeme çok ince yalıtkan bir film ile tünelleme vasıtası ile geçerek oluşturdukları akım incelenmiştir (Şekil 1.6).



**Şekil 1.6.** İki Süperiletken Malzemenin İnce Bir Yalıtkan Tabakayla Ayrılmasıyla Oluşturulan Eklem

**Kaynak:** Tükel, 2013: 6.

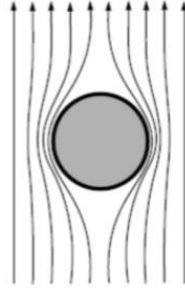
Tünelleme olayının gerçekleşebilmesi için sistemin tünellemeden önce ve sonra enerjisinin aynı olması gerekir. Buna ek olarak elektronlar tünelleme yapacakları boş parçacık durumlara da sahip olmalıdır. Metaller arası mesafe büyük olmamalıdır, eş uyum uzunluğu kadar olması gerekir. Cooper çiftlerinin tünelleme ihtimalinin tek bir elektronun tünelleme yapma ihtimalinden daha az olması beklenirken, yapılan deneyler tünelleme ihtimalinin tek bir elektron için de Cooper çifti için de aynı olduğunu göstermiştir.

Josephson Etkisi iki tipe ayrılmaktadır: AC Josephson Etkisi ve DC Josephson Etkisi. DC Josephson olayında, iki özdeş süperiletken arasına konmuş çok ince bir yalıtkan film varlığında, süperiletken içindeki tüm elektron çiftleri aynı fazda olduğundan harici bir voltaj uygulanmadığı takdirde ve sıcaklık mutlak sıfırın üzerinde bir değerde olduğu sürece iki yönde de tünelleme yapma ihtimalleri olduğu için bir akım oluşmaz. Farklı süperiletkenler kullanılarak oluşturulan bir eklemde ise harici bir voltaj uygulanmasa da eklemde akım geçecektir. Voltaj farkı olmadan bu şekilde geçen akıma Josephson Akımı denilmektedir. Josephson akımı belirlenirken eklemde kullanılan farklı iki süperiletken tabakasına ait elektronların dalga fonksiyonlarının faz farkı  $\Phi = \Phi_1 - \Phi_2$  kullanılır. Burada oluşan akımı bu iki süperiletken tabakaya ait elektronların faz farkı oluşturmaktadır.

Eklem farklı süperiletken malzemelerden oluşturulup doğru akım voltajı uygulandığı takdirde AC devresinde olduğu gibi elektromanyetik dalga yayar. Bu duruma AC Josephson etkisi denilmektedir. Sabit V voltajı eklemde uygulandığı zaman elektron çifti yalıtkan tabakayı geçerek 2 eV değerinde bir enerji kazanır. Normal şartlardaki bir metalde dirence karşı kullanılan bu enerji süperiletkenlerde direnç olmadığı için enerji harcanmamış olacak ve elektron çiftlerinin sahip olduğu bu enerji  $w = 2eV/h$  frekans değerinde ışık kuantumu olacaktır.

### **1.7.3. Meissner – Ochsenfeld Etkisi**

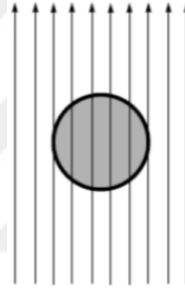
Normal bir iletkenin, iletkenliğini değiştirmeyecek derecede zayıf bir harici manyetik alan içerisindeki davranışı iki şekilde incelenmektedir. Birincisinde, dış manyetik alan olmadan malzeme kritik sıcaklık değerinin altına kadar soğutulur ve sonrasında harici manyetik alana maruz bırakılır; iletkene sirayet eden manyetik alan, Lenz Kanunu gereğince uygulanan alana ters yönde bir manyetik alan oluşturacak şekilde iletkende akım indükler. Şekil 1.7’de görüldüğü üzere bu durumda iletken dahilindeki manyetik alan sıfırdır.



**Şekil 1.7.** Harici Manyetik Alan  $T < T_c$  iken Bir İletkenin Manyetik Durumu

**Kaynak:** Bilgili, 2013: 7.

$T > T_c$  halinde malzemenin sahip olduğu öz direnç sınırlı bir değerdedir. Bu sebeple malzemeye uygulanan harici manyetik alan malzeme içerisine nüfuz eder ve bu malzeme kritik sıcaklık değerinin altında bir değere soğutulduğunda Şekil 1.8’de görüldüğü gibi manyetik alan malzemenin içerisinde kalır.



**Şekil 1.8.** Harici Manyetik Alan  $T > T_c$  iken Bir İletkenin Manyetik Durumu

**Kaynak:** Bilgili, 2013: 7.

Süperiletken malzemenin içindeki manyetik alan değerinin her zaman sıfır olduğu, kritik sıcaklık değerinin altına soğutulması veya harici manyetik alan uygulanması işlemlerinden bağımsız olduğu yaptıkları çalışmalar ile W. Meissner ve R. Ochsenfeld tarafından gösterilmiş ve Meissner – Ochsenfeld Etkisi olarak adlandırılmıştır.

Bir harici manyetik alanda iken kritik sıcaklık değerinin altına soğutulan süperiletken malzemenin içindeki manyetik alan daima sıfırdır. Aynı şekilde kritik sıcaklık değerinin altına soğutulduktan sonra bir harici manyetik alana maruz bırakılan süperiletken malzemenin içindeki manyetik alan değeri de her zaman sıfırdır. Meissner etkisine dair bir deney Şekil 1.9’da gösterilmiştir.

Manyetizasyon ile ilgili denklemler göz önüne alınırsa;

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M})$$

( $\vec{M}$ : Manyetizasyon,  $\vec{B}$ : Manyetik indüksiyon ve  $\vec{H}$ : Dış manyetik alan)  $\vec{H}$  dış manyetik alanı küçük bir değer olduğu sürece malzeme mıknatıslanır ve  $T_c$  kritik sıcaklık değerinin üstünde  $\vec{B}=0$  'dır. Sıcaklık  $T_c$  değerine ulaştığı zaman

$$\chi(T) = \frac{\vec{M}}{\vec{H}} = -1$$

Denklemindeki Manyetik alınganlık Değerini elde edebilmek için B, malzemenin dışına atılır ki bu durum malzemenin  $T < T_c$  değerinde mükemmel diyamanyetik özellik sergilediği anlamına gelmektedir.



**Şekil 1.9.** Meissner Etkisinin Görüldüğü Bir Deney

**Kaynak:** 2012: i.b.o.

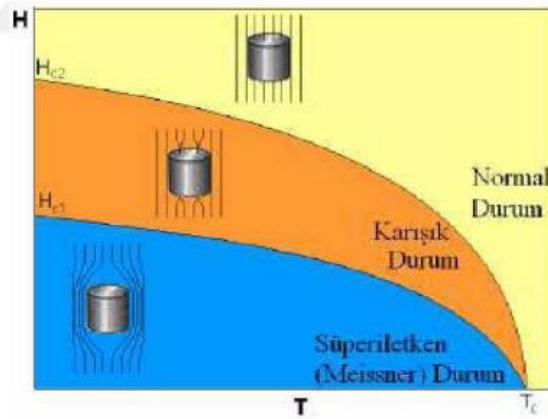
### 1.8. Tip I ve Tip II Süperiletkenler

Süperiletkenler manyetik alana karşı verdikleri tepkiye göre Tip I ve Tip II olarak iki ana gruba ayrılmaktadır. Tip I Süperiletkenler normal şartlar altında oda sıcaklığında iletken özellik gösteren metal ve metaloidler iken Tip II Süperiletkenler daha yüksek sıcaklıklarda elde edilebilen metalik bileşik ve alaşımlardan oluşmaktadır.

Tip I Süperiletkenleri; düşük sıcaklık süperiletkenleridir. Düşük kritik manyetik alana sahip, Meissner etkisine mükemmel uyum gösterebilmekte, manyetik alanı içine almamaktadır. Düşük yoğunluklu harici manyetik alanla süperiletken hali kolayca kaybolabilmekte olduğundan Yumuşak Süperiletken de denilmektedir. Hafif safsızlık Tip I süperiletkenlerinin süperiletkenlik özelliğini etkilemez.

Klasik süperiletken de denilen Tip I Süperiletkenlere kritik manyetik alan değerinin ( $H_c$ ) üzerinde herhangi bir harici manyetik alan uygulandığı zaman ani ve keskin bir şekilde süperiletkenlik özelliğini kaybedip normal durumuna döner.  $H_c$  değerleri mutlak sifıra yakındır bu nedenle süperiletken mıknatıs yapımına pek elverişli değildir.

Tip II Süperiletkenleri; yüksek sıcaklık süperiletkenleridir. Yüksek kritik manyetik alana sahiptir. Meissner etkisine kısmen uygundur, malzemenin içine manyetik alan girebilmektedir. Tip II Süperiletkenlerinin, Tip I süperiletkenlerinde olduğu gibi süperiletken duruma geçiş ani şekilde gerçekleşmemektedir. İki farklı kritik manyetik alan değerine sahiptir. Şekil 1.11’de görüldüğü üzere  $H_{c1}$  değerine kadar akı malzeme içine nüfuz etmemektedir.  $H_{c1}$  değerinden  $H_{c2}$  değerine kadar akı malzeme içine kısmen nüfuz etmekte ancak süperiletkenlik özellik de devam etmektedir. Bu bölgeye ‘Karma Bölge’ denilmektedir.  $H_{c2}$  değerinden sonra ise malzeme süperiletkenlik özelliğini kaybederek normal faza geçer. Hafif safsızlık, tip II süperiletkenlerinin süper iletkenlik özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir.



**Şekil 1.10.** Tip II Süperiletkeninde Karışık Durum

**Kaynak:** 2022: a.a.e.

Yıllar içerisinde yapılan çalışmalarla Tip I Süperiletkenlerinin element, Tip II Süperiletkenlerinin ise bileşik ya da alaşım olduğu anlaşıldı.

### 1.9. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Süperiletken malzemelerin günlük hayatta kullanılabilir hale gelebilmesi, teknolojinin gelişebilmesi ile günlük hayatın da kolaylaşması açısından önemlidir. Bu

nedenle süperiletkenler bilim insanlarının ilgisini daima üzerine çekmiş ve daha yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik özellik gösteren malzemeler araştırılmaya devam etmektedir. 1986 yılı itibariyle Zürich IBM Araştırma Laboratuvarında J. George Bednorz ve Karl Alex Müller çok büyük bir keşif yapmış ve baryum, lantan ve bakırın karışık fazdaki seramiğinin 35 K civarında süperiletkenlik özelliklerini gösterdiğini gözlemlemişlerdir. Dikkatleri üzerine çeken bu çalışmaların ardından bilim insanları,  $T_c$  kritik sıcaklık değerini 36 K değerine yükseltmeyi, stronsiyumu baryum yerine koyarak başarmışlardır. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri bu gelişmeler ile bütün dikkatleri üzerine çekmeyi başarmıştır. Böylelikle 1986 yılı Yüksek sıcaklık süperiletkenleri için başlangıç kabul edilir. 1986 yılından bu yana La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O sistemleri bulunmuş ve Hg tabanlı süperiletken malzemelerde kritik sıcaklık değeri 166 K değerine kadar yükseltilebilmiştir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin neredeyse tamamı bakır-oksit (Cu-O) tabakası bulundurmaktadır ve süperiletken malzemenin ihtiva ettiği bakır-oksit (Cu-O) tabaka sayısının kritik sıcaklık değeri ile ilişkisi olduğu anlaşılmaktadır. Yapı art arda periyodik olarak kendini tekrarlayınca dek bakır- oksijen tabakalarının ilave edilmesi,  $T_c$  kritik sıcaklık değerini yükseltir. Cu-O tabakalarındaki bakırın değerliği ile kimyasal bağ doğrultusunun araştırılmaları devam etmektedir. Beklentiler arasında, kritik sıcaklık değeri  $T_c$ 'nin daha da yükseltilebilmesi için karmaşık oksitlere fazladan bakır – oksijen tabakasının eklenmesi bulunmaktadır.

### **1.10. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi**

1908 senesinde Hollandalı fizikçi H. Kammerling Onnes'in Helyumu sıvılaştırmasıyla Süperiletkenlikle ilgili çalışmalar da başlamış oldu. Metallerin düşük sıcaklık bölgelerindeki göstermiş olduğu elektriksel direnç değişimleri ilk kez H. Kammerling Onnes tarafından incelenmiştir. H. Kammerling Onnes ve arkadaşları Platin'i incelerken, öz direnç özelliğinin saflık derecesiyle alakalı olduğunu keşfettiler. 1911'de ise Onnes civa ile yaptığı çalışmada civanın direncinin 0 K değerinde sıfıra düşmesi beklenirken, farklı olarak 4,2 K civarında aniden sıfır olduğunu ve bu sıcaklıktan sonra daima sıfır direnç gösterdiğini buldu ve kusursuz iletkenlik anlamına gelen 'Süperiletken' olarak adlandırdı. Bu alandaki çalışmalarına devam eden Onnes, tüm bu çalışmalarını sayesinde 1913 senesinde Nobel Fizik Ödülünü kazanmıştır.

1933 yılında düşük sıcaklıklarda maddelerin manyetik özelliklerini arařtırmak için Walter H. Meissner ve öğrencisi Robert Oschenfeld deney yapmış, neticesinde kritik geçiř sıcaklık değeri altına soğutulan kürenin uygulanan harici manyetik alanı dışladığı gözlemlenmiştir (Meissner ve Oschenfeld, 1933).  $T_c$  kritik sıcaklık değeri altında da süperiletken malzemelerin normal sıcaklıktaki ile aynı fiziksel özelliklere sahip olduğu düşünülüyordu bu durum keşfedilinceye kadar.

1935 yılında Fritz ve Heinz London Maxwell denklemlerini çalışmalarına baz alarak durgun manyetik alanın süperiletken içerisine girebileceğini gösteren bir teori geliřtirmişler ve karakteristik süperiletkenlik uzunluğu olan London Nüfuz Derinliđi'ni keşfetmişlerdir.

Herbert Fröhlich 1950'lerin başında altın ve gümüş gibi iyi iletken özellik gösteren malzemelerin süperiletken olmadıklarını çalışmaları ile gösterdi. Saf metallerde kritik geçiř sıcaklık değerlerinin örgü içerisindeki iyonların kütlelerinin karekökü ile ters orantılı olduğunu gösterdi ki bununla birlikte elektron fonon varlığı ortaya çıkmış oldu.

1986 senesinde J.G. Berdnorz ve K.A. Müller yaptıkları çalışma ile  $T_c$  kritik geçiř sıcaklığı değeri 30 K olan La-Ba-Cu-O (LBCO) sistemini keşfederek yüksek sıcaklık süperiletkenlik tarihini de başlatmış oldu.

### **1.11. Süperiletken Teknolojisinin Kullanım Alanları**

Keşfedilmesi ile birlikte bilim insanlarının dikkatlerini üzerine toplayan yüksek sıcaklık süperiletkenleri, teknolojik alanlarda kullanılabilir olması için üzerine birçok çalışma yapılmış ve yapılmaya devam etmektedir. Bu çalışmalarda ki asıl amaç oda sıcaklığına yakın sıcaklık değerlerinde süperiletkenlik özellik sergileyen bir malzeme keşfetmek ve günlük hayatta birçok alandaki teknolojik uygulamada kullanılabilmesini sağlamaktır. Malzeme kritik geçiř sıcaklık değeri oda sıcaklığına ne kadar yakın olursa hem daha ucuz maliyetlerde elde edilebilir hem de daha geniş kullanım alanlarına sahip olabilir.

Günümüzde dahi süperiletkenler geniş bir uygulama alanına sahiptir. Ulaşım alanında Maglev treni örnek gösterilebilir. Alt kısmına süperiletken malzeme yerleřtirilen tren harekete geçtiğinde iletken raylara elektrik akımı verilerek bir itme kuvveti oluşturulmakta ve tren hızı 100 km/h hız sınırına ulařtıđında raylar üzerinde

bulunan tekerlekleri ie dođru katlanmakta ve tren temassız bir Őekilde raylar zerinde hareket edebilmektedir. Uygulanan akımın yn tersine evrilerek ters ynde bir itme kuvveti oluŐturulmakta ve bu Őekilde tren durdurulabilmektedir. Almanya ve Japonya'da kullanılan Maglev trenlerinin hızı 603 km/h hıza ulaŐmaktadır (Yamanashi MLX01 Maglev treni).

Medikal teknolojideki kullanım alanları; manyetik rezonans grntleme (MRI) ve biyoteknik mhendisliđidir. Manyetik Rezonans Grntleme sistemlerinde speriletken malzemeler tarafından retilen manyetik alan ile vcut kısımlarının grntlenmesi sađlanmaktadır. Bu cihazlar sıvı azot sođutmalıdır ve maliyetleri yksek olmakla birlikte teŐhislerde daha gvenilirdir.

Elektronik teknolojisindeki kullanım alanları; SQUID (Superconducting Quantum Interference Device), transistrler, paracık hızlandırıcıları, sensrler ve devre bađlantı elemanlarında kullanılmaktadırlar. SQUID (Superconducting Quantum Interference Device), manyetik alan algılama ve lme alanındaki en hassas aygıt olup beyin dalgalarının taranmasında kullanılmaktadır.

G retim alanındaki kullanım alanları; jeneratr, motor, enerji depolama, iletim hatları ve transformatrler olmak zere zetlenebilir.

## BÖLÜM II

### ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bu bölümde, süperiletkenler ve süperiletken teknolojisinin geliştirilmesi hedeflenerek malzemelerin mekanik özellikleri, elektriksel özellikleri, yapısal ve fiziksel özelliklerinin iyileştirilmesi için yapılan bazı çalışmalardan bilgilere yer verilmiştir.

1986 senesinden itibaren yüksek sıcaklık süperiletkenlerine olan ilgi günbegün artış göstermiştir. İlgili odağındaki süperiletken malzemelerin kritik sıcaklık değeri  $T_c$ 'yi yükseltmeye dayalı yeni süperiletken malzeme bulma çalışmaları da oldukça hız kazanmıştır. Özellikle BSCCO sistemini geliştirmeye yönelik bu çalışmalar arasında, malzemenin mekanik ve elektriksel özelliklerini iyileştirmek amacıyla yapılan, sistem içerisine farklı katkıların yapılması da yer almaktadır.

#### 2.1. BSCCO Sistemi ile Daha Önce Yapılmış Çalışmalar

Özellikle insan sağlığına daha az zararı olan ve üretilmesi diğer süperiletkenlere nispeten daha kolay olan Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sistemini çalışmak oldukça avantajlıdır.  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_x$  genel formülü olarak verilen sistemde iki farklı yüksek sıcaklık süperiletken faz bulunmaktadır. Bunlar  $n=2$  fazına karşılık gelen ve kritik sıcaklık değeri 80-94 K civarında olan Bi-2212 fazı ile  $n=3$  fazına karşılık 110-120 K kritik sıcaklık değerine sahip Bi-2223 fazıdır. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı olarak bilinen kritik sıcaklık değerinin ( $T_c$ ) Bi-2223 fazında daha yüksek olduğu için bu malzemeye olan ilgi de günümüzde güncelliğini korumaktadır.

Bi tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerin keşfinden bu yana bu alanda yapılan çalışmalardaki en önemli amaçlardan biri bu materyallerin akım taşıma kapasitelerini arttırabilmek olmuştur. Bu zamana kadar yüksek elektrik kapasiteli malzeme elde etmek için birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların çoğu taşıma yönü, tanecik yönelimi ve tanecik bağlantılarının iyileştirilmesine dayanmakta idi. İnce filmler (Aksan vd.,2011:314), kablolar veya bantlar (Barzi vd.,2011:2335) gibi yüksek elektrik yoğunluklu taşıma malzemeleri üretmek için birçok işlemin yararlı olduğu gösterilmiştir. Sıcak dövme (Garnier vd.,1999:197), mikrodalga tekstüre (Marinel

vd.,1999:205), LFZ (Huang vd.,1991:2401) veya EALFZ (Costa vd., 2013:943) teknikleri gibi bazı işlemlerse yüksek elektrik akım taşıma kapasiteli bulk/yığın materyaller elde etmek için uygundur.

2011 yılında A. I. Abou- Aly ve arkadaşları SnO<sub>2</sub> nano partikülleri (40 nm) ilavesinin (Bi, Pb)- 2223 fazının fiziksel özellikleri üzerinde neden olduğu gelişmeleri incelediği bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Katı hal reaksiyon yöntemi ile hazırlanan numuneler için ağırlık olarak numunenin %0,0 ila %2,0 miktarınca SnO<sub>2</sub> nanopartikül ilave edilmiştir. Numunelerdeki faz oluşumunu ve mikro yapıyı incelemek için x-ışını kırınım ölçer (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve elektron dağılım spektroskopu (EDS) kullanılmış olup x, %0,4 miktarına kadar (Bi, Pb)-2223 faz oluşumunu SnO<sub>2</sub> nano partiküllerinin arttırdığını ancak bu SnO<sub>2</sub> nano partiküllerinin yüksek konsantrasyonlarında faz oluşumunu geciktirdiği gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra x ağırlıkça %0,0 seviyesinden %0,4 seviyesine kadar yükseldikçe granüler boşlukların hem sayısının hem de büyüklüğünün azaldığı görülmüştür. Bu malzeme için süperiletkenliğe geçiş kritik sıcaklık değeri (T<sub>c</sub>) ile kritik akım yoğunluk değeri (J<sub>c</sub>)'nin x, ağırlıkça %0,4 seviyesinde iken optimal değer olduğu sonucuna varılmıştır. Kritik geçiş sıcaklığı (T<sub>c</sub>) için gelişme oranı %12 iken kritik akım yoğunluk değeri (J<sub>c</sub>) için gelişme oranı %58 olmuştur. J<sub>c</sub> değerinde ki bu iyileşmenin SnO<sub>2</sub> nano partiküllerinin sabitleme etkisinden kaynaklandığına inanılmaktadır. SnO<sub>2</sub> nano parçacıklarının daha yüksek konsantrasyonlu numunelerinde ise süperiletken taneler arasında büyük yığılmalar gözlemlenmiş olup, bu yığılmalar süperiletken tane bağlantısının azalmasına neden olmuştur (Abou-Aly vd.,2011:2077-2084).

2013 yılında Berdan Özkurt, M. A. Madre ve A. Sotelo, J. C. Diez tavlama ile indüklenen Bi<sub>1.8</sub>Pb<sub>0.4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2.2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> seramiklerinin fiziksel ve yapısal özelliklerinin modifikasyonunu inceleyen bir çalışma gerçekleştirmiştir. Tavlama sıcaklık değerleri 730- 830°C arasında değiştirilirken tavlama süresi ise 50 saat belirlenmiş ve sabit tutulmuştur. En yüksek diamanyetizma özelliği 830 °C'de tavlanan numunede gözlemlenmiştir. 780°C'ye kadarki tavlama sıcaklık değerlerinde J<sub>c</sub> akım yoğunluk değerinde azalma gözlemlenmiştir. Çalışmadaki tüm veriler göstermiştir ki; düşük sıcaklık değerlerinde gerçekleştirilen tavlama işlemi, Bi-2212 ve Ca-Cu-O ikincil fazlara ayrışması nedeniyle Bi-2223 fazının miktarını azalttığını ve sinterlenmiş numunelere göre daha düşük süperiletkenlik özelliklere neden olduğunu göstermiştir.

Öte yandan yüksek sıcaklıklardaki tavlama işlemi Bi-2223 fazının miktarını artırır ve süperiletkenlik özelliklerde iyileşme gerçekleşir (Ozkurt vd.,2013:85-89).

2018 yılında A. Özkartal ve O.N. Enis, doğru akım tavlama işleminin (DCA) çubuk şeklinde üretilen  $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$  süperiletkeni üzerindeki etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Eritme- döküm yöntemiyle çubuk şeklinde üretilen BSCCO süperiletken numunesine 20V gerilim ve 2.5A doğru akım uygulamış ve hem uygulama öncesi hem de uygulama sonrası numunenin fiziksel yapısını incelemişlerdir. X-ışını kırınım ölçeri (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenen sonuçlarla, doğru akım tavlama işleminin numune yapısında önemli değişikliklere sebebiyet verdiği sonucuna ulaşmışlardır. Doğru akım tavlama (DCA) işleminin numune direncinde düşüşe ve süperiletkenlik özellik kazandırmaya etki ettiğini gözlemlemişlerdir (Ozkartal ve Enis, 2018:123-128).

2020 yılında B. Özkurt tavlama koşullarının nano boyutlu Altın katkılı  $Bi_{1.8}Sr_2Au_{0.2}Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_y$  (Bi-2212) seramiklerinin süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkisini incelediği bir çalışma gerçekleştirmiştir. Geliştirilmiş taşıma özelliklerinden dolayı Bi-2212 sistemi seçilen çalışmada numuneler tavlama sonrası teknik için 870°C sabit sıcaklık değerinde farklı sürelerde bekletilmiş ve X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, DC direnç, manyetik histerezis döngüleri (M-H) ve hesaplanan akım yoğunluğu ( $J_c$ ) değer sonuçlarına göre bekleme süresindeki artış, tanelerin birbirine bağlanabilirliğini, çekirdeklenme ve büyüme gibi granüler polikristal karakterini olumlu yönde etkilediğini göstermiştir (Ozkurt, 2020:11448-11456).

2014 yılında B. Özkurt aşırı Na katkılamanın  $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_{2-x}Na_xO_y$  süperiletkenlerinin yapısal ve fiziksel özelliklerine etkisini incelediği bir çalışma gerçekleştirmiştir. Geleneksel katı hal reaksiyonu yöntemiyle elde ettiği  $x=0.3, 0.35, 0.4$  ve  $0.5$  olarak Na içeren numuneler üzerinde yapmış olduğu çalışma sonucunda;  $x=0.5$  Na içeren numunenin Bi-2212 fazı granüler yapısında önemli ölçüde iyileşmeler olduğunu gözlemlemiştir. M-H eğrilerinden  $x=0.5$  Na içeren numunenin diğer numunelere kıyasla en yüksek akım yoğunluk değerine ( $J_c$ ) sahip olduğunu gözlemlemiştir.  $x=0.5$  Na içeren numunenin kristallik özelliğinde önemli ölçüde iyileşme gerçekleştiğini, tanecik boyutunun arttığını ve bunun da tanecikler arasında daha az gözenekli yapıya sebep olduğunu ve bu sayede de daha iyi iletkenlik özelliği sergilediği sonucuna varmıştır (Ozkurt, 2014:1501-1506).

2010 yılında M. Zargar Shoushtari ve S. E. Mousavi Ghahfarokhi yapmış oldukları bir çalışma ile  $\text{Bi}_{1.64-x}\text{Pb}_{0.36}\text{Cd}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  süperiletkeninin  $x=0.0, 0.02, 0.04$  ve  $0.06$  için manyetik özelliklerini araştırmışlardır. Nominal BPCSCCO bileşimine sahip Bi-2223 süperiletken numuneler sentezlenmiş Bi için Cd ikamesinin etkisi araştırılmıştır. Tavlama süresinin ve Cd katkılama miktarının yapıya, AC manyetik alınganlığına ve akı yoğunluğu-sıcaklık eğrilerine ve akı çivileme enerjisine etkilerini araştırdıkları çalışmada Cd ilavesinin Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O sisteminin süperiletkenlik özelliğini iyileştirdiği sonucuna varmışlardır. Farklı tavlama süreleri kullanılarak hazırlanan numunelerden  $0.04$  Cd içeriğine sahip  $270$  saat tavlama süresine sahip olan numunenin diyamanyetik fraksiyonunun diğer numunelerden daha büyük olduğu, akı çivileme enerjisi ve  $T_c$  (offset) değerlerinin maksimum değerlerde elde edildiği sonucuna varılmıştır (Shoushtari ve Ghahfarokhi, 2010:1505-1511).

2012 yılında Berdan Özkurt Bi-2212 süperiletkenlerine Nikel ikamesinin etkilerini incelediği bir çalışma gerçekleştirmiştir. Çalışmada önce 2234 stokiyometrisine sahip bileşiklerden 2212 saf numuneler elde edilmiş ardından Ni ikamesinin  $x=0, 0.05, 0.1$  ve  $0.2$  için Bi tabanlı  $\text{Bi}_{2-x}\text{Ni}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$  süperiletkenlerinin özellikleri üzerindeki etkileri, X-ışını analizi (XRD), DC elektrik özdirenci ve manyetik- histerezis döngü ölçümleri, kritik geçiş sıcaklık değeri ( $T_c$ )'nin Ni içeriğinden bağımsız olarak değişmediğini gözlemlemiştir. XRD sonuçlarından Bi-2212 fazının ana faz olduğu, numunelerin hole/boşluk taşıyıcı konsantrasyonlarının Ni katkısı arttıkça azaldığı ve bu da incelenen numunelerin yapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin bozulmasına neden olduğunu göstermiştir (Ozkurt, 2012:1775-1779).

2016 yılında B. Özkurt, BPSCCO süperiletken malzemeler üzerine Seryum ekleme ve Titanyum katkılamanın etkisini incelediği bir çalışma gerçekleştirmiştir. Bi-2212 fazını elde etmek için 2234 fazından faydalanılan çalışmada  $x=0,05$  ve  $y= 0, 0.05, 0.1, 0.2$  için  $(\text{BiPb})_2\text{Ce}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_{4-y}\text{Ti}_y\text{O}_{12+\delta}$  bileşikleri katı hal yöntemiyle elde edilmiş ve yapıya Seryum eklemenin ve Titanyum katkılamanın etkilerini incelemiştir. X-ışını kırınımı (XRD), direnç ölçümleri ve M-H eğrilerine bakıldığında artan Titanyum miktarının Bi-2212 fazı için ciddi bir değişikliğe sebebiyet vermediği, etkin çivileme merkezi olarak davranabilecek ikincil fazlar oluşmadığı, tüm numunelerin yarıiletken özellik gösterdiği gözlemlenmiştir. Tüm bu sonuçlara bakıldığında,  $x=0.05$  sabit miktarda Seryum eklenmesi ve artan Titanyum miktarıyla BSCCO süperiletkeninin özelliklerinin bozulduğu bilgisine ulaşılmıştır (Ozkurt, 2016:205-211).

2013 yılında B. Özkurt İtiryum (Y) katkılı Bi-2223 süperiletkenlerinin mekanik özelliklerini incelediği bir çalışma gerçekleştirmiştir.  $Bi_{1.7-x}Y_xPb_{0.3}Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  bileşiği ( $x=0, 0.05, 0.1$  ve  $0.25$ ) için numuneler elde edilmiştir. Bizmut bazlı süperiletkenlerin halen yüksek kırılma, fazla anizotropik yapı gibi dezavantajları mevcut olup faydalı elementlerin katkılama ile akım yoğunluğu değeri  $J_c$  ve manyetik alan taşıma kapasitesinde önemli artış sağlanabileceği bilgisine dayanarak yapılmış olan bu çalışmada katkılı ve katkısız numunelerin mekanik özellikleri karşılaştırılmış, yük ve mikrosertlik değerleri arasındaki etkileri daha iyi analiz edebilmek için farklı ampirik modeller kullanılmış ve en iyi mekanik özelliklerin  $x=0.05$  katkılı numuneye ait olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda Bizmut tabanlı süperiletkenlerin mekanik özelliklerinin yüke bağlı olduğu bilgisi desteklenmiştir (Ozkurt, 2013:1557-1939).

2004 yılında S. M. Khalil ve A. Sedky tavlama sıcaklığının Bi-2212 süperiletkenlik sisteminin özellikleri üzerine etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir.  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+s}$  sisteminin tavlama sıcaklığının  $750-850^\circ C$  değerleri arasında hava ortamında tavlama yapıldığında ki yapısal, mekanik ve süperiletkenlik özellikleri üzerindeki x-ışını kırınımı (XRD), bulk/yığın yoğunluğu ve mikro sertlik ölçümleri aracılığıyla gözlemlenmiştir. Tavlama sıcaklığının  $850^\circ C$ 'ye kadar artışı ile Bi:2212 faz miktarında da artış gözlemlenmiştir. Tavlama sıcaklığının artırılmasıyla süperiletkenliğe geçiş kritik sıcaklık değeri ( $T_c$ )'nin de  $78 K$ 'den  $100 K$ 'e artış gerçekleştirdiği gözlemlenmiş olup bu keskin artış süper iletken taneciklerin yüksek homojenliğine atfedilmiştir. Dahası tavlama sıcaklığının artması ile mikrosertliğin ve kütle yoğunluğunun da arttığı gözlemlenmiş olup bu davranış da bizlere süperiletken tanecikler arasındaki bağlantının gelişimini göstermektedir. Tüm bu gözlemlere dayanarak; elektrik direnci ve mikrosertlikteki bu gelişmelerin, mikro çatlaklar ve oksijen bozukluklarının ortadan kaldırılması ve tavlama işlemi ile olduğu bilgisine varılmıştır (Khalil ve Sedky, 2004:299-304).

2012 yılında B. Özçelik ve arkadaşları Bi-2212 dokulu kompozitlerde tavlama süresi ve manyetik özelliklerin arasındaki ilişkiyi inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. LFZ eritme tekniği ile hazırlanan ve farklı sürelerde ( $60, 72, 96$  ve  $20$  saat) tavllanmış olan  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$  dokulu malzemelerin fiziksel ve manyetik özelliklerini inceledikleri çalışmada sonuçlar; farklı tavlama sürelerinin kritik geçiş sıcaklık değeri ( $T_c$ ) üzerinde ciddi bir etkisinin olmadığını ancak bununla birlikte  $96$  saat tavlama işlemine maruz bırakılan numune için kritik akım yoğunluğu değeri ( $J_c$ )'de

önemli bir deęişiklik elde edildiđini gözlemlemiřlerdir. alıřmalarda 96 saat 10 K'de tavlanan numune için maksimum kritik akım yoğunluđu deđerinin  $5.5 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> olduđunu, tavlama süresinin numunelerin morfolojisini etkilediđini gözlemlemiřlerdir. 96 saat üzerinde tavlama işlemine maruz bırakıldıklarında, numunenin süperiletkenlik özelliklerinin azalmaya başladığını gözlemlemiřlerdir (Ozcelik vd., 2013:873-878).

1988 yılında Jong-Gab Na ve arkadaşları tavlama sıcaklığının radyo frekans püskürtmeli kalay katkılı indiyum oksit filmlerin mikroyapısına, elektrik ve optik özellikleri üzerine olan etkisini inceledikleri bir alıřma gerçekleřtirmiřlerdir. Tavlama sıcaklığı arttıka ITO filmlerinin elektriksel direnci de artmıřtır. Direnteki bu artıřın taşıyıcı konsantrasyonundaki azalmadan ziyade hareketliliğin azalmasından daha baskın şekilde etkilendiđi bilgisine ulařmıřlardır. Artan tavlama sıcaklığı ile hareketliliğin azalmasının da ITO filmlerinin tane boyutu veya tane sınırı ile iliřkili olabileceđi sonucuna varmıřlardır (Na vd. 1989:698-701).

2015 yılında M. A. Aksan ve arkadaşları yüksek hacimli Bi-2212 süperiletken sistemde ikincil tavlama işleminin kritik akım yoğunluđu üzerindeki etkisini inceledikleri bir alıřma gerçekleřtirmiřlerdir. Katı hal reaksiyon yöntemi ile elde edilen Bi- 2212 faz numuneler lazerle büyütme (LFZ) yöntemi kullanılarak büyütölmüş ve bu sayede iyi bir tane hizalaması ve yüksek taşıma kritik akım yoğunluđu gösteren numuneler üzerine ikincil tavlama işlemi uygulanmıřtır. Bu ikincil tavlama işleminden sonra numunelerin sahip oldukları kritik akım yoğunluk deđerlerinde ciddi artıř olduđu ve maksimum kritik akım yoğunluđu deđerine sahip numune için %80'lik bir iyileřme olduđu gözlemlenmiřtir. Ayrıca, ikincil tavlama işlemi uygulanmış numunelerin manyetizasyonunun da arttığı tespit edilmiş, manyetik kritik akım yoğunluklarının, bir kez tavlama işlemi uygulanmış numunelere göre üç kat daha yüksek olduđunu gözlemlemiřler ve bu gelişmeyi ikincil tavlama işlemi sırasında Bi-2212 fazının kontrollü termal bozunması ile açıklamıřlardır (Aksan, vd., 2015:2079-2086).

2012 yılında F. J. Baca ve arkadaşları Bi-2212 sistem yuvarlak tellerinin ısı işlenmesinde ön tavlama işleminin etkisini inceledikleri bir alıřma gerçekleřtirmiřlerdir. Ön tavlama işleminin parametrelerini termal reaksiyon döngüsüne dahil etmenin ve deđiřtirmenin etkilerini arařtırdıkları bu alıřmada; 800-870°C sıcaklık aralıđında 1 saat ile 50 saat arasında bekletme sürelerinde, en yüksek akım yoğunluk deđerini ( $J_c$ )'nin uygulanan sıcaklık aralıđının uç noktalarında meydana geldiđini tespit

etmişlerdir. Ön tavlama işleminin bekleme süresinin, akım yoğunluk değeri  $J_c$  üzerinde daha önemli etkilere sahip olduğu bilgisine ulaşmışlardır. Ortaya çıkan mikro yapıların tavlama öncesi bekleme süresinin ikincil faz üzerinde süperiletken 2212 fazının büyümesini destekleyebileceğini ve böylece performansı en üst düzeye çıkarabileceğini göstermişlerdir (Baca, vd., 2012:340-345).

2015 yılında O. Nane ve arkadaşları tavlama sonrası zamanın darbeli lazer biriktirme (PLD) yöntemi ile MgO (100) tek kristal substratlar üzerinde üretilen  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  ince filmlerinin büyüme mekanizması üzerindeki etkilerini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Daha önceki çalışmalardan optimum sıcaklık değeri olarak belirlenen  $860\text{ }^\circ\text{C}$ 'de Argon ve Oksijen atmosferinde 10, 30 ve 60 dakika için tavlama sonrası ısı işlem gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda filmin kalitesi ve süperiletkenlik özellikleri önemli bir gelişme göstermiş ve optimum tavlama süresinin  $860\text{ }^\circ\text{C}$  için 30 dakika olduğu sonucuna ulaşmışlardır. 30 ve 60 dakikalık tavlama filmlerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklık değeri ( $T_c$ ) aynı  $78\text{ K}$  olduğunu gözlemlemişlerdir (Nane vd., 2015:5778-5784).

2003 yılında M. Tepe ve arkadaşları peletizasyon basıncının Bi-2223 seramik süperiletkenlerinin akım histerezis ve yapısal özellikleri üzerine etkilerini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada kullanılan örnekler klasik katı-hal reaksiyonu yöntemi ile 100, 200, 300, 400 ve 500 MPa peletizasyon basınç değerleri uygulanarak elde edilmiştir. Elde edilen malzemeler direnç-sıcaklık, kritik akım yoğunluğu-manyetik alan, yoğunluk-basınç, XRD, SEM ve EDAX aracılığı ile incelenmiştir. Sonuçlar göstermektedir ki, Bi-2223 süperiletken seramiklerinin yapısal ve elektriksel özelliklerinin kalitesi önemli şekilde peletizasyon basıncına bağlıdır. Direnç-sıcaklık ve kritik akım yoğunluğu-manyetik alan ölçümlerinden örneklerin elektriksel ve yapısal özelliklerinin kalitesinin örneklere uygulanmış olan 400 MPa peletizasyon basınç değerine kadar iyileşme gösterdiği gözlemlenmiştir. SEM ve XRD sonuçları da bu sonuçları destekler nitelikte olmuştur. Akım taşıma kapasitelerini yükseltebilmek için akı çivilemeyi geliştirmek amacıyla özellikle 400 MPa peletizasyon basınç değeri ile presleme dokulu tanecik hizalama üretmekte ve mikroyapısal modifikasyonları ilişkilendirmektedir (Tepe, vd., 2003:420-426).

2002 yılında P. Mune ve arkadaşları tek eksenli sıkıştırma basıncının polikristalin  $(\text{Bi-Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  süperiletkenlerin manyetik alan ve kritik akım

yoğunluğuna olan etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Tek eksenli sıkıştırma basıncının Bi-2223 polikristalin örneklerin süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkisini gözlemledikleri bu çalışmalarda örnekler katı hal reaksiyon yöntemiyle elde edilmiştir. Malzemeler elde edilirken uygulanan tek eksenli basınç 40 MPa ile 250 MPa değerleri arasında olmuş alınan deney sonuçlarında örnekler için değerlendirilen basınç değerleri 44.5 MPa, 108.5 MPa ve 222.4 MPa olmuştur. Yapmış oldukları bu çalışmada, artan sıkıştırma basıncı ile malzemelerin gözenekli yapısında azalma ve gözlemlenen eksta fazlarda azalma olduğu sonucunu elde etmişlerdir. Çalışmadaki yapısal, manyetik ve transfer ölçümleri bu üç farklı örneğin tane içi özelliklerinin çok benzer olduğunu diğer yandan tanecikler arası özelliklerininse oldukça farklı olduğunu göstermiştir. Malzemelerin transfer ölçümlerine bakılarak Bi-2223 seramiklerinde üç farklı süperiletkenlik seviyesi gözlemlenmiştir: (1) süperiletkenlik tanecikleri, (2) süperiletkenlik kümeleri, (3) zayıf bağlar. Son iki seviyenin özelliklerinin ve dağıtımının, örneklerin sıkıştırma basıncına karşı çok hassas olabildiği sonucuna varılmıştır. Çalışmayı yapanlar sonuç olarak ise,  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ve Bi tabanlı seramiklerin akım yoğunluğu değerinin  $J_c$  (Ba) bağıllığının histerik davranışları arasındaki farklılıklarının bahsi geçen etkilerle ilişkili olabileceğini öne sürmüşlerdir (Mune vd., 2002:491-500).

2014 yılında B. Özkurt ve arkadaşlarının yüksek peletizasyon basıncı altında hazırlanan Bi-2212 süperiletkenlerinin fiziksel, manyetik ve mekanik özelliklerini inceledikleri çalışmada; en yüksek peletizasyon basıncına sahip örneğin, bütün uygulanan manyetik alanlarda iyi tanecikler arası bağlantı göstererek diğer düşük peletizasyon basıncı ile elde edilen örneklere göre daha yüksek manyetizasyon değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak daha düşük peletizasyon basıncı ile elde edilen diğer süperiletkenlere göre en yüksek peletizasyon basıncı ile elde edilen süperiletken örneğinin, tanecikler arası güçlü çiftleşmeleri sayesinde daha yüksek akı yoğunluğu değeri ( $J_c$ ) ve mikrosertlik değerine sahip olduğu sonucuna bu çalışma ile varılmıştır. Oda sıcaklığında artan peletizasyon basıncı ile örneklerin direncinin de azaldığı gözlemlenmiştir (Aytekin vd., 2014:1799-1805).

2009 yılında Kemal Kocabaş ve arkadaşları sıkıştırma basıncının Bi-2223 süperiletkenlerinin yapısal ve süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkisini inceledikleri bir çalışma yapmışlardır. Hem katkısız (Sistem I) hem de katkılı (Sistem II) BSCCO için de yapılmış olan bu çalışmada örneklere beş farklı sıkıştırma basıncı uygulanmıştır

(150, 300, 450, 600, 750 MPa). Asıl amacı BSCCO seramik süperiletkenleri için optimum pelet sıkıştırma basıncını belirlemek olan bu çalışmada deneysel ve teorik analiz sonuçları göstermiştir ki; 450 MPa basınç optimum sıkıştırma basınç değeridir ve bu basınç değeri altında her iki sistemin de birim hücre parametrelerinde ve sıfır direnç-sıcaklık sonuçlarında iyileşmeler gözlemlenmiştir (Kocabaş vd., 2010:397-410).

2013 yılında D. Marconi ve arkadaşları peletizasyon basıncının (Bi, Pb):2223 sisteminin süperiletkenlik özellikleri ve normal özellikleri üzerine olan etkilerini inceledikleri bir çalışma yapmışlardır. Nominal kompozisyon  $(\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4})(\text{Sr}_{1.8}\text{Ba}_{0.2})\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  örnekleri klasik katı-hal reaksiyon yöntemi ile elde edilmiştir. Sinterleme işleminden önce malzemeler farklı peletizasyon basınçları ile sıkıştırılmışlardır. Örneklerin faz saflıkları ve yapısal parametreleri belirlenmiştir. Bi:2223 polikristalin örneklerinin zayıf link davranışı üzerindeki tek eksenli basınç ve sinterleme sıcaklığının etkisini incelemek için de direnç-sıcaklık ölçümleri kullanılmıştır. Direnç verilerinden elde edilen parametreler peletizasyon basıncı değerlerine ve sinterleme sıcaklık değerlerine bağlıdır. Sonuç olarak peletleme basıncının artışı ile gözeneklilikte düşüş ve tanecik çiftlerinde gelişme olduğu gözlemlenmiştir (Marconi vd., 2013:355-359).

2020 yılında Khulud Habanjar ve arkadaşları peletizasyon basıncının (Bi-Pb)-2223 süperiletkenlerinin üzerindeki fiziksel ve mekaniksel etkilerini inceledikleri bir çalışma yapmışlardır. Geleneksel katı hal reaksiyon tekniği ile hazırlanmış oldukları örnekler kalsinasyon işlemi öncesinde ( $P= 0.3, 0.7, 1.0, 1.4$  ve  $1.9$  GPa) değerlerinde farklı peletizasyon basıncı uygulamış ve sonuçlarını incelemiştir. Deneysel çalışmanın sonuçlarında; optimum 1.4 GPa peletizasyon basıncı değerinde gözeneklilik yüzdelerindeki azalmalar ile tanecik hizalamalarında da iyileşmeler görülmüştür. Süperiletkenlik geçiş sıcaklık değeri ( $T_c$ ) ve kritik akım yoğunluğu değeri ( $J_c$ ), DC elektrik direnci ve voltaj- akım karakteristiği aracılığıyla elde edilmiş ve sonuç olarak peletizasyon basıncının 1.4 GPa değerine kadar yükselmesi ile hem kritik sıcaklık değeri ( $T_c$ ) hem de kritik akım yoğunluğu değerinde ( $J_c$ ) iyileşme olduğu görülmüştür (Habanjar vd., 2020:065702).

2020 yılında Ali Razzaq Abdulridha ve arkadaşlarının yapmış oldukları  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.1-x}\text{Ho}_x\text{Cu}_{3.1}\text{O}_{10+\delta}$  süperiletken sistemi üzerinde sentez, karakterizasyon ve peletizasyon basıncı etkisini inceledikleri çalışmada; 0.2 GPa'dan 0.8 GPa'a artan

basınca karşı malzemenin mekanik özelliklerindeki gelişmeleri incelemişlerdir. Peletizasyon basıncının artışı ile hem ortalama grain (tanecik) boyutunda hem de kafes parametresi  $c'$ 'de kademeli olarak yükselme gözlemlenmiştir. Elde ettikleri dikkate değer bir değişiklik 0.4 GPa'a kadar basınç artışı ile mekanik dirençte de artış olmuş ancak 0.4 GPa'dan 1.0 GPa'a kadar basınç yükseltilmeye devam edildiğinde bu özelliklerde azalma gözlemlenmiştir (Abdulridha vd., 2020:106967).

1993 yılında P. Barat ve arkadaşları  $YBa_2Cu_3O_{7-\phi}$  süperiletken örneğinin tekstüre edilmesi işlemine peletizasyon basıncının etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışma ile final oksijen tavlama işleminden önce uygulanan peletizasyon basıncının bir fonksiyonu olarak örneğin tekstüre edilmesi incelenmiştir. Örneklerde tekstüre işleminin gerçekleştiği iki adımda gösterilmiştir. Basınçla sıkıştırma işlemi nedeniyle ilk olarak örneklerin tanecik boyutunda daha sonra kayma – düzlem mekanizmasında büyüme gözlemlenmiştir. Ayrıca çok yüksek basınç altında numuneyi rastgele seçmenin, iyi bir tekstüre işlemi amaçlamaktan daha iyi olduğunu gözlemlenmiştir (Barat vd., 1993:63-68).

1995 yılında Pintu Sen ve arkadaşları peletizasyon basıncının bir fonksiyonu olarak  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\phi}$  ve  $Bi_{1.84}Pb_{0.34}Sr_{1.91}Ca_{2.03}Cu_{3.06}O_{10+\phi}$  süperiletkenlerinin tekstüre edilmesini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Gerçekleştirmiş oldukları bu çalışma ile polikristal yapıdaki Bi-2212 ve Bi-2223 süperiletken fazlarının aksel simetrik sıkıştırma altında kristalografik doku evrimini incelemişlerdir. Kullanılan örneklerin artan peletizasyon basıncı ile mikroyapısal ve elektriksel dirençlerinde gerçekleşmiş olan değişimleri değerlendirdikleri bu çalışma ile Bi-2212 fazında, uygulanan peletizasyon basıncının 80 MPa basınç değerinden 400 MPa basınç değerine doğru artırılmasının, aşırı oksijen içeriğinde düşüşe neden olması ile  $T_c$ (onset) değerinde de düşüş gözlemlenmiştir. Bunun yanı sıra Bi-2223 fazı için bir değişiklik olmadığını belirtmişlerdir (Sen vd., 1995:306-310).

2016 yılında M. Ersin Aytekin ve arkadaşlarının 6 GPa sabit peletizasyon basıncı altında farklı bekleme sürelerinin  $Bi_{1.8}Sr_2Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_y$  seramiklerinin süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkilerini inceledikleri bir çalışma olmuştur. Bi-2212 faz malzemeyi 6 GPa sabit peletizasyon basıncı altında 1, 6 ve 12 saatlik farklı sürelerde bekletmiş ve bu farklı bekleme sürelerinin malzemenin manyetik ve fiziksel özellikleri üzerindeki etkiyi incelemişlerdir. Bu çalışmada yüksek bekleme süreleri

uygulandığında malzemenin M-H histerezis döngülerinde gelişme gözlemlenmiştir. Örneklerin M-H histerezis döngülerinde hesaplanan akı yoğunluğu ( $J_c$ ) değerlerinden görülmüştür ki 6 GPa sabit peletizasyon basıncı altında optimal bekleme süreleri ile akı yoğunluğu ( $J_c$ ) değerleri önemli ölçüde arttırılabilir (Aytekin vd., 2016:8068-8073).

2017 yılında S. Safran ve arkadaşları 'yeniden peletizasyon' işleminin ve ısı işlem (tavlama) süresinin, amonyum nitrat çökeltme yöntemi ile hazırlanmış BSCCO örneklerinin fiziksel, süperiletkenlik, manyetik ve mikro mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışmada kullanılan örnekler ıslak teknik ile hazırlanmış ve XRD, SEM, elektriksel direnç, manyetik gecikme, kritik akım yoğunluğu ve mikrosertlik ölçümleri ile karakterize edilmişlerdir. Sonuç olarak, yeniden peletizasyon işlemi daha küçük tanecikli yapıya sebep olmuş ancak ısı işlem (tavlama) süresindeki artış ve yeniden peletizasyon sayısındaki azaltma taneciklerin büyümesine ve süperiletkenlik özelliklerinde gelişmeye sebep olmuştur. Yeniden peletizasyon sayısındaki azalış ve ısı işlem (tavlama) süresindeki artış istenen fazların gelişmesine olanak sağlamakta, beklenen tanecik boyut oryantasyonlarına olanak sağlamakta ve dahası tanecikler arasındaki bağlarda güçlenme sağlamaktadır ve bu sayede kritik sıcaklık değeri  $T_c(\text{offset})$  ve akım yoğunluğu değeri ( $J_c$ ) az da olsa gelişmiştir. Sonuç olarak, süperiletken tanecikler daha da küçülmüş ve kritik akım yoğunluğu azalan orta seviyeli öğütme ve yeniden peletizasyon işlemleri ile azalmıştır. Ek olarak, artan ısı işlem (tavlama) süresi ile kritik akım yoğunluğu değerinde ( $J_c$ ) pozitif bir etki gözlenmiştir (Safran vd., 2017: 15586-15592).

R. Torres ve arkadaşları 1994 yılında Pb katkılı BSCCO sisteminin mikrodalga yüzey direnci üzerinde sıkıştırma basıncının etkilerini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışmada farklı sıkıştırma basınçları (250 MPa – 1500 MPa) uygulanan Bizmut tabanlı süperiletken örnekler hazırlanmış ve mikrodalga yüzey dirençleri analiz edilmiştir. Ölçümler, rezonant boşluğuna dayanan ölçüm sisteminin yardımıyla çalışılmıştır. En iyi sonuçlar öncelikle düşük sıkıştırma basıncında sinterlenen örneklerde gözlemlenmiştir. Normal durumdaki örneğin direncinin, yeniden sinterlenen örneğe göre çok daha düşük olduğu gözlemlenmiş ve 87 K sıcaklık değeri civarında mikrodalga yüzey direncinin sıfıra yaklaştığı sonucuna varmışlardır (Torres vd., 1994:1995-1996).

2007 yılında A. I. Akimov ve arkadaşları yüksek basınçta sıkıştırma işleminin  $Tl_2Ba_2CaCu_2O_yF_x$  ( $x=0, 0.1, 0.2$ ) seramiklerinin özellikleri üzerine etkisini inceledikleri bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri gözlem sonuçlarına göre yüksek basınç ile sıkıştırma işlemi ile;  $Tl_2Ba_2CaCu_2O_yF_x$  ( $x=0, 0.1, 0.2$ ) seramiklerinin sentez sıcaklığının  $840\text{ }^\circ\text{C}$ 'den  $825\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye düşmesinin mümkün olduğu, daha yüksek yoğunluğa ve daha dar bir kritik geçiş sıcaklık aralığına ( $4 - 7\text{ K}$ ) sahip yapısal olarak mükemmel örnekler elde etmeye olanak sağlanabildiği, artan sıkıştırma basıncı ile süperiletkenlik geçiş sıcaklık değerinin arttığı sonuçlarını elde etmişlerdir (Akimov vd., 2011:319-328).



## BÖLÜM III

### MATERYAL VE METOT

Süperiletken malzeme örneği hazırlarken, hazırlama koşulları ve katkı oranları büyük önem arz etmektedir. Bununla beraber malzemeyi hazırlarken kullanılan yöntem de malzemenin fiziksel yapısını ve analiz sonuçlarını etkilediği için büyük önem taşımaktadır. Malzeme hazırlama tekniklerinden birkaçı, katı – hal reaksiyon tekniği, çözelti – jel tekniği, eritme – döküm tekniği ile ince film ve kalın film üretme tekniğidir. Her bir malzeme üretme tekniğinin kendine has farklılıkları bulunmaktadır ve bu farklılıklar analiz sonuçlarını etkileyebilmektedir. Bu farklı tekniklerin ortaya çıkması ve denenmesindeki temel amaç daha yüksek kritik sıcaklık değerine ( $T_c$ ) sahip süperiletken elde etme arzusudur. Yüksek geçiş sıcaklık değerine sahip bakır – oksit tabanlı süperiletken malzemelerini (BSCCO, YBCO, TBCOO, HgBaCO) elde etmek çok zor olmamakla birlikte kimyasal malzeme olduklarından çalışma sırasında sağlık açısından dikkatli olunması gerekir. Elde edilen malzemenin süperiletkenlik özelliği, kullanılan hazırlama tekniğine, ısıl işlemin süresine, sıcaklığa, kullanılan ana malzemelerin cinsi gibi parametrelere bağlıdır. İstenilen özelliklerde iyi bir örnek elde etmek için, sıcaklık ve zamanın kontrol edilmesi, malzemeye uygulanan ısıl işlemlerde bırakılma süresi ve kısmi oksijen basıncının bilinmesi ve tabii ki kullanılan ekipmanın iyi tanınması oldukça önemlidir.

#### 3.1. Malzeme Hazırlama Yöntemleri

##### 3.1.1. Katı Hal Tepkime Yöntemi

Katı hal tepkime yöntemi düşük maliyet ve uygulama kolaylığı gibi avantajlarından dolayı en çok tercih edilen yöntemdir. Süperiletken malzeme için bileşikler, karbonat, oksit ve nitrat gibi başlangıç maddeleri kullanılır ve iyi bir süperiletken malzeme elde edebilmek için öncü maddelerin saflığı oldukça önemlidir. Öncü maddeler uygun miktarlarda karıştırılarak homojen ince toz halde bir karışım elde etmek için havanda öğütülür. Malzeme öğütme işleminin ardından kalsinasyon işlemine tabii tutulur. Sebebi ise öğütülmüş olan toz karışımın içine girebilmiş olan yabancı maddelerin, karbondioksit ve oksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır. Kalsinasyon işleminde toz karışım bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir fırında belirli sıcaklık ve zamanlarda tutulur. Fırından çıkarılan malzeme tekrardan havanda öğütülür (bu işlem birkaç kez tekrarlanabilir). Elde edilen toz karışımın tanecikleri arasındaki

bağlantılarının güçlendirilmesi için presleme işlemine tabi tutulur. Presleme sırasında 4-6 ton aralığında bir basınç uygulanmasıyla bu tozlar tablet haline getirilmektedir. Son olarak süperiletkenlik fazına geçiş için karışımdaki atomların arasındaki bağlantıları güçlendirmek, polikristalleri oluşturmak, süperiletkenliğe geçiş kritik sıcaklık değerini yükseltmek ve oluşabilen örgü kusurlarını yok etmek için yüksek sıcaklık değerlerinde belirli sürelerde tabletler sinterlenir. Sinterleme işlemi sırasında, örnek malzemenin sıcaklığı oda sıcaklığından belirlenmiş olan sıcaklık değerine kadar artırılıp belirli bir süre bekletilip yavaş yavaş tekrar oda sıcaklığına düşürülmesinden oluşmaktadır. Katı hal tepkime yönteminde tavlama süresi ve sıcaklığının optimizasyonu, ara öğütme, (Asada vd., 1988:665) ile yavaş soğutma oranları oldukça önemlidir. Katı hal tepkime yönteminde dikkat edilmesi gereken bir husus, işlemin yapılacağı kap seçiminin doğru yapılmasıdır. Yüksek sıcaklıklardaki ısıtma işlemi sırasında kabin yapılmış olduğu malzemedan hazırlamakta olduğumuz süperiletken malzemeye sızmalar olabilir.

### **3.1.2. Eritme Dökme Yöntemi**

Yüksek sıcaklık süperiletkeni hazırlamak için en kullanışlı yöntemlerden olan eritme dökme yönteminde, katı hal tepkime yönteminde olduğu gibi önce belirli oranlarda öncü maddeler karıştırılır ve 20-30 saat civarında öğütme işlemine tabi tutulur. Öğütülmüş tozlar kalsine edilir ve bu sayede ince toz karışım içerisinde bulunan karbondioksitler, oksitler ve yabancı maddelerden ayrışması sağlanmış olur. Kalsinasyon işleminin ardından erime noktası yüksek olan bir pota içerisine konulan tozlar, sıcaklığı ayarlanabilir bir fırında oda sıcaklığından belirli artış oranlarıyla yüksek sıcaklıklara (1050 – 1250 °C) kadar çıkartılır ve belirlenmiş süre boyunca bekletilir. Eritilmiş olan bu toz karışım kısa süre içerisinde soğuk bir plakaya aktarılır ve üzerine ikinci bir plaka bastırılır. Bu şekilde ince tabakalar şeklinde malzeme cam özelliği elde etmiş olur. Sonrasında bu cam tabakalar tekrar öğütülüp toz haline getirilir ve bu tozlar tekrar sıkıştırılarak tablet haline dönüştürülür. Belirlenen sıcaklık ve sürede sinterlenerek malzemenin süperiletkenlik özelliği kazanması sağlanmış olur.

Bu yöntem sayesinde elde edilen malzemenin yapısındaki gözenekler azaltılarak yüksek yoğunlukta homojen numuneler elde edilebilmektedir. Bu sayede parçacıklar arası bağlantılarda artış olmakta ve mevcut olan bağlantılar da daha da güçlenmektedir. Tüm bunların neticesinde numunelerin yapısal, elektriksel ve mekanik özelliklerinde iyileşmeler gerçekleşmektedir. Bir başka avantajı da bu yöntemin, farklı boyut ve

şekillerde örnek hazırlamaya olanak sağlamasıdır. Bu yöntemde en çok dikkat edilmesi gereken şey, yüksek sıcaklıklarda süperiletken malzeme ile pota arasında oluşma ihtimali olan kimyasal tepkimelerdir. Bu tepkimelerin önüne geçebilmek amacıyla çoğunlukla yüksek erime sıcaklık değerine sahip olan platin krozelerin kullanımı tercih edilmektedir.

### 3.1.3. Cam – Seramik Yöntemi

Yoğunluğu yüksek, dayanıklı ve daha gözeneksiz yapılar elde etmek amaçlanan bu yöntemde; süperiletken materyalin elde edilmesi katı -hal tepkime yöntemine kıyasla daha kolaydır. İstenilen oranlardaki saf oksit tozlar bir havan içerisinde yaklaşık 3 ila 4 saat boyunca dövülerek karıştırılmakta ve ardından potaya koyulmaktadır. Pota içerisinde eritme fırınına koyularak stokiyometriye bağlı olarak 1050 – 1250 °C’de eritilir. Soğuk bir yüzey üzerine dökülen bu eriyik malzeme üzerine başka bir soğuk tabaka konularak preslenir. 0,05- 3 mm aralığındaki kalınlıklarda cam plakalar elde edilen bu yöntemde, elde edilen bu camlara istenilen sıcaklıklarda 10 – 250 saatlik sürelerde ısıtma işlemi uygulanarak süperiletken cam seramikler elde edilebilmektedir.

### 3.2. Örneklerin Hazırlanması

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  başlangıç kompozisyonuna sahip polikristal numuneler standart katı hal reaksiyon yöntemiyle hazırlanmıştır. Başlangıç malzemeleri olarak  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Aldrich, %99),  $\text{SrCO}_3$  (Pancreac, %98+),  $\text{CaCO}_3$  (Aldrich, %99,9) ve  $\text{CuO}$  (Aldrich, %99,99) ticari tozları kullanılmıştır. Bu ticari tozlar saf Bi-2212 elde etmek için Bi-2223 başlangıç kompozisyonundan hazırlanarak uygun oranlarda tartılmış ve akik havan içerisinde 30 dakika boyunca karıştırılmıştır. Öğütme işlemlerinden sonra, 2,9 cm çapındaki peletlere oda sıcaklığında 114 MPa sabit basınç altında 12, 24, 48 ve 72 saat olmak üzere dört farklı bekleme süresi boyunca preslenmiş ve ardından 750 °C’de 12 saat kalsine edilmiştir.

Yüksek sıcaklıklı fırınlarda kalsine edilen bu peletler tamamen yeniden öğütülmüştür. Daha sonra, oda sıcaklığında tek eksenli olarak uygulanan 114 MPa peletizasyon basıncında farklı bekleme süreleri boyunca preslenmiş ve süperiletkenlik faz oluşumunun başlaması için 820 °C’de 24 saat boyunca yeniden kalsinasyon işlemine tabi turulmuştur. Burada, (Bi-2212) örnekler üzerinde 114 MPa sabit peletizasyon basıncında farklı bekleme sürelerinin etkisini daha iyi gözlemlemek için malzeme

hazırlama sırasında uygulanan tüm adımlar, önceki makalelerde kullanılan yöntem ve aşamalara tam olarak uygun şekilde gerçekleştirilmiştir (Aytekin vd., 2016:8068-8073).

Son olarak, Bi-2212 elde etmek için 114 MPa peletizasyon basıncı altında farklı sürelerde bekletilen bu malzemeler hava ortamında 850 °C’de 120 saat boyunca tavlama işlemine tabi tutulmuştur. 114 MPa’lık sabit peletizasyon basıncı altında farklı bekleme sürelerinde bekletilen bu örnekler, bekleme süreleri dikkate alınarak çalışmanın bu noktasından itibaren A, B, C ve D olarak adlandırılmıştır.

Yapılan bu çalışmada manyetik ölçümler, kriyojenik sıcaklıklara ulaşabilen Quantum Design PPMS sistemindeki PPMS DynaCool-9 kullanılarak (1.8 ile 400 K arasında) gerçekleştirilmiştir. Numunelerde ki mevcut fazları belirlemek için X-ışını toz kırınım analizleri,  $2\theta = 3^{\circ}-60^{\circ}$  aralığında sabit tarama hızı ( $2^{\circ}/dk$ ) olarak bir Rigaku Ultima IV X-ışını kırınım ölçerinde gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın kafes parametreleri ICDD versiyon 0.6 veri tabanı ile PDXL 1.6.0.1 yazılım versiyonu tarafından otomatik olarak hesaplanmıştır. Elde edilen örneklerin yüzey morfolojileri bir Zeiss Supra 55 taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

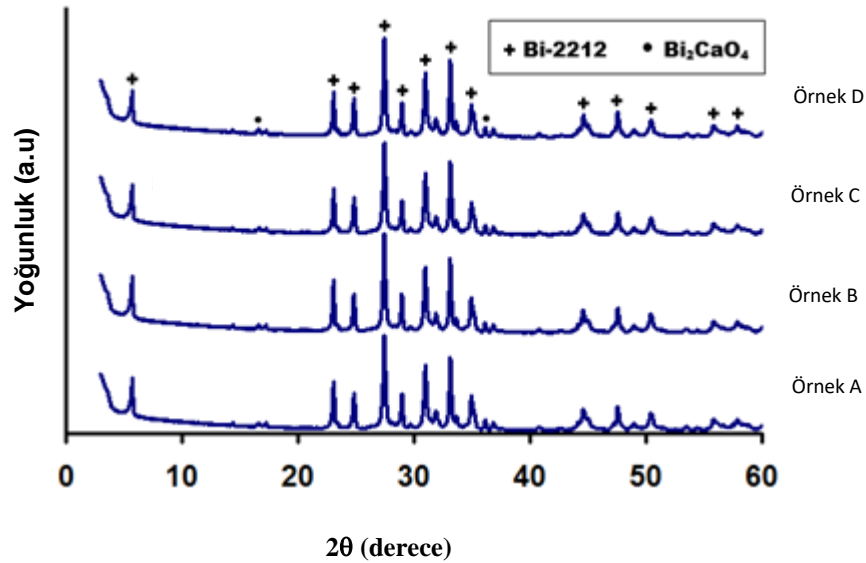
## BÖLÜM IV

### BULGULAR VE TARTIŞMA

Araştırmanın bu bölümünde yapılan deneysel çalışmaların sonuçları ve değerlendirmeleri ele alınacaktır. Üzerinde ölçümler gerçekleştirilen bütün örnekler Tarsus Üniversitesi Fizik Laboratuvarında hazırlanmıştır. Bu çalışmadaki bütün ölçümler Çukurova Üniversitesi Merkezi Laboratuvarında (ÇÜMERLAB) gerçekleştirilmiştir. Bu bölümde; XRD çalışmaları, SEM analizleri, Direnç ölçümleri, DC Manyetik özellikleri hakkında ayrı ayrı detaylı bilgiler sunulacaktır.

#### 4.1. XRD Çalışmaları

X-ışını kırınım yöntemi, x ışınlarının sahip olduğu dalga boyu sebebiyle atomlar arası düzeni açıklayan bir yöntem olup; malzemenin sahip olduğu fazlar ve miktarları, kristal boyutu, yapıdaki değişimler, kristal yönlenmesi gibi parametreler hakkında bilgi vermektedir. Bu çalışma için yapılan XRD analizi ile tüm örneklerin Bi-2212 baskın kristal yapısına sahip olup olmadığı araştırılmıştır. Şekil 4.1 yapılan çalışmalar sonucu elde edilen A, B, C ve D örnekleri için oda sıcaklığındaki X-ışını difraksiyonu (XRD) analiz sonuçlarını göstermektedir. Elde edilen sonuçlardan tüm numunelerin  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  gibi bazı ikincil fazlar içermekle birlikte yüksek miktarda Bi-2212 fazına sahip olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.1. A, B, C, D Örnekleri için XRD Desenleri

Ayrıca Bi-2212 fazının tepe (pik) yoğunlukları tüm örnekler için aynıdır. XRD grafiklerinin, faz analizlerinin yanı sıra tanelerin oryantasyonu ve kristalizasyon kalitesi hakkında da önemli bilgiler sağladığı iyi bilinmektedir (Gorur vd., 2013:3063-3072), (Ozturk vd., 2012:1235-1242). Örneklerde, artan bekleme sürelerinden bağımsız olarak değişmeyen bu tepe (pik) yoğunluklarının, numunelerdeki benzer fazların yanı sıra benzer tane yönelimlerini ve kristalleşmeyi gösterdiği aşikardır. Öte yandan, otomatik olarak hesaplanan kafes parametreleri tüm örnekler için  $a=5.402\text{Å}$ ,  $b=5.405\text{Å}$ ,  $c=30.715\text{Å}$  olarak aynı parametreler bulunmuştur.

Bütün örneklerin ortorombik kristal sistemine sahip olması; 114 MPa sabit basınç altında preslenen tüm örnekler için kristal yapılarının, bekleme süreleri prosedürü 12 saatten 72 saate değiştirilerek oldukça uzun süreler uygulansa dahi önemli ölçüde bir değişiklik gerçekleşmediğini gösterir.

Bu çalışmada Bi-2212 sisteminin kristal yapısını değiştirmek için herhangi bir metalik atomun ikamesi yapılmadığından, örnekler üzerinde benzer kristal özelliklerin görülmesinin oldukça normal olduğu belirtilmelidir. BSCCO sisteminde yüksek  $T_c$  süperiletken fazların kristal birim hücreindeki iki bitişik Bi-O düzlemi arasındaki bağın oldukça zayıf olduğu iyi bilinmektedir. Bu, BSCCO sistemine yapılan herhangi bir metalik ikamenin kristal yapıya girmesi, Bi-O katmanlarındaki oksijen miktarını değiştirebileceği veya CuO düzlemlerindeki yük yoğunluğunu etkileyebileceği anlamına gelir ve böylece kafes parametreleri büyük ölçüde değişebilir. Bu nedenle, bu çalışmada uygulanan peletizasyon basıncının ve bekleme sürelerinin, Cu-O düzlemlerindeki yük taşıyıcıların yoğunluğunu ve Bi-O katmanlarındaki oksijen içeriğini etkilemediği, değişmeyen kafes parametrelerinden açıkça ifade edilebilir.

Mikroyapı hakkında daha ayrıntılı bilgi elde etmek için XRD verilerinden Bi-2212 fazının  $23^\circ < 2\theta < 35^\circ$  aralığındaki tüm pik değerleri kullanılarak Debye Scherrer denklemi (Cullity, 1978), (Holzwarth ve Gibson, 2011:534) aracılığıyla tane boyutları hesaplanmış ve sonuçlar Tablo 4.1'de verilmiştir. Bu verilerden de anlaşılacağı üzere, bu çalışmada hazırlanan örnekler arasında en küçük kristalit boyutuna (43.175 nm) örnek A sahiptir. Aslında, örnek A'da görülen bu küçük tane boyutları, daha yüksek gözeneklilik ve daha büyük tanelerin rastgele yönelimi sorununa karşı avantajlı bir durum olabilir (Kır vd., 2016:79-85).

**Tablo 4.1.** Bütün Örnekler için Hesaplanmış Olan Tanecik Boyutları

Örnek Adı	Pik pozisyon ( $2\theta$ )	FWHM ( $\theta$ )	Tane Boyutu (nm)	Ortalama Tane Boyutu (nm)
A	23.4110	0.1713	49.50	43.176
	27.4092	0.2157	39.61	
	30.9505	0.2240	38.45	
	33.0970	0.1886	45.91	
	34.9220	0.2052	42.41	
B	23.4012	0.1088	77.91	49.888
	27.3998	0.2038	41.92	
	30.9412	0.2164	39.8	
	33.0881	0.1833	47.24	
	34.9144	0.2044	42.57	
C	23.4323	0.1141	74.30	48.818
	27.4264	0.2161	39.54	
	30.9681	0.2159	39.90	
	33.1149	0.1792	48.33	
	34.9406	0.2071	42.02	
D	23.4238	0.1112	76.23	49.462
	27.4206	0.1996	42.81	
	30.9633	0.2055	41.91	
	33.1092	0.1714	50.52	
	34.9414	0.2428	35.84	

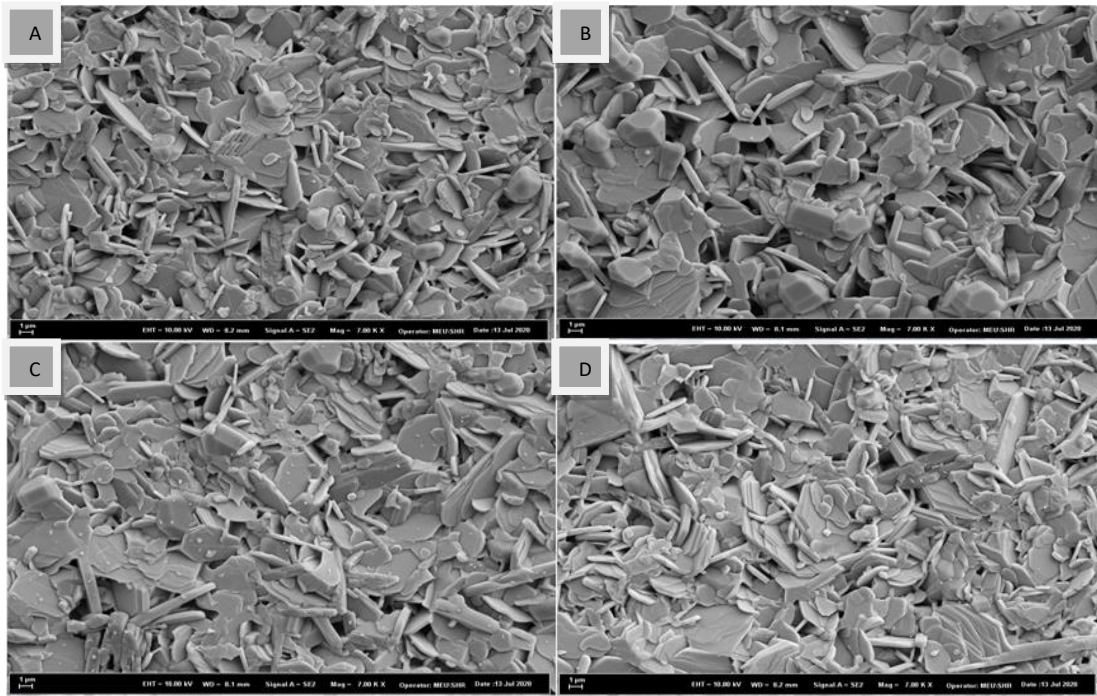
M. Ebru Kır ve arkadaşlarının yapmış olduğu K-Na katkılmasının Bi-2212 oluşumuna ve parçacık büyüklüğüne etkisini inceledikleri çalışmadan da bilindiği üzere yüksek boyutlu taneler arasında büyük açılarının oluşması, daha fazla gözenekliliğe ve daha az tane sınırına rağmen taneler arasında büyük boşluklara da neden olabilmektedir. Bu durumda, A örneğinde gözlemlendiğimiz bu küçük tane boyutları (43.176 nm), büyük tane boyutlarının rastgele yönelimi ile daha yüksek derecede boşluk oluşumu sorununa karşı avantajlı bir durum olabilir (Kır vd., 2016:79-85).

#### 4.2. SEM Analizleri

Bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin yapısı tanecikli olduğundan ve süperiletkenlik özellikleri bu taneciklerin davranışlarından etkilenebildiğinden dolayı tane yapılarının analizi oldukça önemlidir. Malzeme yüzeyinin üç boyutlu görüntülerinin elde edilmesinde kullanılan taramalı elektron mikroskobu, süperiletkenlerin tane yapılarının analizinde kullanılmaktadır. Görüntü, malzeme yüzeyine yüksek voltajla hızlandırılmış elektronların gönderilmesi ve bu elektronların malzeme yüzeyinde taratılması esnasında elektron ve malzemenin atomları arasında meydana gelen etkilerin sinyal güçlendiricilerden geçerek dijital sinyallere çevrilmesinin ardından bilgisayar monitörüne aktarılmasıyla elde edilir.

Bu çalışmada örneklerde Bi-2212 fazının varlığını gösteren tane yapısının mevcut olup olmadığı SEM mikrograflarına bakılarak araştırılmıştır. Şekil 4.2’de tüm örneklerin yüzey mikrografları görülmektedir. Tüm görüntüler, örneklerin bekleme süresinden bağımsız olarak, benzer boyutlarda ve rastgele yönlendirilmiş plaka benzeri

tanelerden oluştuğunu göstermektedir. Kristal parçacıkların boyutları ve büyümelerinin oldukça benzer olduğu gözlenmiştir. Ancak bu rastgele yönlendirilmiş tanelerin oluşumu nedeniyle boşlukların şekli ve boyutu düzensizdir. Bu davranış, klasik katı hal reaksiyon yöntemiyle üretilen çok kristalli yığın numuneler için tipiktir. Sonuç olarak bu oryantasyon bozukluğu süperiletken taneler arasında önemli bir fark göstermese de düzensiz gözeneklilik  $J_c$  değerlerini önemli ölçüde etkileyebilir (Tran vd., 2018:1071-1074). Polikristal örneklerde her zaman rastgele yönlendirilmiş tanelerin oluşumu nedeniyle, boşlukların şekli ve boyutu düzensizdir ve bu süperiletken taneler arasında, farklı taneler arası eşleşmeye neden olur.



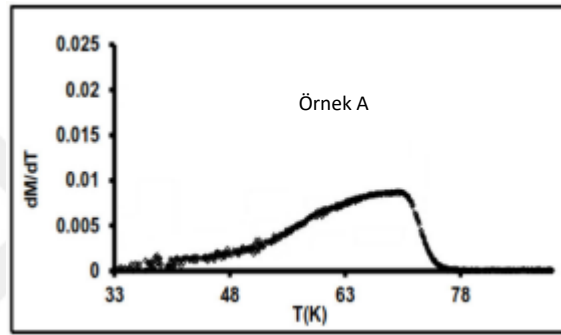
Şekil 4.2: A, B, C, D Örnekleri için SEM Görüntüleri

### 4.3. Kritik Geçiş Sıcaklığın Belirlenmesi

Yapmış olduğumuz çalışmada örneklerin süperiletkenlik geçiş sıcaklık değerleri ( $T_c^{\text{onset}}$ ) sıfır alan soğutması altındaki sıcaklığın bir fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümleri ve ardından 50 Oe'lik bir alan uygulanması ile belirlenmiştir ve şekil 4.4'te sunulmuştur.

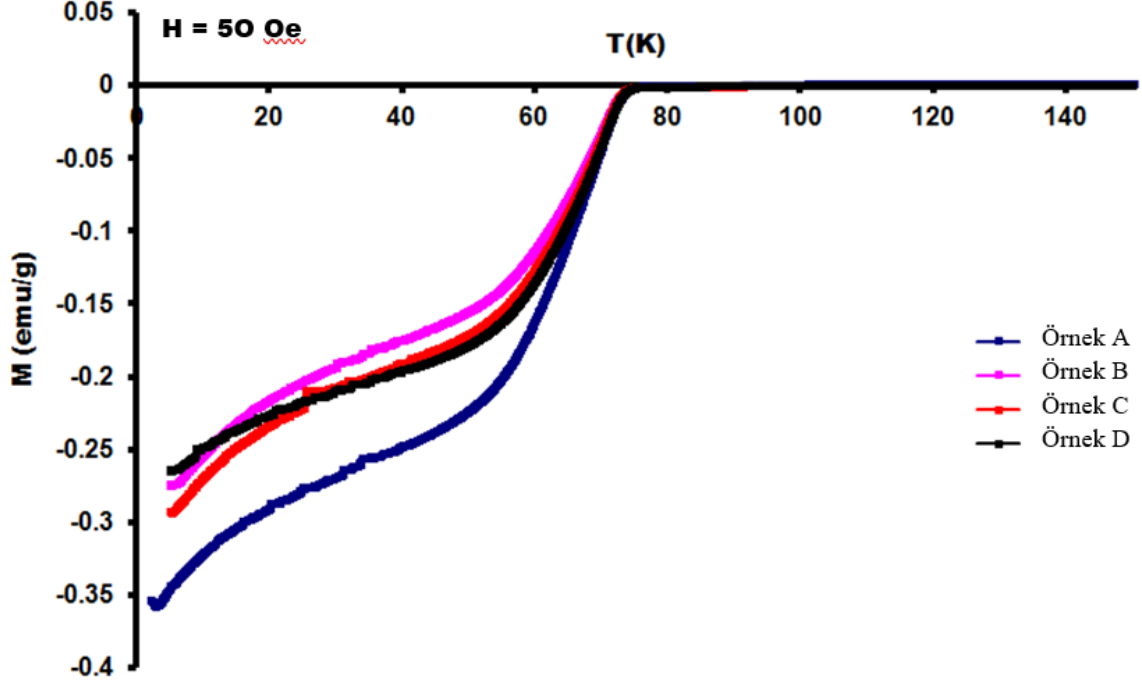
Şekilde de görüldüğü üzere tüm örneklerin belirli bir sıcaklıkta süperiletkenlik özelliğinin varlığını gösteren bir diyamanyetik davranışa sahip olduğu açıktır. Ayrıca, tüm örnekler için diyamanyetik sinyal benzer kritik sıcaklık değerleri göstermektedir ( $T_c = 77.6 \pm 4K$ ). Ek olarak, Doğru  $T_c$  değerlerini elde etmede çok kullanışlı olduğundan bütün örnekler için  $dM/dT$  eğrileri elde edilmiştir. Ancak karmaşıklığı önlemek için

şekil 4.3'te yalnızca örnek A verilmiştir.  $dM/dT$  eğrilerinde elde edilen  $T_c$  değerleri M-T grafiğinde gözlenen değerlere çok yakın olan  $72,3 \pm 4$  K aralığındadır. Bu durum, XRD analizlerinin sonuçlarıyla tam bir uyum içerisinde, tüm örneklerde benzer fazların oluştuğunun açıkça göstergesidir. Öte yandan, yüksek sıcaklık süperiletkenleri için öz direnç ölçümlerinden (R-T eğrileri) gözlemlenen süperiletken geçiş sıcaklığı ( $T_c$ ) eğrileri tek adımlı bir geçiş içeriyorsa, neredeyse tek bir süperiletken fazdan oluştukları anlamına gelir. Benzer şekilde, mıknatıslanmanın sıcaklıkla değişiminde (M-T eğrileri) görülen tek aşamalı geçiş, örneklerde benzer faz yapılarının oluştuğunun bir göstergesidir (Kandyel vd., 2013: 3363-3368).



**Şekil 4.3.** Örnek A için  $dM/dT$ 'nin Sıcaklıkla (T) Değişimi

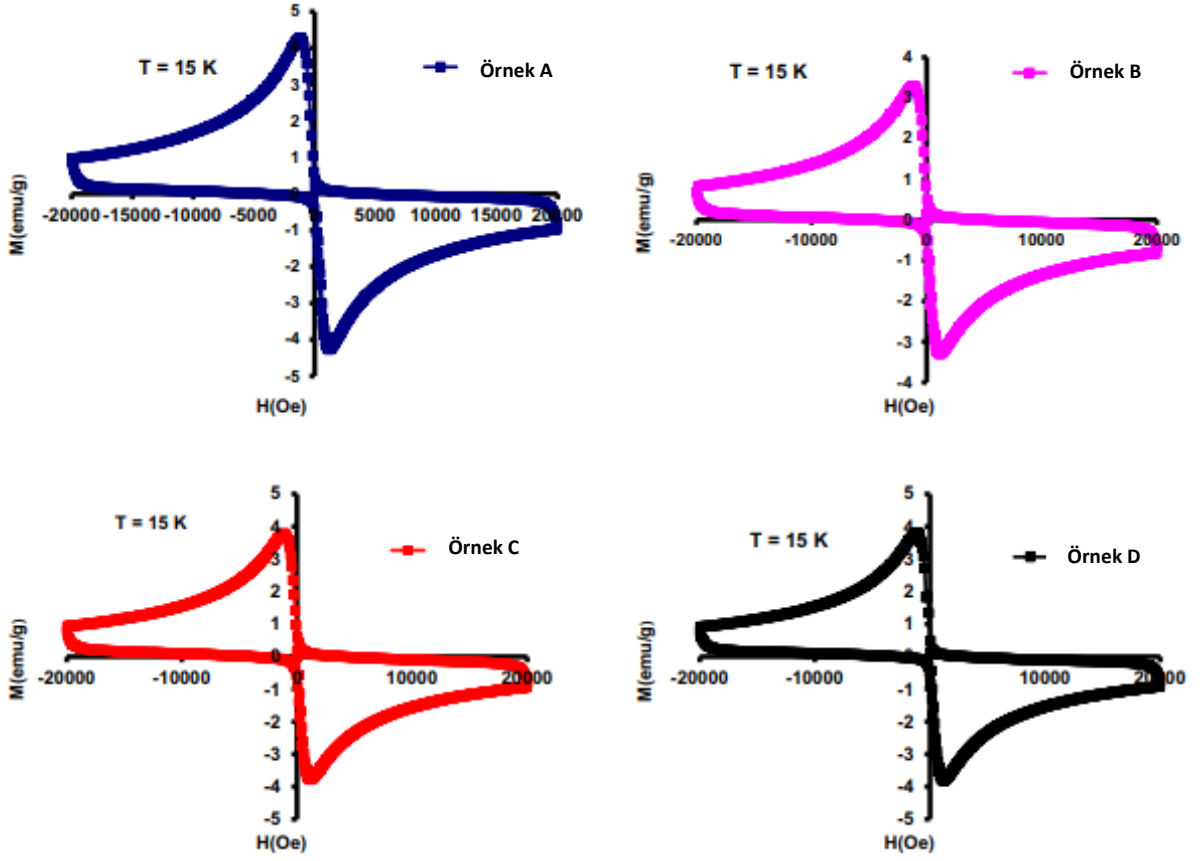
DC manyetizasyon ölçümleriyle belirlenen  $T_c$ 'nin taneler arasındaki bağlanma ile tane içi süperiletken akımların kalitesini yansıttığı iyi bilinmektedir. Bununla birlikte tane sınırlarının sayısı, tane bağlantısı ve tane yönelimi gibi parametreler de manyetizasyon eğrilerinin davranışını etkiler (Ozabaci vd., 2016:8325-8330). Bu malzemelerde iyi tane yöneliminin ve gelişmiş tane bağlantısının geniş bir manyetizasyon eğrisi oluşturduğu açıktır. Şekil 4.4.'te görüldüğü üzere, A örneği diğer örneklerle karşılaştırıldığında en geniş manyetizasyon eğrisine sahiptir, bu durum A örneğinin süperiletken taneler arasındaki taneler arası eşleşmesinin diğer numunelerden daha iyi olduğu anlamına gelmektedir.



Şekil 4.4. Bütün Örnekler için Mıknatıslanmanın (M) Sıcaklıkla (T) Değişimi

#### 4.4. DC Manyetik Özellikleri

Yapmış olduğumuz çalışmada son olarak M-H ölçümleri yapılmış olup Bean modeli kullanılarak manyetik histerezis döngüsünden bütün numunelere ait kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ ) değerleri hesaplanmıştır. Şekil 4.5, tüm numuneler için 15 K'de  $\pm 2$  T uygulanan alanlar arasında elde edilen histerezis (M-H) döngülerini göstermektedir. Mıknatıslanma eğrisi tarafından çevrelenen histerezis döngü alanının daha geniş olması, Tip II süperiletkenlerde yüksek faz saflığı, düzgün tane yönelimi ve daha iyi taneler arası bağlantı gibi süperiletkenlik özelliklerinin gelişimini gösterdiği bilinmektedir (Ozkurt vd., 2007:105-118), (Ozkurt, 2013:2426-2431). Şekil 4.5'te tüm örnekler benzer akı çivileme merkezlerinin varlığını gösteren simetrik histerezis eğrilerine sahipken en büyük histerezis alanının örnek A'ya ait olduğu görülmektedir. Bu durum, ideal Bi-2212 fazının süperiletkenlik özelliklerini korumak için 114 MPa basınç altında 12 saatten fazla sürede tutulmaması gerektiği anlamına gelmektedir.



**Şekil 4.5.** 15 K’de  $\pm 2T$  Harici Manyetik Alan Altında Bütün Örnekler için Ölçülen Manyetizasyon Histerezis Eğrileri

Şekil 4.5’deki grafiklerden de anlaşılacağı üzere tüm örneklerde benzer akı çivileme merkezlerinin varlığını gösteren simetrik histerezis eğrileri gözlenmektedir. Bununla birlikte, histerezis döngüleri içindeki alan bütün örnekler için aynı değildir, Örnek A için daha büyüktür. Bu durum bize bu örneklerde en iyi süperiletkenlik özelliklerini elde etmek için peletizasyon sırasında maksimum bekleme süresi olarak 12 saat kullanılmasını işaret eder.

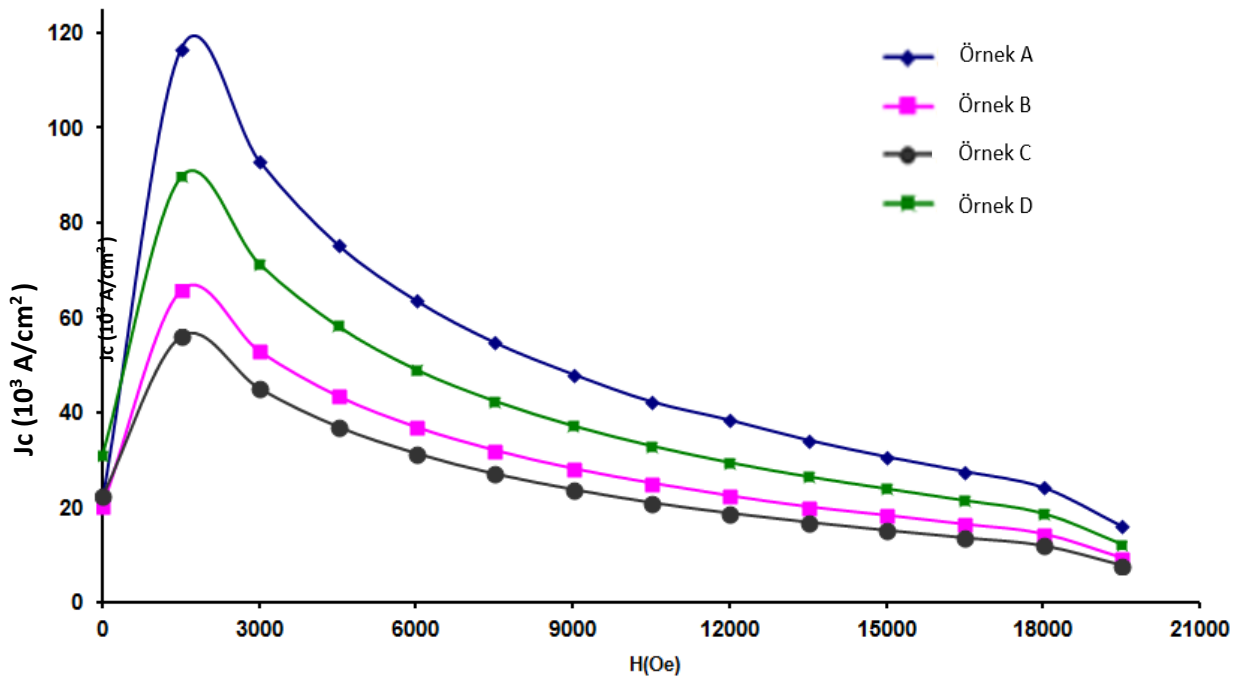
Örneklerin  $J_c$  değerleri Bean modeli kullanılarak hesaplanmıştır (Tran vd., 2018:1071-1074).

$$J_c = F \frac{\Delta M}{d},$$

Burada  $J_c$  , bir örneğin santimetrekare başına amper cinsinden kritik akım yoğunluğudur.

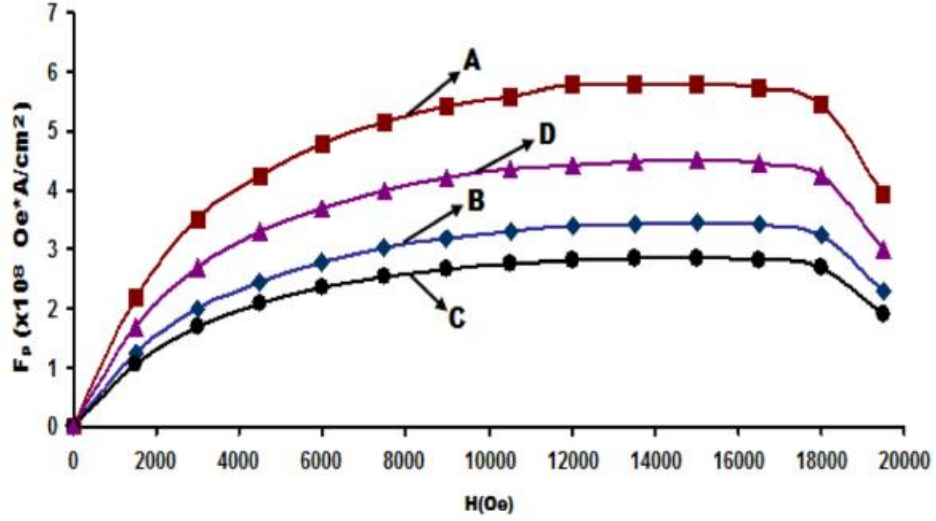
$\Delta M = M_+ - M_-$  artan (+) ve azalan (-) dış manyetik alandaki örnek manyetizasyonu, santimetreküp başına elektromanyetik birimlerle ölçülür. ‘d’ silindir şeklindeki örneğin (pelet) santimetre cinsinden ölçülen çapıdır. ‘F’ örneğin geometrisine bağlı olarak demanyetize edici bir faktördür. Bu çeşit peletler için  $F=30$ ’dur.

Hesaplanan tane içi (intragranuler) kritik akım yoğunluk değerleri ( $J_c$ ) şekil 4.6'da sunulmuştur. Ölçüm yapılan tüm manyetik alan aralığında (0-2T) örnek A'nın sürekli olarak en yüksek  $J_c$  değerlerini koruduğu açıkça görülebilmektedir. Tane sınırları arasındaki bağ zayıf olduğunda, manyetik alanın bu tane sınırları arasına kolayca nüfuz ederek süperiletkenlerin  $J_c$  değerlerinde hızlı bir düşüşe neden olduğu iyi bilinmektedir. Tip II süperiletkenlerde düşük  $J_c$  değerlerine neden olan bir diğer önemli etki de akı çivileme (flux-pinning) merkezlerinin az olmasıdır. Bu nedenle, en yüksek  $J_c$  değerlerine sahip örnek A'nın tüm örneklere kıyasla en iyi taneler arası bağlantının yanı sıra en iyi akı çivilemede de etkili olduğu açıkça söylenebilir.



**Şekil 4.6.** 15 K'de Uygulanan Alanın bir Fonksiyonu Olarak Tüm Örnekler için Hesaplanan Kritik Akım Yoğunlukları

Ayrıca, tüm numuneler için  $F_p = J_c \times B$  olarak tanımlanan çivileme kuvvetinin ( $F_p$ ) manyetik alana bağlılığı şekil 4.7'de gösterilen değerlerden hesaplanmış ve manyetik alanın bir fonksiyonu olarak sunulmuştur. Şekil 4.7.'de görüldüğü gibi örnek A'nın  $F_p$  değerleri, haricen uygulanan alandan bağımsız olarak diğer hazırlanan örneklerin  $F_p$  değerlerinden her zaman daha yüksektir. Bu durum örnek A'nın tüm örnekler arasında en iyi akı çivileme özelliklerine sahip olduğunu gösterir.



**Şekil 4.7.** 15 K'de Tüm Örnekler için Uygulanan Alana Karşı Akı Çivileme Kuvvetleri

Akı çivileme kuvvetinin, çivileme merkezlerinin boyutları, toplam sayısı, yönelimi ve yoğunluğu gibi farklı faktörlere ve ayrıca uygulanan manyetik alana bağlı olduğuna dikkat edilmelidir (Ozcelik vd., 2020: 1285-1929), (Haugan vd., 2020: 040301). Öte yandan tane sınırları, çivileme merkezleri olarak davranabildikleri için  $F_p$  değerlerini de önemli ölçüde etkileyebilir (Sandu vd., 2021:5951). Sonuç olarak örnek A en yüksek  $F$  değerlerini gösterdiği için yukarıda bahsedilen tüm parametrelerin örnek A için iyileştiği söylenebilir.

## SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada geleneksel katı hal reaksiyonu yöntemi ile üretilen örnekler kullanılarak 114 MPa sabit peletizasyon basıncı altında hazırlanan Bi-2212 seramiklerinin süperiletkenlik özelliklerinin değerlendirilmesi rapor edilmiştir. XRD modellerinden tüm numunelerin yüksek oranda Bi-2212 fazı içerdiği açık olmakla birlikte ikinci faz olarak sadece  $\text{Bi}_2\text{CaO}_4$  içermektedir. Bu durum, uygulanan peletizasyon basıncının düşük olmasına rağmen yüksek termodinamik stabilitesi nedeniyle Bi-2212 fazının oluşumuna izin verdiği anlamına gelir. SEM sonuçları, tüm örneklerin farklı tane boyutlarına sahip olmaları dışında rastgele tane oryantasyonu ve homojen faz oluşumu ile benzer tane morfolojisine sahip olduğunu göstermiştir. Tüm örnekler için MT eğrisinden (manyetizasyona karşı sıcaklık) elde edilen  $T_c$  değerleri 77-82 K aralığında olup Bi-2212 fazının ideal oranda oluştuğunu gösterir. Hazırlanan örneklerin manyetik özellikleri, 15 K'de MH (manyetik histerezis) eğrileri ve Bean modeli çerçevesinde hesaplanan kritik akım taşıma yoğunluk değerleri kullanılarak incelenmiştir.

114 MPa'lık sabit peletizasyon basıncı altında 12 saatlik bekleme süresinin en iyi süperiletkenlik özelliklerini ve en büyük  $J_c$  değerlerini ( $T=15$  K ve  $H=1.5$  T'de  $1.605 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup>) sağladığı gözlemlenmiştir. Bu çalışmada ayrıca örneklerin akı çivileme (flux pinning) özelliklerini daha iyi incelemek için  $J_c$  ve B değerlerinden çivileme kuvveti yoğunluğu ( $F_p$ ) hesaplanmıştır. Maksimum çivileme kuvvetine ( $3.929$  Oe A/cm<sup>2</sup>,  $T = 15$  K ve  $H = 1.95$ ), 114 MPa altında 12 saatlik bekleme süresi ile elde edilen örnek A'nın sahip olduğu bilgisi elde edilmiştir.

## KAYNAKÇA

- Abdulridha, A.R., Al-Bermamy, E., Hashim, F.S., 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*, 127:106967.
- Abou-Aly, A.I., Abdel Gawad, M.M.H., Awad, R., G-Eldeen, I., (2011). Improving the Physical properties of (Bi,Pb)-2223 phase by  $\text{SnO}_2$  nano-particles addition. *J Supercond. Nov. Magn*, 24:2077-2084.
- Akimov, A.I., Lebedev, S.A., Tarasevich, T.V., Ignatenko, O.V., (2011). Effect of high-pressure compaction on the properties of  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y\text{F}_x$  ( $x = 0, 0.1, 0.2$ ) ceramics. *Inorganic Materials volume*, 44:319-328.
- Aksan, M.A., Altin, S., Yakinci, M.E., Guldeste, A., Balci, Y., (2011). Effect of Bi deficiency on grain alignment of BiPb-2223 thin film fabricated using rf sputtering process and on critical current density properties. *Mater. Sci. Technol.*, 27:314-319.
- Aksan, M.A., Madre, M.A., Rasekh, S., Constantinescu, G., Torres, M.A., Diez, J.C., Sotelo, A., Yakinci, M.E., (2015). Effect of Secondary Annealing Process on Critical Current Density in Highly Textured Bi-2212 Superconducting System. *journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 67(9):2079-2086.
- Aytekin, M.E., Özkurt, B., Sugözü, I., (2015). Physical, magnetic and mechanical properties of Bi-2212 superconductors prepared by high pelletization pressure. *J. Mater. Sci. Mater. Electron*, 26:1799-1805.
- Aytekin, M.E., Ozkurt, B., Sugoza, K.B., Kose, E., Sugoza, I., (2016). The effect of different dwell times at a constant pelletization pressure of 6 GPa on superconducting properties of  $\text{Bi}_{1.8}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1.1}\text{Cu}_{2.1}\text{O}_y$  ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics volume*, 27:8068-8073.

- Aytekin, M.E., Özkurt, B., Sugözü, İ., (2014). Physical, magnetic and mechanical properties of Bi-2212 superconductors prepared by high pelletization pressure. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics volume*, 26:1799-1805.
- Baca, F.J., Holesinger, T.G., Coulter, J.Y., Miao, H., Huang, Y., Parrel, J., Campbell, S., Searcy, J., Sooby, E., Kennison, J., Depaula, R., Apodaca, I., Marken, K., (2012). Effect of pre-annealing in thermal processing of Bi-2212 round wires. *AIP Conference Proceedings*, 1435(1):340-345.
- Barat, P., Bandyopadhyay, S.K., Dasgupta, P., Sen, P., De, U., Kar, S.K., Mukhopadhyay, P.K., Majumdar, C.K., (1993). Effect of pelletization pressure on texturing of a YBa<sub>2</sub>Cu<sub>307-8</sub> sample. *Physica C*, 218:63-68.
- Barzi, E., Lombardo, V., Turrioni, V., Baca, F.J., Holesinger, T.G., (2011). BSCCO-2212 Wire and Cable Studies. *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, 21:2335.
- Benmessaoud, F., Cheikh, M., Velay, V., Vidal, V., Matsumoto, H., (2020). Role of grain size and crystallographic texture on tensile behaviour induced by slinging mechanism in Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng., A* 774:138835.
- Costa, F.M., Rasekh, Sh., Ferreira, N.M., Sotelo, A., Diez, J.C., (2013). Effect of current polarity on BSCCO/Ag ceramics textured by electrically assisted laser floating zone. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 26:943.
- Cullity, B.D., (1978). *Element of X-ray diffraction*. Addison-Wesley, Reading.
- Dorbolo, S., Ausloos, M., Bougrine, H., Robertz, B., Cloots, R., Mucha, J., Durczewski, K., (1999). Effect of synthesis process and substrate on electrical and thermal transport properties of Bi-2212. *J. Supercond.*, 12(5):623-629.
- Fradina, I.A., Alekseev, A.F., Gridasova, T.J., Morozov, V.V., Jurchenko, D.O., (1999). Influence of pelletization pressure on magnetic susceptibility samples of ceramics Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O. *Physica C Supercond.*, 311(1-2):81-85.

- Garnier, V., Caillard, R., Sotelo, A., Desgardin, G., (1999). Relationship among synthesis, microstructure and properties in sinter-forged Bi-2212 ceramics. *Physica C*, 319:197.
- Gorur, O., Ozturk, Y., Yıldırım, G., Dogruer, M., Terzioglu, C., (2013). Sn Diffusion coefficient and activation Energy determined by way of XRD measurement and evaluation of micromechanical properties of Sn diffused  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  superconducting ceramics. *J. Mater.Sci. Mater.*, 24:3063-3072.
- Habanjar, K., Najem, A., Abdel-Gaber, A.M., Awad, R., (2020). K. Habanjar, A. Najem, AM Abdel-Gaber, R. Awad, Effect of Pelletization Pressure on the Physical and Mechanical Properties of (Bi, Pb)-2223 Superconductors. *Physica Scripta*, 95(6): 065702.
- Holzwarth, U., Gibson, N., (2011). The Scherrer equation versus the 'Debye-Scherrer equation'. *Nat. Nanotechnol.*, 6:534.
- Huang, Y., de la Fuente, G.F., Sotelo, A., Badia, A., Lera, F., Navarro, R., Rillo, C., Ibanez, R., Beltran, D., Sapina, F., Beltran, A., (1991). (Bi, Pb) $_2$ Sr $_2$ Ca $_2$ Cu $_3$ O $_{10+8}$  superconductor composites: ceramics vs. fibers. *Physica C*, 185:2401.
- Kahraman, F., Sotelo, A., Madre, M.A., Diez, J.C., Ozkurt, B., Rasekh, S., (2015). Relationship between microstructure and superconducting properties in hot-pressed Bi-2212/Ag ceramic composites. *Ceram. Int.* 41(10):14924-14929.
- Kandyel, E., Salem, A. Alqarni, A., (2013). Synthesis and characterization of doped  $\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$  superconductor by Cd $^{+2}$ . *J. Supercond. Nov. Magn.*, 26:3363-3368.
- Khalil, S.M., Sedky, A., (2004). Annealing temperature effect on the properties of Bi:2212 superconducting system. *Physica B Condensed Matter*, 357:299-304.
- Kır, M.E., Ozkurt, B., Aytekin, M.E., (2016). The effect of K-na co doping on the formation and particle size of Bi-2212 phase. *Phys. B: Condens. Matter.*, 490:79-85.

- Kıř, E. 2005. BiPbSrCaCuO Seramik süperiletkenlerde onset sıcaklığının katkı oranlarına göre deęiřimi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir
- Kocabař, K., Gökçe, M., Çiftçioglu, M., Bilgili, Ö., (2010). Effect of compaction pressure on structurel and superconducting properties of Bi-2223 superconductors. *J. Supercond. Nov. Magn*, 23(3):397-410.
- Kocabas, K., Gokce, M., Ciftcioglu, M., Bilgili, O., (2010). Effect of compaction pressure on strucrural and superconducting properties of Bi-2223 superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism volume*, 23:397-410.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T., (1988). A new high-Tc oxide superconductor without a rare earth element. *Jpn. J. Appl. Phys.* 27: 77-86.
- Marconi, D., Lung, C., Pop, A.V., (2013). The influence of pelletization pressure on normal and superconducting properties of (Bi,Pb):2223 bulk system. *Journal of Alloys and Compounds*, 579:355-359.
- Marinel, S., Bourgault, D., Belmont, O., Sotelo, A., Desgardin, G., (1999). Microstructure and transport properties of YBCO zone melted samples processed in a microwave cavity and infra-red furnace. *Physica C*, 315:205.
- Mune, P., Govae-Alcaide, E., Jardim, R.F., (2002). Influence of the compacting pressure on the dependence of the critical current with magnetic field in polycrystalline (Bi-Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> superconductors. *Physica C*, 384:491-500.
- Na, J.G., Cho, Y.R., Kim, Y.O., Lee, T.D., (1989). Effects of annealing temperature on microstructure and electrical and optical properties of radio-frequency-sputtered tin doped indium oxide films. *J. Am. Ceram. Soc.*, 72(4)698-701.

- Nane, O., Ozcelik, B., Abukay, D., (2015). The effects of the post annealing time on the growth mechanism of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  thin films produced on  $\text{MgO}(100)$  single crystal substrates by pulsed laser deposition. *Ceramic International*, 42(5):5778-5784.
- Ozabaci, M., Kizilaslan, O., Kirat, G., Aksan, M.A., Madre, M.A., Sotelo, A., Yakinci, M.E., (2016). Enhancement of magnetic relaxation behaviour by texturing in  $\text{Bi}:2212$  superconducting rods. *Ceram. Int.*, 42:8325-8330.
- Ozcelik, B., Ergin, I., Madre, M.A., Sotelo, A., (2020). Effect of Rubidium substitution on the physical and superconducting properties of textured high Tc BSCCO samples. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 33:1285-1929.
- Ozcelik, B., Ozkurt, B., Yakinci, M.E., Sotelo, A., (2013). Relationship between annealing time and magnetic properties in  $\text{Bi}-2212$  textured composites. *J. Supercon. Nov. Magn.*, 26:873-878.
- Ozkartal, E., Enis, O.N., (2018).  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12}$  Çubuk şeklinde üretilen süperiletken üzerinde doğru akım tavlamanın etkisi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23:123-128.
- Ozkurt, B., Ekicibil, A., Aksan, M.A., Ozcelik, B., Yakinci, M.E. Kıymac, K., (2007). Structural and physical properties of Nd substituted bismuth cuprates  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3-x}\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12+y}$ . *J. Low Temp. Phys.*, 149:105-118.
- Ozkurt, B., Madre, M.A., Sotelo, A., Diez, J.C. (2013). Modification of physical and structural properties of  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2.2}\text{Cu}_3\text{O}_y$  ceramics induced by annealing. *Physica B*, 426:85-89.
- Ozkurt, B., (2016). BPSCCO Süperiletken Malzemeler Üzerine Seryum Ekleme ve Titanyum Katkılmasının Etkisi. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16(2):205-211.

\_\_\_\_\_, (2014). A Significant enhancement in  $J_c$  values through excessive Na doping in  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_{2-x}\text{Na}_x\text{O}_y$  superconductors. *J Supercond. Nov. Magn.*, 28:1501-1506.

\_\_\_\_\_, (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 Material Science: Materials in Electronics*, 31:11448-11456.

\_\_\_\_\_, (2012). Effects of Ni substitution in Bi-2212 superconductors. *J Supercond. Nov. Magn*, 25:1775-1779.

\_\_\_\_\_, (2013a). The mechanical properties of Y-doped Bi-2223 superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel magnetism*, 26:261-266.

\_\_\_\_\_, (2013b). 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.*, 24:2426-2431.

Ozturk, O., (2012). Some physical properties and Vickers hardness measurements of Fe diffusion-doped  $\text{Bi}_{1.8}\text{Pb}_{0.35}\text{Sr}_{1.9}\text{Ca}_{2.1}\text{Cu}_3\text{O}_y$  superconductors. *J. Mater. Sci. Mater.*, 23:1235-1242.

Safran, S., Ozturk, H., Bulut, F., Ozturk, O., (2017). The influence of re-pelletization and heat treatment on physical, superconducting, magnetic and micro-mechanical properties of bulk BSCCO samples prepared by ammonium nitrate precipitation method. *Ceramics International*, 43(17):15586-15592.

Sandu, V., Ionescu, A.M., Aldica, G., Grigoroșcuta, M.A., Burdusel, M., Badica, P., (2021). On the pinning force in high density  $\text{MgB}_2$  samples. *Sci. Rep.*, 11:5951.

Sen, P., Bandyopadhyay, S.K., Barat, P., Mukherjee, P., Mukhopadhyay, P.K., De, A., (1995).  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  and  $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.06}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10+\delta}$  superconductors as a function of pelletization pressure. *Physica C*, 255:306-310.

- Sen, P., Bandyopadhyay, S.K., Barat, P., Mukherjee, P., Mukhopadhyay, P.K., De, A., (1995). The study of texturing of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  and  $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{0.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10+\delta}$  superconductors as a function of pelletisation pressure. *Physica C*, 255:306-310.
- Shoushtari, M.Z., Ghahfarokhi, S.E.M., (2010). A study of the magnetic properties of  $\text{Bi}_{1.64-x}\text{Pb}_{0.36}\text{Cd}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  superconductor. *J. Supercond Nov Magn*, 24:1505-1511.
- Tepe, M., Avci, I., Abukay, D., (2003). Effect of pelletization pressure on structural properties and critical current hysteresis of ceramic superconducting  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ . *Phys. Stat. Sol.*, 198(2):420-426.
- Torres, R., de Francisco, C., Munoz, J.M., Zazo, M., Torres, L., Iniguez, J., (1994). [The effect of the compaction pressure on the microwave surface resistance of the Pb doped BSCCO system. *Physica C: Superconductivity*, 235-240(3):1995-1996.
- Tran, D.H., Le, T.M., Do, T.H., Dinh, Q.T., Duong, N.T.T., Anh, D.T.K., Man, N.K., Pham, D., Kang, W.N., (2018). Enhancements of critical current density in the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductor by Na substitution. *Mater. Trans.*, 59(7):1071-1074.
- Uehara, M., Asada, Y., Maeda, H., Ogawa, K., (1988). Magnetic Properties of  $\text{BiSrCaCu}_2\text{O}_x$  Superconductors. *Japanese Journal of Applied Physics*, 27:665.
- Venkataswamy, A.N., Chirayil, G.T. Kannaiyan, S., (2014). Investigation of structural formation of structural formation of starting composition 2245 in the Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O system superconductors. *J. Solid State Phys.* 7.
- Vieira, J.M., Silva, R.A., Silva, R.F., Cosat, F.M.,(2012). Enhancement of superconductivity in LFZ-grown BSCCO fibres by steeper axial temperature gradients. *Appl. Surf. Sci.* 258 (23): 9175-9180.

## ÖZGEÇMİŞ

**Adı ve Soyadı** : Emine Kara

**Doğum Tarihi** :

**E-mail** :

**Öğrenim Durumu** :

Derece	Bölüm/Program	Üniversite	Yıl
Lisans	Elektrik-Elektronik Mühendisliği	Çukurova Üniversitesi	2013

**Görevler** :

Görev Ünvanı	Görev Yeri	Yıl
Elektrik Elektronik Mühendisi	EMTA İnşaat Taahhüt ve Ticaret A.Ş.	2013-2014
Elektrik Elektronik Mühendisi	Tarsus Belediyesi	2014-halen

## ESERLER (Makaleler ve Bildiriler)

1. Kara, E., Ozkurt, P., Ozkurt, B., (2022). Effects of different dwell-times under low pelletization pressure on the physical properties of the Bi-2212 ceramics. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 33:14951-14960.