

**T.C.  
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FİZİK ANABİLİM DALI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**İTRİYUM (1-X) LUTESYUM (X) BARYUM(2) BAKIR(3) OKSİJEN(7-δ)  
SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN BAZI FİZİKSEL, YAPISAL VE MEKANİK  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**CEMİLE CEVHER YAĞŞI**

**MAYIS 2011**

**Fizik Anabilim Dalında** Cemile Cevher YAĞŞI tarafından hazırlanan “Y<sub>1-x</sub>Lu<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN BAZI FİZİKSEL, YAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI” adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylıyorum.

28/04/2011

Bu tezi okuduğumu ve tezin Yüksek Lisans Tezi olarak bütün gereklilikleri yerine getirdiğini onaylıyorum.

Jüri Üyeleri

Başkan :Prof. Dr. Sedat AĞAN

Üye (Danışman) :Prof. Dr. Saffet NEZİR

Üye :Doç. Dr. Erdem Kamil YILDIRIM

Bu tez ile Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onaylamıştır.

## ÖZET

### ITRİYUM(1-X) LUTESYUM(X) BARYUM(2) BAKIR(3) OKSİJEN(7-δ) SÜPERİLETKEN SİSTEMİNE LUTESYUMUN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

YAĞŞI, Cemile Cevher

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Saffet NEZİR

Mayıs 2011, 81 sayfa

Bu çalışmada,  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşikleri, x yerine farklı miktarlarda Lutesyum (Lu) katılarak üretildi. Üretilen numunelerin elektriksel özdirençleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri sertlik ve elastite modülü ölçümleri yapılarak incelendi.

Katkısız olarak üretilen numune için kritik geçiş sıcaklık değeri ( $T_c=93$  K) olarak ölçüldü. Yapılan katkılamalara bağlı olarak bu değer artarak x=0,2 katkısı için kritik geçiş sıcaklığı ( $T_c=95,8$  K) olarak belirlendi.

Sertlik ve elastite ölçümlerine göre incelendiğinde uygulanan yük arttıkça sertlik ve elastite modülünde azalma gözlemlendi. Bu azalma belli bir değerden sonra yaklaşık olarak sabit kalmaktadır.

Anahtar Kelimeler: YBCO, Süperiletkenliğin Özellikleri, Sertlik ve Elastite Modülü, SEM, Elektriksel Özdirenç

## ABSTRACT

RESEARCH OF THE EFFECTS OF LUTESYUM İN SUPERCONDUCTİVE  
SYSTEM  
İTRİYUM(1-X) LUTESYUM(X) BARIUM(2) COPPER(3) OXYGEN(7- $\delta$ )

YAĞŞI, Cemile Cevher

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M.Sc. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Saffet NEZİR

May 2011, 81 pages

In this study,  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  superconductive compounds were produced by replacing x with different amounts of Lutesyum. For these samples electrical resistivity and elastisite modul measurements were performed, in additon, SEM investigation of the samples were also performed.

Critical temperature value for the sample, which was produced without dopping measured as ( $T_c=93$  K). The results showthat this value is depend on the amount of dopping and critical temperature became ( $T_c=95,8$  K) for  $x=0,2$  measurements of hardness and elastite module show that applied bad results in decreasing in hardness and elastite module in creasing. This decreasing become nearly constant after a specific value.

Key Words: YBCO, Properties of superconductivity, elastisite modul measurements, SEM, electrical resistivity

## TEŐEKKÜR

Bu tezin hazırlanmasında yardımlarımı esirgemeyen ve her konuda bana büyük destek olan tez danışman hocam sayın Prof. Dr. Saffet NEZİR'e, tez çalışmalarım esnasında, laboratuvar imkanlarını sonuna kadar kullanılmasına izin veren sayın Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN'e, Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU'na, çalışmalarımnda bilimsel desteklerini esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ'e bana her konuda yardımcı olan, destek veren aileme ve tez yazımında çok yardım eden nişanlım Adil ÖZTEKİN'e teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGE VE TABLO.....	xi
SİMGELER DİZİNİ.....	xii
KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ .....	1
1.1. Kaynak Özetleri .....	1
1.2. Süperiletkenliğin Keşfi.....	8
1.3. Tarihsel Gelişme .....	10
1.4. Süperiletkenlerin Bazı Temel Özellikleri .....	14
1.4.1. Sıfır Direnç ve Geçiş Sıcaklığı.....	15
1.4.2. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	16
1.4.3. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ ).....	19
1.4.4. Meissner Etkisi.....	20
1.4.5. Süperiletkenliğin Mikroskobik Modeli (BCS).....	22
1.4.6. Mekaniksel Özellikler.....	24
1.4.7. Çentici Tipleri .....	26
1.4.8. ISE Davranışı ve Sebepleri .....	33
1.4.9. Derinlik Duyarlı Çentme .....	34
1.4.10. Yığılma (Pile-Up) ve Çökme ( Sink-in) Davranışları .....	37
1.4.11. Ölçüm Sonuçlarının Değerlendirildiği Metot .....	38
1.5. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	39
1.5.1. Giriş .....	39
1.5.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri .....	40

1.5.3. YBCO'nun Kristal Yapısı.....	41
1.5.4. $YBa_2CuO_7$ Bileşiminin Faz Diyagramı.....	42
1.5.5. $YBa_2Cu_3O_7$ Bileşiminin Kristal Yapısı .....	44
2. MATERYAL VE YÖNTEM .....	46
2.1. Giriş .....	46
2.2. Deneysel Çalışmalar .....	49
2.2.1 $YBa_2Cu_3O_{7.8}$ Bileşiminin hazırlanması. ....	49
2.2.2. Lutesyum Katkısı İçin Uygulanan Isıl İşlemler .....	50
2.2.3. Presleme İşlemi .....	50
2.2.4. Tavlama İşlemi .....	52
2.2.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Çalışmaları .....	53
2.2.6. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri.....	54
2.2.7. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması .....	56
2.3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin incelenmesi.....	57
2.3.1. Yükleme Metodu.....	57
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	60
3.1. Giriş .....	60
3.2. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri .....	60
3.3. SEM İle İnceleme.....	62
3.4. Yük-Yerdeğiştirme Eğrilerinin Analizi.....	68
4. SONUÇ .....	74
ÖZGEÇMİŞ .....	76
KAYNAKÇA .....	77

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. 1. Cıva’da kritik sıcaklık ile direncin değişimi[3]. .....	9
Şekil 1. 2. Çok iyi iletken olan gümüş ile süperiletkenlik gösteren kalayın öz direncinin, sıcaklıkla değişimi [Ku,1987]. .....	9
Şekil 1. 3. Süperiletkenlerin keşif tarihleri ve kritik geçiş sıcaklıkları, düz çizgiler birinci tip süperiletkenleri, kesikli çizgiler ise ikinci tip süperiletkenleri temsil etmektedir[33]. .....	14
Şekil 1. 4. Sürekli akım şekil diyagramı[59]. .....	16
Şekil 1. 5. Sıcaklık ile kritik manyetik alanın (a) I. tip süperiletkenlerde ve (b) II. tip süperiletkenlerdeki değişimi.....	17
Şekil 1. 6. Meissner Etkisiyle havada kalan mıknatıs[40]. .....	21
Şekil 1. 7. Negatif yüklü bir atom, süperiletken kafesindeki pozitif yüklenmiş iki iyon arasından geçerken iyonlar içe çekilir. Kafes yapısındaki bu bozunma bu bölgede pozitif yük artmasına ve bu bölgenin negatif yüklü elektronlar için bir çekim uygulamasına sebep olur[42]......	22
Şekil 1. 8. Farklı geometrilere sahip çentme uçları; (a) Brinell çentici, (b) Küresel Çentici, (c) Vickers çentici, (d) Berkovich Çentici .....	28
Şekil 1. 9. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi .....	33
Şekil 1. 10. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi .....	35
Şekil 1. 11.Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) İdeal elastik b) Elastoplastik c) Katı plastik numune .....	36
Şekil 1. 12. Pile up ( yığılma) ve sink-in (çökme) davranışının şematik gösterimi ..	37
Şekil 1. 13. YBCO’nun Kristal Yapısı.....	42
Şekil 1. 14. Y-Ba-Cu-O sisteminin ikili faz diyagramı[57]. .....	43
Şekil 2. 1. Toz karışımın kalsinasyon işlemi.....	50
Şekil 2. 2. Kalıplanmış numuneler .....	51



Şekil 2. 3. Kalıp .....	51
Şekil 2. 4. Press.....	52
Şekil 2. 5. Sinterleme işlemi grafiği .....	53
Şekil 2. 6. Protherm marka silindirik bir fırın .....	53
Şekil 2. 7. Standart dört nokta yöntemine göre (a) numunelere yapılan kontaklar ve (b) parametrelerin şematik gösterimi .....	54
Şekil 2. 8. Özdirenç ölçümlerinin yapıldığı Cryogenic marka sıvı helyum kriyostat sisteminin fotoğrafı .....	55
Şekil 2. 9. Standart dört-nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği .....	55
Şekil 2. 10. Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201) .....	57
Şekil 2. 11. Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi. ....	58
Şekil 2. 12. Test yükü üretim ünitesinin şematik gösterimi. ....	59
Şekil 3. 1. 950°C’de 25 saat tavlanan $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi. ....	61
Şekil 3. 2. 950°C’de 25 saat tavlanan $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi. ....	61
Şekil 3. 3. Farklı miktarlarda lütesyum katılan $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunelerin 105 K’de normalize edilen dirençlerinin sıcaklıkla değişimi. ....	62
Şekil 3. 4. Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin 1000 kez büyütme ile (üstte) ve 2500 kez büyütme ile (altta) elde edilen görüntüleri. ....	63
Şekil 3. 5. Lütesyum katkı miktarı $x = 0,05$ için $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü. ....	64
Şekil 3. 6. $Y_{0,9}Lu_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinin 1000 kez (üstte) ve 2500 kez (altta) büyütme ile elde edilen SEM fotoğrafları. ....	65
Şekil 3. 7. Lütesyum katkı miktarı $x = 0,2$ değeri için $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilmiş SEM görüntüsü. ....	66
Şekil 3. 8. Oksijen ortamında 950°C’de 25 saat tavlansarak üretilen $Y_{0,7}Lu_{0,3}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü. ....	67
Şekil 3. 9. Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi. ....	68
Şekil 3. 10. $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi	69

Şekil 3. 11. Lu değeri $x = 0,1$ olan $Y_{0,9}Lu_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğinin yük- yerdeğiştirme eğrisi.....	69
Şekil 3. 12. $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi...70	70
Şekil 3. 13. 0.3 Lu katkılı YBCO süperiletkeninin Yük-yerdeğiştirme eğrisi .....	70
Şekil 3. 14. Sertliğin yüke bağlı değişimi .....	71
Şekil 3. 15. Elastisite Modülünün yüke bağlı davranışı.....	72

## ÇİZELGE VE TABLOLAR DİZİNİ

Çizelge 1. 1. Bazı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin geçiş sıcaklıkları, kristal yapıları, birim hücredeki $\text{CuO}_2$ sayıları (n) ve örgü parametreleri[35]. ....	18
Çizelge 1. 2. Oksijen Miktarı ve Kritik Sıcaklıklar .....	44
Çizelge 2. 1. $\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğini hazırlamak için kimyasal bileşiklerin saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları .....	49
Çizelge 2. 2. 8 gramlık $\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğini üretmek için kullanılan başlangıç karışım miktarları .....	49
Tablo 1. $h_{\text{son}}/h_{\text{maks}}$ oranları.....	73
Tablo 2. $h_{\text{maks}}-h_{\text{son}}$ değerleri.....	73

## SİMGELER DİZİNİ

A	Kontak yarıçapı
A	Yüzey alanı
$a, b, c$	Birim hücre örgü parametreleri
B	Manyetik alan
D	Çentinin yarıçapı
E	Etkin yük
E	Elektrik alan
E	Etkin elastik modülü
F	Elektromanyetik kuvvet
H	Yer değiştirme
H	Sertlik
$H_c$	Kritik manyetik alan
$H_{c1}$	Alt kritik manyetik alan
$H_{c2}$	Üst kritik manyetik alan
$h, k, l$	Miller indisleri
$H_p$	Plastik derinlik
I	Kritik akım
$J_c$	Kritik akım yoğunluğu
$k_B$	Boltzman sabiti
$\ell$	İç kontaklar arası mesafe
L	Sıvı faz
P	Kontak basıncı
R	Çentici yarıçapı
T	Tesla
$T_c$	Kritik geçiş sıcaklığı
V	İç kontaklardan ölçülen gerilim
X	Oksijen konsantrasyonu
$\rho$	Özdirenç
Mo	Mobilite

## KISALTMALAR DİZİNİ

AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
Ag	Gümüş
Au	Altın
Ba	Baryum
BCS	Bardeen – Cooper – Shreffer
BHN	Brinel sertlik numarası
BSCCO	$\text{Bi(Pb)}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$
Co	Kobalt
Cr	Krom
Cu	Bakır
ÇBE	Çentik Boyut Etkisi
DDM	Derinlik duyarlı mikrosertlik
EMK	Elektromanyetik kuvvet
Fe	Demir
IBM	International Business Machines Corporation
ISE	Çentik boyu etkisi
K	Potasyum
Li	Lityum
$\text{MgB}_2$	Magnezyum di Bor
Mn	Mangan
Ni	Nikel
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
Rb	Rubidyum
RISE	Ters çentik boyu etkisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
TBCCO	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{12}\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{2n+2}$
VDH	Vickers elmas sertliği
VH	Vickers sertliği
YBCO	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$
YSS	Yüksek sıcaklık süpekiletkenleri

# 1. GİRİŞ

## 1.1. Kaynak Özetleri

H. K. Onnes<sup>(2)</sup> tarafından 1911'de süperiletkenliğin keşfedilmesiyle ilgili yazılan ilk makale olup süperiletkenliğin keşfi ve oluşumu hakkında detaylı bilgi veren ilk kaynaktır.

C. W. Chu ve arkadaşları<sup>(3)</sup> tarafından 1998 yılında kaleme alınan ve Physical Review Letters'da yayınlanan 114 K'de Bi-Al-Ca-Sr-Cu-O bileşiğinin süperiletkenliğini araştıran, aynı zamanda süperiletkenliğin oluşumu ile ilgili konulara da yer veren bir makaledir.

İ. Avcı<sup>(4)</sup> tarafından 2002 yılında İzmir Dokuz Eylül Üniversitesi tarafından yüksek lisans tezi olarak kabul gören ve Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin özelliklerini, YBCO ince filmlerin hazırlanmasını ve Josephson kavşaklarının elde edilme tekniğini anlatan bir kaynaktır.

R. A. Serway<sup>(5)</sup> tarafından 3 cilt olarak çıkarılan Serway Physics isimli kitabın 3.cildinde süperiletkenliğin doğası, oluşumu, temel esasları, teorileri, bulguları uygulama alanları ve gelişimi üzerine açıklayıcı bilgilere yer veren, okuma parçaları ile de konu bütünlüğünü destekleyen eşsiz bir kaynaktır.

W. Meissner ve R. Ochsenfeld<sup>(6)</sup> tarafından 1933'de kaleme alınan ve Meissner etkisi olarak bilinen, süperiletkenliğin yeterince düşük sıcaklıklarda bir manyetik alan altında diamanyetik bir malzeme gibi davranmasını ve etrafındaki manyetik alanı dışlamasını konu alan eser, bu alanda yazılan ilk makale olma özelliğine sahiptir.

B. David Josephson<sup>(7)</sup> tarafından bulunan iki süperiletken arasına yerleştirilmiş yeterince ince bir yalıtkandan süperelektronların geçişini anlatan ve 1962 yılında Physical Review Letters'da yayınlanan bu alandaki ilk makale olma özelliğine sahiptir.

J. G. Bednorz ve K. A. Müller<sup>(8)</sup> 1986 yılında lantanyum, baryum ve bakırın bir oksidinde 30 K'nin üzerinde süperiletkenliğin varlığını keşfetmeleri ile Yüksek

Sıcaklık Süperiletkenliği fikri doğdu ve bu alanda sayısız yayın yapıldı. 1986 yılında Z.Physics’de yayınlanan bu kaynak bu alandaki ilk makaledir.

Uzun et al, (2004) <sup>(9)</sup>, soğuma oranının/şartlarının mikro yapı ve mekanik özellikler üzerine etkisini incelemek için eriyik döndürme yöntemi (M-S) ile Al-%8wt.Si ve Al-%16wt.Si alaşımlarını hızlı katılaştırmışlardır. Hızlı katılaştırılmış şeritleri ve normal olarak dökülmüş numuneleri optik mikroskop, elektron mikroskobu ve X-ışını kırınımı (XRD) yöntemleri ile incelemiştir. Çalışmalarında M-S yöntemi ile üretilmiş şeritlerin homojen bir şekilde dağılmış  $\alpha$ -Al matrisi ve ötektik Si fazlarından meydana geldiğini ve birincil silikon fazının oluşmadığını gözlemlemiştir. XRD analizi sonucunda, Si’nin  $\alpha$ -Al matrisi içerisindeki çözünürlüğünün hızlı katılaştırmayla önemli ölçüde arttığını tespit etmişlerdir. Bunlara ek olarak, hem normal döküm numuneleri hem de eriyik döndürme tekniği ile katılaştırılmış şeritleri Vickers sertlik testi kullanarak 0.098N yük altında incelemişler ve hızlı katılaştırılmış şeritlerin normal katılaştırılmış numunelerden yaklaşık olarak üç kat daha sert olduklarını tespit etmişlerdir. Hızlı katılaştırılmış alaşımlarda sertliğin daha yüksek çıkmasının aşırı doymuş  $\alpha$ -Al katı çözeltisinden kaynaklanabileceğini ileri sürmüşlerdir. Ayrıca hızlı katılaştırılmış şeritleri Vickers sertlik testi ile farklı yükler altında inceleyerek, sertliğin uygulanan yüke bağımlı olduğunu rapor etmişlerdir.

Sahin et al. (2006) <sup>(16)</sup>, farklı yönelimlere sahip  $\beta$ -Sn tek kristalleri üzerinde 10-50 mN yük aralığında yaptıkları çalışmada, Vickers mikrosertlik değişiminin yüke ve yönetime bağımlılığını araştırmışlardır. Bu araştırmalar sonucunda, genel eğilim olarak çentik boyut etkisinin gözlemlendiğini ve yük artışı ile sertlik değerlerinin yönetime bağımlılığının azaldığını rapor etmişlerdir. Gözlenen çentik boyut etkisini; Meyer, PSR, ve MPSR modelleriyle analiz etmişlerdir. Bu analiz sonuçlarında, malzemelerin yükten bağımsız sertliklerinin hesaplanmasında MPSR modelinin diğer modellerden daha etkili olduğunu ortaya koymuşlardır.

Kölemen et al. (2006)<sup>(16)</sup>, derinlik duyarlı Vickers çentme deneylerini kullanarak yaptıkları çalışmada, MgB<sub>2</sub> süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrilerini Oliver-Pharr (1992) metodu ile analiz etmişlerdir. Sertlik ve elastik modüllerinin yüke bağımlı olarak değiştiğini gözlemişlerdir. Ayrıca, farklı yüklerdeki  $hp/hm$  ( $hp$ ;

plastik derinlik,  $hm$ ; maksimum derinlik) değerlerinin ortalamasını literatürde verilen kritik değerden (0.7) daha düşük olarak bulmuşlar ve buna göre  $MgB_2$  numunesinin çökme (sink-in) davranışı gösterdiğini ortaya koymuşlardır.

Uzun et al. (2003) <sup>(18)</sup>, eriyik döndürme yöntemi ( *melt spinning* ) ile hızlı katılaştırılmış Al-Si şeritleri üretmişlerdir. Hazırladıkları şeritlerin Vickers mikrosertliklerini 0.098-1.96 N yük aralığında incelemişlerdir. Sertliğin, kritik bir yük değerine (0.49 N) kadar uygulanan yüklerle arttığı, bu değerden sonra ise azaldığını bildirmişlerdir. Ayrıca, katılaştırma hızının artışı ile mikrosertlik değerinin büyük ölçüde arttığını vurgulamışlardır.

J. Akimitsu<sup>(32)</sup> tarafından 2001 yılında  $MgB_2$  alaşımın kritik geçiş sıcaklığının yaklaşık 40 K'de süperiletken olduğu açıklanmıştır. Bu kaynak 2001 yılında Physical Review Letters'da yayınlanan bu alandaki ilk makaledir.

E. Kışçam<sup>(33)</sup> tarafından yazılan ve 2005 yılında İzmir Dokuz Eylül Üniversitesi'nce yüksek lisans tezi olarak kabul gören bu çalışmada  $Bi_{1,75-x}Pb_{0,25}Sb_xSr_2Ca_2Cu_3O_y$  sisteminde x katkı oranı (0,00; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20) alınarak katkı oranının Onset sıcaklığına, süperiletkenlik ve yapısal özelliklerine etkisi incelenmiştir.

M. E. Yakıncı<sup>(34)</sup> tarafından yazılan ve 1992 yılında University of Warwick tarafından yüksek lisans tezi olarak kabul edilen bu çalışmada kalın cam filmlerin yapımı ve seramik süperiletkenler hakkında ayrıntı bilgiler yer almaktadır.

Gong et al. (1999)<sup>(44)</sup>, farklı seramik malzemeler (  $Si_3N_4$  ,  $ZrO_2$  ) üzerinde yapılan diğer bir çalışmada, seramik malzemelerin mikrosertlik değerlerinin çentik boyut etkisi davranışı sergilediği bildirilmiştir. Sertliğin, uygulanan yükün artışı ile eksponansiyel olarak azalması ile ilgili olan *ISE* davranışını açıklamak için önerdikleri *MPSR* modeli ile yükten bağımsız sertlik hesaplamaları yapmışlardır. Ayrıca, numunelerin ölçüme hazırlanması aşamasında maruz bırakıldıkları işlemlerin (kesme, parlatma vb.), numunelerin mikrosertlik ölçümlerini etkilediğini bildirmişlerdir.



Uzun et al. (2005) <sup>(46)</sup>, farklı pik yükleri altında (0.49, 0.73, 0.98 ve 1.22 N) polikristal YBaCuO süperiletken malzemesi üzerinde derinlik duyarlı Vickers çentme deneyleri yapmışlardır. Elde ettikleri yük-yerdeğiştirme eğrilerini kullanarak bu malzemelerin mekaniksel özelliklerini (elastiklik modülü ve sertlik) analiz etmişlerdir. Analizlerinde kontak katılığını düzelterek, enerji-denge modeli ile yükten bağımsız sertlik ve elastiklik modülü değerini elde etmişlerdir.

Muralidhar et al. (1991), farklı (Pb) konsantrasyonlarına sahip  $\text{Bi}_2\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$  tek kristali ve BSCCO polikristali üzerinde mikrosertlik analizi yapmışlardır. Araştırmalarında yük-sertlik verilerinin, düşük yüklerde yüksek değerlere sahip olduğu ve 0.04 kg'lık yüke kadar yükteki artma ile birlikte sertlikte bir azalmanın görüldüğünü ve daha sonraki yüklerde ise hemen hemen bir platoya ulaştığını rapor etmişlerdir. Ayrıca, Pb konsantrasyonunun artması ile birlikte sertlik değerlerinin azaldığını ifade etmişlerdir. Sıcaklığın 77K 'den 300K'e kadar artması ile birlikte ise sertliğin azaldığını ve bu sıcaklık aralığında, BSCCO numunesinin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı bölgesinde, bu eğilimi değiştirecek anormal bir durumun gözlenmediğini bildirmişler ve elde edilen sonuçları atomlar arası bağ mukavemeti ile ilişkilendirmişlerdir.

Gong et al. (1998),  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin sertliklerinin değişimini, geniş bir yük aralığında incelemişlerdir. Deneysel verilerin tanımlanmasında, *PSR* modelinin uygun olmadığını ifade etmişlerdir. Uygulanan yük ile çentik boyutu arasındaki ilişki için yarı deneysel bir denklem önererek, sertlik ölçümlerinde yüzey etkilerini ön plana çıkarmışlardır.

Xu et al. (2001),  $\text{Mg}_{1-x}\text{Mn}_x\text{B}_2$  süperiletkeni üzerinde magnetik kirliliğin etkisini araştırmışlardır. Mn konsantrasyonu  $x$ 'in artması ile birlikte  $a$  örgü parametresinin hemen hemen değişmez kalırken  $c$  örgü parametresinin (boron tabakalarına dik) % 1.4 oranında azaldığını bildirmişlerdir. Geçiş sıcaklığı  $T_c$ 'nin  $x$  ile birlikte hızla azaldığını gözlemişlerdir. Ayrıca,  $\text{MgB}_2$  malzemesinin süperiletkenlik durumundan  $\text{Mn}^{2+}$  manyetik kirliliklerinin sorumlu olduğu sonucuna varmışlardır.

Khalil (2001), geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  ( $x=0.0, 0.18, 0.22, 0.25, 0.3, 0.35, \text{ ve } 0.5$ ) süperiletkeni üretmişlerdir. Pb konsantrasyonundaki artma ile birlikte, Young modülü, akma mukavemeti ve sertlikte kademeli bir artışın olduğunu bildirmişlerdir. Bütün bu parametrelerin yüksek değerlerinin  $x=0.3$  katkısında gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Bu sonuçları, taneler arası bağların mukavemeti ve malzemenin daha homojen bir yapıya sahip olmasıyla ilişkilendirmişlerdir.  $x=0.3$ 'den sonraki katkılardaki azalmanın ise taneler arası zayıf bağlardan ileri geldiğini rapor etmişlerdir.

Osorio-Guillen et al. (2002),  $\text{MgB}_2$  süperiletkeninin elastik ve bağlanma özelliklerini incelemişlerdir. Elastik özelliklerinin oldukça yüksek bir şekilde yöne bağlılık (anizotropik) gösterdiğini tespit etmişlerdir. Bu sonuçların son zamanlarda yapılan deneylerle uyum içerisinde olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca, sistemin mekaniksel özelliklerinin kontrol edilmesi ile birlikte  $\text{MgB}_2$  süperiletkeninin mümkün alaşım elementleri ile kritik geçiş sıcaklığının ( $T_c$ ) artırılabilirliği sonucuna varmışlardır.

Prikhna et al. (2003), %2-10wt Talyum ( $Ta$ ) katkılı  $\text{MgB}_2$  süperiletken numunesini  $800-900^\circ\text{C}$ 'de (2GPa basınç altında) 1 saat süreyle sinterlemeye tabi tutmuşlar ve bu malzemenin mekaniksel özelliklerini incelemişlerdir. Malzemenin matrixinin  $0.469\text{N}$ ' da ki Vickers sertliğinin  $H_v=12.54 \pm 0.86 \text{ GPa}$ ' olduğunu bildirmişlerdir. Matrix'de yerleşen  $\text{MgB}_2$  tek kristallerinin  $60\text{mN}$ 'luk yük altında nanosertliğinin  $35.6 \pm 0.9\text{GPa}$  olduğunu bununda Sapphire'in nanosertliğinden ( $31.1 \pm 2.0\text{GPa}$ ), yüksek olduğunu, bundan dolayı  $\text{MgB}_2$  süperiletkeninin süper set malzemeler sınıfına ait olduğu bildirilmiştir.

Yamamoto et al. (2003), farklı ısıl işlemlerin, tüp içinde toz yöntemi (*Powder in-tube*) ile üretilen  $\text{MgB}_2$  süperiletken tellerinin mekaniksel ve süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkisini incelemişlerdir.  $\text{MgB}_2$  numunesi üzerinde yaptıkları dc-direnç ölçümleriyle kritik geçiş sıcaklığının ( $T_c$ )  $32.4 \text{ K}$ 'de olduğunu bildirmişlerdir. Daha sonra, bu numune üzerindeki değişik sinterleme koşulları ve değişik zamanlar altındaki argon tavlama sonucu geçiş sıcaklığının  $T_c = 37.3 - 38.4\text{K}$  aralığında değiştiğini bulmuşlardır. Dikkate değer bir biçimde, tavllanmış numunelerin kalitelerinin önemli derecede geliştiğini gözlemişler ve  $1323 \text{ K}$ ' deki

tavlama ile en kaliteli numunenin kritik akım yoğunluğunu ( $J_c$ ), 2.0 Tesla'da 470 A/mm<sup>2</sup> olarak elde etmişlerdir. Ayrıca, gerilme kuvveti (*tensile load*) altında mekaniksel özellikleri incelemişlerdir. Bunun sonucunda, akma zorunun (*yield stress*) 450MPa'dan 110MPa'a kadar azaldığını bildirmişlerdir. Aynı zamanda, tellerin 1073 ile 1323 K sıcaklık aralığında ısıl işleme tabi tutulması sonucu oda sıcaklığındaki gerilme zorunun (*tensile stress*) akma zoruna (*yield stress*) ulaştığını tespit etmişlerdir.

Fu et al. (2003), tüp içerisinde toz yöntemini kullanarak, Ti katkılı ve katkısız MgB<sub>2</sub>/Ta/Cu şeritler üretmişlerdir. Şeritlerin, faz kompozisyonu, mikroyapı ve süperiletkenlik özelliklerini; XRD, SEM ve SQUID magnometresi kullanarak incelemişlerdir. Ti katkılı MgB<sub>2</sub>/Ta/Cu şeritlerin kritik geçiş sıcaklığının ( $T_c$ ) 38K civarında olduğunu tespit etmişlerdir. Titanyum dopingli şeritlerden elde edilen manyetik kritik akım yoğunluğunun dopingsiz şeritlerden elde edilenlerden daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Ti katkısı ile tane boyutunun daha da azaldığını ve Titanyum katkılı şeridin yoğunluğunun daha yüksek olduğunu ve bununla birlikte MgB<sub>2</sub> süperiletken şeridinin kritik akım yoğunluğunun ( $J_c$ ) arttığını rapor etmişlerdir. Ayrıca, Titanyum katkısı ile birlikte örgü parametrelerinin değişmediğini belirlemişlerdir.

Rodríguez and Gutierrez (2003), farklı fazlara sahip çeliklerin mekanik özelliklerini DDM tekniği ve çekme-kopma testi ile karşılaştırmalı olarak incelemişlerdir. Çalışmalarında, nanosertliğin akma ve kopma zorlarına lineer bağlı olduğunu, mikrosertlik değerinde gözlenen ISE davranışının ise bu lineerliği etkilediğini gözlemişlerdir. Ayrıca, nanosertlik ile akma ve çekme zorları arasındaki lineerliğin eğimlerini sırası ile 2,8 ve 4,3 olarak bildirmişlerdir.

Bektaş et al. (2004), farklı Mn oranlarına sahip Fe-Mn alaşımlarının, oda sıcaklığında ve 0.245–4.9N'luk yük aralığındaki mikrosertlik davranışını araştırmışlardır. Çalışmalarında, alaşımların sertliklerinin Mn oranı arttıkça daha da arttığını rapor etmişlerdir. Ayrıca, malzemelerde gözlenen ISE davranışını Meyer Kanunu ve *PSR* modelini kullanarak açıklamaya çalışmışlardır.

Feng et al. (2004), MgB<sub>2</sub> fazının şekillenmesi üzerine değişik sinterleme sıcaklıklarının etkisini incelemişler ve MgB<sub>2</sub> malzemesinin üretilmesi için gereken optimum sıcaklığın 750°<T<900° arasında olduğunu tespit etmişlerdir.

Zong ve Soboyejo (2005), Au, Ag, ve Ni tek kristal ince filmlerin (001), (011), ve (111) düzlemlerindeki çentik boyutu etkisinin yönelime bağlılığı araştırılmıştır. Çentik derinliğinin azalması ile birlikte sertliğin artışı, Nix ve Gao (1998)'nin ortaya koyduğu plastik zorlanmanın değişimi (*strain gradient plasticity*) modelini kullanarak açıklamışlardır. (001) yönelimindeki, gümüş kristallerindeki yığılmaların aynı yönelime sahip altın ve nikel kristallerinkinden çok küçük olduğunu belirtmiş ve bu yığılmaların (*pile-up*) numunenin sertliği ve kristal yönelimi ile ilişkili olduğunu bildirmişlerdir.

Xia et al (2005), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-%5 wt. MgB<sub>2</sub> kompozitlerinin mekaniksel ve mikroyapısını elektron mikroskobu (SEM) ve Vickers sertlik ölçümleri ile incelemişlerdir. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-%5 wt. MgB<sub>2</sub> yapısının aynı sıcaklıkta sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> den dikkate değer şekilde farklı olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-%5 wt. MgB<sub>2</sub> kompozitinin kırılma tokluğunun (*Fracture toughness*) 4.0 MPa.m<sup>1/2</sup> olarak temiz Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramiğinden az bir şekilde yüksek olduğunu rapor etmişlerdir.

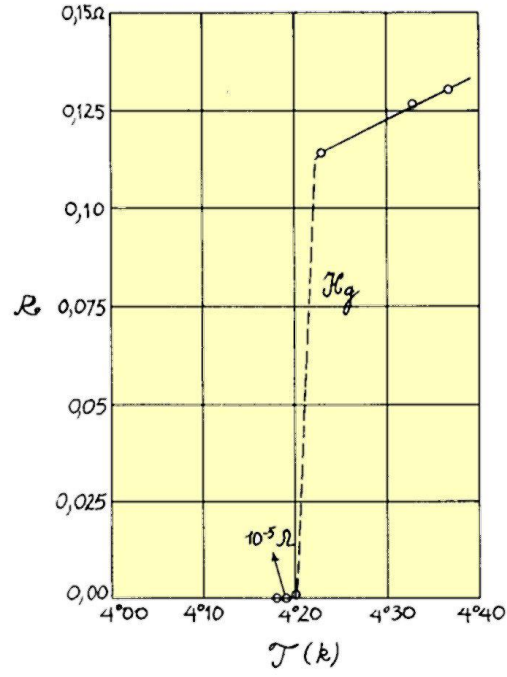
## 1.2. Süperiletkenliğin Keşfi

Süperiletkenlik, bazı metallerin yeterince düşük sıcaklıklardaki manyetik ve elektriksel özelliklerinin sıra dışı haline verilen addır. Bir süperiletken sıcaklık belli bir değerin altına düşürüldüğünde, elektrik yük akışına karşı tüm elektriksel direncini kaybeder, maddenin, faz değiştirdiği bu sıcaklığı, “kritik sıcaklık” denir ve  $T_c$  ile gösterilir[1].

Süperiletkenlikle ilgili ilk çalışmalar 1908 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerling Onnes’in kaynama sıcaklığı 4.2 K (-269 °C) olan helyumu sıvılaştırması ile başlamıştır. O zamana kadar oksijen, azot ve hidrojen gazları sıvılaştırılmış ve sıvılaştırılmamış son doğal gaz olarak helyum kalmıştı. 1908 yılında Onnes çalışmaları sonucunda elde ettiği 60 cm<sup>3</sup> lük sıvı helyumun yoğunluğunun suya göre çok daha düşük olduğunu ve farklı bir fiziksel olayın ortaya çıktığını gördü. Bu olaydan sonra çalışmalarını düşük sıcaklıklardaki malzemelerin sistematik davranışı üzerine yoğunlaştırdı.

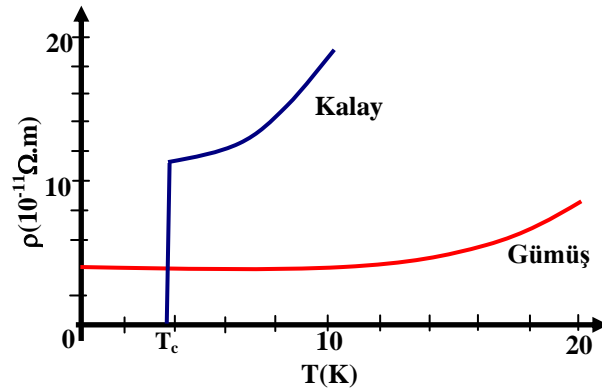
O yıllardaki bir grup araştırmacı yeni keşfedilmiş sıvı helyumu kullanarak oda sıcaklığında (300 K) mükemmel iletkenlik gösteren Bakır (Cu), Altın (Au) ve Platinyum (Pt) davranışını araştırmaya başladılar. Yeterince düşük sıcaklıklarda bu metallerin direncinin belli bir seviyede sabit kaldığını gözlemlediler. Bu davranışta malzemedeki safsızlıklara bağladıkları için, Onnes saf olarak bulunması kolay olan cıvayı (Hg) deneylerinde kullanmaya karar verdi[2].

Bu iyi bir seçimdi ve helyum atmosferik kaynama sıcaklığı,  $T_c=4.2K$  olan cıvanın kritik geçiş sıcaklığına çok yakındı ve cıva, o zamanda elde edilebilecek bir sıcaklıkta süperiletken hale geçmekteydi.



Şekil 1. 1. Cıva’da kritik sıcaklık ile direncin değişimi[3].

Onnes, cıva direncinin sıcaklık azalırken beklenen bir azalma gösterdiğini, fakat daha düşük sıcaklıklarda direncinin  $0.8 \Omega$ ’dan  $3 \times 10^{-6}$  gibi çok daha küçük bir değere düştüğünü ve bu düşüşün  $0.01 \text{ K}$  lik bir sıcaklık aralığında olduğunu gözlemledi[4]. Onnes, yaşamı boyunca süperiletkenliği farklı açılardan inceledi ve süperiletkenliğin elektrik akımlarından, manyetik alanlardan ve sıcaklıktan etkilenebileceğini buldu. 1913 yılında bu çalışmalarından dolayı Nobel Ödülünü kazandı[5].



Şekil 1. 2. Çok iyi iletken olan gümüş ile süperiletkenlik gösteren kalayın öz direncinin, sıcaklıkla değişimi [Ku,1987].

### 1.3. Tarihsel Gelişme

Maddelerin, oldukça düşük sıcaklıklarda nasıl bir davranış sergilediğini anlamak için 1933 yılında ikinci büyük adım, Walter, Meissner ve Robert Ochsenfeld'in; bir süperiletkenin dış bir manyetik alanı dışladığını keşfetmeleri ile atıldı[5].

Bu malzemelerin, kritik  $B_c$  (T) manyetik alanlarından daha büyük manyetik alanlarda süperiletkenlik özelliklerini kaybettiği gözlemlendi. Bu etki; "Meissner Etkisi" olarak adlandırılmaktadır ve bir mıknatısın süperiletken üzerinde gerçekten asılı kalabileceği kadar güçlüdür. 1945 yılında bir Rus fizikçi olan V. Arkadiev ilk olarak Meissner etkisini kullanarak küçük bir mıknatısın süperiletken tarafından kaldırıldığını gözlemlemiştir.

İlerleyen yıllarda farklı süperiletken alaşım, metal ve bileşikler keşfedildi. 1941 yılında metalik Niyobyum-Nitrat bileşiminin 16K'de ve 1953 yılında da Vanadyum-Silikon bileşiminde 17.5 K'de süperiletken faza geçtiği belirlendi. 1962'de ilk ticari süperiletken teli oluşturuldu. Bu telin yüksek enerjideki ilk kullanımı ise, 1987'de Fermilab'da parçacık hızlandırıcı elektromıknatıslarda oldu.

Süperiletkenlikle ilk sezgisel teori, Fritzy ve Heinz London tarafından 1935 yılında geliştirilmiştir. Ancak daha fazla kabul gören, süperiletkenliğin asıl doğasını ve kökenini açıklayan ilk teori, 1957'de John Bardeen, Leon N. Cooper ve J. Robert Schrieffer tarafından geliştirildi. BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin ana teması; iki elektron arasında "Cooper Çiftleri" olarak bilinen bağlı bir halin oluşmasıdır[1].

1972 de Nobel Ödülü kazandıran BCS teorisi, matematiksel olarak karmaşıktır ve süperiletkenliği, elementler ve basit alaşımlar için mutlak sıfıra yakın sıcaklıklarda açıklar. Yani daha yüksek sıcaklıklarda ve farklı süperiletken sistemler için, süperiletkenliğin nasıl oluştuğunu tamamıyla açıklamada yetersizdir.

1962'de Brian D.<sup>[7]</sup>Josephson'un iki süperiletken olmayan malzeme ya da yalıtkan ile ayrıldığında bile, elektrik akımının oluşacağını ileri sürmesi, bir başka önemli teorik gelişme oldu<sup>[7]</sup>. Bugün pek çok cihazın fiziksel olarak anlaşılması Josephson olayına

dayanmaktadır. Josephson Etkisi en zayıf manyetik alanları bile dedekte edilebilen bir alet olan SQUID gibi elektronik aletlere uygulanabilmiştir.

1980'ler süperiletkenlik alanındaki buluşların en parlak dönemi oldu. 1964'de, Stanford Üniversitesinden Bill Little'in organic (karbon-tabanlı) süperiletkenlerin olasılığını önermesinden sonra bu teorik süperiletkenlerin ilki 1980'de Kopenhag Üniversitesinden Danimarkalı araştırmacı Klaus Beechaard ve üç Fransız tarafından başarılı bir şekilde sentezlendi.

1986 yılı süperiletkenler için bir dönüm noktası olmuştur. IBM Araştırma Laboratuvarındaki araştırmacılardan Alex Müller ve George Bednarz<sup>[8]</sup>, lantanyum, baryum ve bakırın bir oksidinde 30 K'nin üzerinde süperiletkenliğin varlığını haber verdiler. Bu olay, süperiletkenlik alanında hareketlilik yarattı. Dünyanın her tarafından araştırmacılar, daha yüksek kritik sıcaklıklı ( $T_c$ ), düşünülebilecek her türlü seramik kombinasyonları hazırlamaya başladılar[5]. Bu çalışmaların birinde 1987 yılında, C.W. Chu ve M.K.Wu başkanlığındaki bir grup araştırmacı, Müller ve Bednard yapıdaki Lantanyum yerine İtriyum katarak Y-Ba-Cu-O bileşiğini sentezlemişler ve 92 K'lik kritik sıcaklık değerine ulaşmayı başarmışlardır[1]. Böylece ilk kez, bir malzemede oldukça yaygın bir soğutucu olan sıvı azotta çalışan soğutucular yerine daha ucuz olan azotla çalışan soğutucuları kullanarak, süperiletken malzemelerin endüstride kullanımı da önemli miktarda artmıştır. Böylece, yeni dönem olan "yüksek sıcaklık süperiletkenliği" ne geçilmiştir. Bu çalışmaları ile J.G. Bednard ve K.A Müller, 1987 yılında Nobel Fizik Ödülünü almışlardır.

Bu ilginç malzemeler bilim dünyasında çok ilgi gördü. Bu malzemeleri daha iyi anlayabilmek için mekaniksel özelliklerini iyileştirme üzerine çalışmalar yapıldı.

Malzemelerin ham madde halinden teknolojiye kullanılabilir hale getirilmesi aşamasında en önemli unsur mekaniksel özelliklerdir. Malzemenin üretim koşulları ve mikro yapısı mekaniksel özellikleri doğrudan etkilemektedir. Mekaniksel karakterizasyon teknikleri genellikle malzeme üzerine uygulanan dış kuvvet etkisi



altında malzemelerin davranışlarını inceleme esasına dayanmakta ve endüstrinin ihtiyacı olan uç ürünlerin performans değerlendirmelerinde kullanılmaktadır[9].

Süperiletken malzemelerin mekaniksel özellikleri katılardan yapılmış aletlerin performansını belirlemede kullanılan yapısal, fiziksel ve elektriksel özellikleriyle doğrudan ilişkilidir. Örneğin;  $MgB_2$ 'nin elastik sabitleri süperiletken malzemelerin Cooper elektron çiftlerinden sorumlu olan fonon spektrumlarını belirlediği için önemlidir. Kompozit süperiletkenlerin fabrikasyonu ve dizaynı açısından da bu sabitlere dikkat edilmesi gerekmektedir. Metalden yapılmış olan malzemeler süperiletken akımlarını desteklerken de yük taşırlar ve süperiletken polikristal malzemedeki tane yapısı süperiletkenlerin sertliğini önemli derecede etkilemektedir. Örneğin; süperiletken tek kristal malzemelerin sertliği süperiletken polikristal malzemelere göre oldukça yüksektir[10]. Süperiletkenlerin tane yapısını, yoğunluğunu, kritik akım yoğunluğunu ve sertliğini belirlemede mekaniksel özelliklerin etkisi büyüktür.

Katı malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirmemede en çok tercih edilen metot sertlik testidir[9] . Vickers mikro sertlik testi malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemede en çok tercih edilen yöntemdir. Bizim bu çalışmamızda kullanmış olduğumuz derinlik duyarlı (veya dinamik) Vickers mikro çentme metodu geleneksel Vickers mikrosertlik testinden daha büyük avantajlara sahiptir[12,13,14,15]. Vickers, mikrosertlik testi günümüzde değişik malzemeler üzerine uygulanmıştır [9,16,17,18,19,20]. Bazı malzemelerde yükteki azalmayla sertlik artmış (çentik boyu etkisi;ISE), bazı malzemelerde ise yükteki azalmayla birlikte sertlikte de azalma gözlenmiştir (Ters çentik boyu etkisi; RISE).

Bundan dolayı malzemelerin karakterizasyonlarını belirlemede ISE ve RISE davranışlarının olması engel teşkil edebilmektedir. Günümüze kadar literatürde ISE davranışının orijinini açıklayabilmek amacıyla çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalardan sonra mümkün olabilecek birkaç açıklama üzerine odaklanıldı. Bunlar; çentme işlemi esnasında meydana gelen sertleşme[21,22], başlangıç plastik deformasyonu oluşturmak için uygulanan yük[23], çentme elastik geri kazanımı [21,24] elastik plastik deformasyonu malzemeye göstermiş olduğu tepki [25], çentme

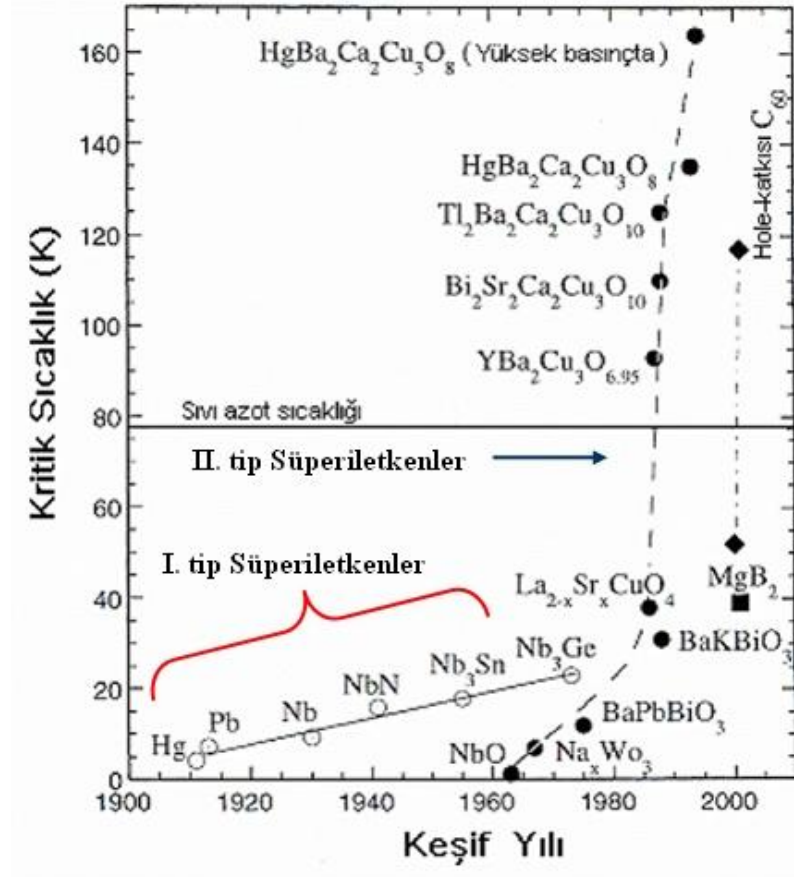
esnasında şekil kazanan dislokasyon ilmeklerin boyutu [26], dislokasyonlarla ilgili zorlanma gradyentleri [27] ve çentici numunenin sürtünme direncidir [28]. Bütün sebepler göz önüne alınarak ISE davranışı üzerine yapılan çalışmalar bu davranışın sebebini net bir şekilde açıklayamamaktadır[29,30,31].

Yüksek geçiş sıcaklıklı seramik süperiletkenlerin şimdilerde revaçta olan sınıfı cıvalı-bakır alaşımlarıdır. Bu bileşenlerden birinin ilk sentezi, Zürih'teki (İsviçre) bir grup tarafından başarılmıştır.  $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$  bileşiğinde  $T_c$ , düşük ve yaklaşık 30 Gpa basınç altında sırasıyla 134 K ve 164 K'lik rekor değerine ulaştırılmıştır. Şu anda bilinen en yüksek kritik sıcaklık rekoru 1995 yılında, 138 Kelvinle (normal basınçta)  $\text{Hg}_{0.8}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{-Cu}_3\text{O}_{8.33}$  bileşiği kullanılarak elde edildi[1].

Bu arada 1979 yılından 2001 yılına kadar geçen süre zarfında saf metal ve alaşımlar üzerinde önemli bir adım atılamamıştır. Bunu nedeni ise; özellikle 1986 yılından itibaren oksit bazlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerin keşfi ile çalışmaların bu sistemler üzerine yoğunlaşması olarak gösterilmektedir.

2001 yılının ocak ayında; Jun Akimitsu<sup>[32]</sup> ve ekibi tarafından  $\text{MgB}_2$ 'in 40 K civarında süperiletkenliğinin ortaya çıkarılması hem teorik hem de deneysel olarak yoğun çalışmaları başlatmıştır. Basit kristal yapısı, büyük koherans uzunluğu, yüksek kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ ) ve kritik alan ( $B_{c2}$ ) ve Grain sınırlarının akıma karşı geçirgenlikleriyle  $\text{MgB}_2$ ; hem büyük ölçüdeki uygulamaları hem de elektronik alet uygulamaları için iyi malzeme olacağına sözünü verir. İyi bir bileşik olan  $\text{MgB}_2$ , Hekzagonal  $\text{AlB}_2$  yapısında kristalleşir ayrıca spesifik ısı, raman saçılması ve NMR incelemeleri  $\text{MgB}_2$ 'nin, S-dalga simetrlili elementel BCS süperiletkeni olduğunu göstermiştir[1].

Şekil 1.3'de tarihsel gelişim sürecinde bazı element ve bileşiklerin kritik geçiş sıcaklıkları gösterilmiştir.



Şekil 1. 3. Süperiletkenlerin keşif tarihleri ve kritik geçiş sıcaklıkları, düz çizgiler birinci tip süperiletkenleri, kesikli çizgiler ise ikinci tip süperiletkenleri temsil etmektedir[33].

#### 1.4. Süperiletkenlerin Bazı Temel Özellikleri

Süperiletkenlik, metal ve alaşımlar arasında oldukça yaygındır. Genelde: Alkali metallerde (Li, Na, K, Rb), iyi iletkenlerde (Cu, Ag, Au) ve antiferromanyetik ve ferromanyetik metallerde (Cr, Mn, Fe, Co, Ni) beklenilen aksine süperiletkenlik gözlenmez.

Bugün 6000'den fazla süperiletken malzeme bilinmektedir ve bu sayı her geçen gün artmaktadır. Genellikle, elementlerden daha çok alaşım ve bileşik süperiletkenler vardır. Bugüne kadar bilinen en yüksek kritik sıcaklığa sahip element Niobiyum (9,26K) ve en düşük kritik sıcaklıklı element ise radyumdur (0.000325K).

Süperiletkenlerin iki belirleyici özelliği vardır.

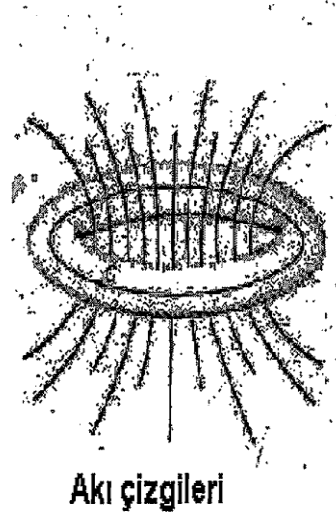
1. Madde içerisindeki elektrik akımı, madde yapısını oluşturan iyon örgüleriyle çarpışması sonucu engellenir. Bu olay, maddenin elektrik akımına karşı gösterdiği direnci oluşturur. Süperiletken bir maddede ise, bu iyon örgüleri, elektrik akımını engellemek yerine, ona katkı sağlar ve bu sayede direnç sıfıra iner.
2. Süperiletkenler; çevrelerindeki manyetik alanı dışlarlar, yani; bir mıknatıs, kritik sıcaklığın altındaki bir süperiletkeni, sanki karşısında ters kutuplu bir mıknatıs varmış gibi iter.

#### **1.4.1. Sıfır Direnç ve Geçiş Sıcaklığı**

Bir iletkende akım, metal içinde serbestçe hareket eden iletim elektronları tarafından taşınır. Elektronlar dalga doğasına sahiptir ve metal içinde ilerleyen bir elektron, aynı doğrultuda ilerleyen bir düzlem dalga tarafından temsil edilebilir. İletken bir malzemeden bir elektrik akımı geçirildiğinde, iletim elektronları kristal örgü ile elastik olmayan çarpışmalar yaparlar ve bu da enerjilerinin bir kısmını ısı enerjisi olarak harcamalarına sebep olur. Bu etkiye de malzemenin elektriksel direnci denir. Kristal örgüde safsızlık atomları ve diğer kusurların rastgele yayılması kusursuz periyodikliği bozar. Isısal titreşimler ve bu nedenlerden dolayı iletkenlik elektronları bu ortamlarda ilerlerken elektriksel dirençleri artar. Sıcaklık düşürüldüğünde atomların ısısal titreşimleri azalır ve iletkenlik elektronları daha az sıklıkla saçılır, ortalama serbest yolları artar.

Süperiletkenler soğutulduklarında elektriksel dirençleri metallere benzer şekilde azalır. Kritik sıcaklık olarak isimlendirilen belirli bir sıcaklığın ( $T_c$ ) altında bazı metal ve alaşımların dirençleri tamamen ortadan kaybolur[1]. Bu da sürekli akımlara yol açar. Yani bir süperiletken malzemede; başlatılan akım, herhangi bir voltaj uygulanmasına gerek kalmadan geçmeye devam edecektir. Bu ohm kanununun, yani  $R=0$  olmasının bir sonucudur[1]. Bazen aşırı akım olarak da adlandırılan bu sürekli akımların, herhangi bir kayba uğramadan birkaç yıl sürdüğü gözlenmiştir.(Şekil 1.4.)

1956 yılında Büyük Britanya’da S.S. Collins tarafından yapılan bir deneyde, bir süperiletken halkadaki akım 2,5 yıl sürdürülebilmiştir. Bu akım, halkayı kritik sıcaklığın altında tutmak için gereken sıvı helyum sağlanmasını bir grev dolayısıyla gecikmesi sonucu durmuştur.(Steve Van Wyk)



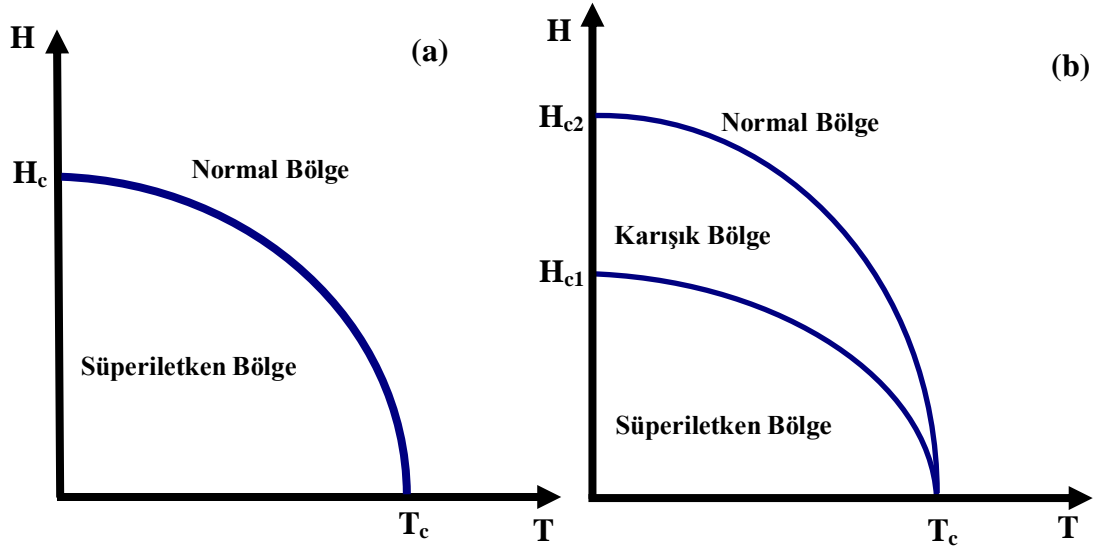
Şekil 1. 4. Sürekli akım şekil diyagramı[59].

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

Süperiletkenlik sadece malzemenin sıcaklığını artırarak değil, zayıf bir manyetik alana yerleştirilerek de ortadan kaldırılabilir. Süperiletken bir madde, dış manyetik alana konulduğunda, uygulanan bu manyetik alana karşı koyar. Ancak bu alan, belirli bir değerden daha yüksek olur ise maddenin süperiletkenlik özelliği kaybolur. Uygulanan manyetik alan, bulk malzemenin kritik alanı olarak isimlendirilir ve Tunn yasası ile yaklaşık olarak verilen, aşağıdaki eşitlikle sıcaklığa bağlılık gösterir[34].

$$H_c(T) = H_c(0) [1 - (T/T_c)^2] \quad (1.1)$$

Bu ifadedeki  $H_c(0)$ , her malzemeye özgü mutlak sıfırdaki kritik manyetik alandır[59].



Şekil 1. 5. Sıcaklık ile kritik manyetik alanın (a) I. tip süperiletkenlerde ve (b) II. tip süperiletkenlerdeki değişimi

Çizelge 1.1’de bazı süperiletkenlerin kritik geçiş sıcaklıkları ve kristal yapıları gösterilmektedir.

Yapı	Faz	Kritik Sıcaklık (K)	N	Kristal Yapı	Örgü Parametreleri (Å)
$\text{La}_{1,6}\text{Ba}_{0,4}\text{CuO}_4$	214	30	1	Tetragonal	$a=3,79$ ; $c=13,21$
$\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$	214	38	1	Tetragonal	$a=3,78$ ; $c=13,23$
$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	123	92	2	Ortorombik	$a=3,82$ ; $b=3,89$ ; $c=11,68$
$\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$	124	80	2	Ortorombik	$a=3,84$ ; $b=3,87$ ; $c=27,23$
$\text{Y}_2\text{Ba}_4\text{Cu}_7\text{O}_{14}$	247	40	2	Ortorombik	$a=3,85$ ; $b=3,87$ ; $c=50,2$
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$	Bi-2201	20	1	Tetragonal	$a=5,39$ ; $c=24,6$
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	Bi-2212	85	2	Tetragonal	$a=5,39$ ; $c=30,6$
$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$	Bi-2223	110	3	Tetragonal	$a=5,39$ ; $c=37,1$
$\text{TlBa}_2\text{CuO}_5$	Tl-1201	25	1	Tetragonal	$a=3,74$ ; $c=9,00$
$\text{TlBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_7$	Tl-1212	90	2	Tetragonal	$a=3,85$ ; $c=12,74$
$\text{TlBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_9$	Tl-1223	110	3	Tetragonal	$a=3,85$ ; $c=15,87$
$\text{TlBa}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{11}$	Tl-1234	122	4	Tetragonal	$a=3,86$ ; $c=19,01$
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CuO}_6$	Tl-2201	80	1	Tetragonal	$a=3,86$ ; $c=23,22$
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$	Tl-2212	108	2	Tetragonal	$a=3,86$ ; $c=29,39$
$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$	Tl-2223	125	3	Tetragonal	$a=3,85$ ; $c=35,9$
$\text{HgBa}_2\text{CuO}_4$	Hg-1201	94	1	Tetragonal	$a=3,87$ ; $c=9,51$
$\text{HgBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_6$	Hg-1212	128	2	Tetragonal	$a=3,85$ ; $c=12,66$
$\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$	Hg-1223	134	3	Tetragonal	$a=3,85$ ; $c=15,78$

**Çizelge 1. 1.** Bazı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin geçiş sıcaklıkları, kristal yapıları, birim hücredeki  $\text{CuO}_2$  sayıları (n) ve örgü parametreleri[35].

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

Süperiletkenliği bozan kritik alan, dış kaynaklardan uygulanmasının yanında, malzemeden uygun bir iletim akımı geçirilerek de üretilebilir. Bir süperiletkenden akan akım  $J_c$  olarak adlandırılan, kritik akım yoğunluğu değerini geçtiği zaman süperiletkenlik ortadan kalkar[36].

Malzemeden geçirilen akım kritik değerini geçtiğinde, oluşturduğu manyetik alan yüzey akımlarını tamamen çökertir ve normal hale geçmesini sağlar, kritik iletim akımından dolayı süperiletkenliğin bozulması Silsbee Etkisi olarak isimlendirilir.

Direnç ilk olarak yüzeyin herhangi bir kısmında toplam manyetik alan değeri, kritik manyetik alan değeri  $H_c$ 'ye yaklaştığında görülür. Ancak çizimlerin geometrik şekillerinden dolayı manyetik alan tüm yüzeylere aynı oranda etki etmeyebilir. Örneğin; manyetik alandaki bir kürenin ekvator çevresi manyetik akı çizgilerinin yoğunluğu nedeniyle  $H_c$  değerine daha çabuk ulaşarak ekvator çevresini normal duruma geçirir fakat diğer bölgeler süperiletken olmaya devam eder. Ancak bu olay II. tip süperiletkenlerdeki, süperiletken-normal durum ile karıştırılmamalıdır[37,38].

R yarıçaplı yeterince ince silindirik bir telde kritik akım yoğunluğunu incelersek; bu telden I akımı geçirildiğinde Amper yasasına göre;

$$\oint H \cdot dl = \mu_0 \cdot I \quad (1.2)$$

Süperiletkeni çevreleyen bir H alanı oluşur. H değeri, kritik  $H_c$  değerine ulaştığında; teldeki akımda kritik değerine ulaşmış olur, ve;

$$I_c = 2\pi r H_c / \mu_0 \quad \text{eşit olur.} \quad (1.3)$$

Bu durumda, bir süperiletken malzeme için belirlenmesi gereken ve bu malzemeye özgü üç temel büyüklükten söz edilebilir. Bunlar; kritik sıcaklık ( $T_c$ ), kritik akım yoğunluğu ( $J_c=J/A$ ) ve kritik manyetik alan ( $H_c$ )

Kritik akım yoğunluğu da;



$$J_c = 2H_c/\mu_0 r \quad (1.4)$$

Şeklinde ifade edilir.

Histerezis eğrilerinden yararlanarak yarı teorik akım yoğunluğunun hesaplanmasında kullanılan denklemler;

$$J_c = \frac{30\Delta M}{d} \quad (1.5)$$

$$J_c = \frac{20 \Delta M}{(1 - \frac{a}{3b})a} \quad (1.6)$$

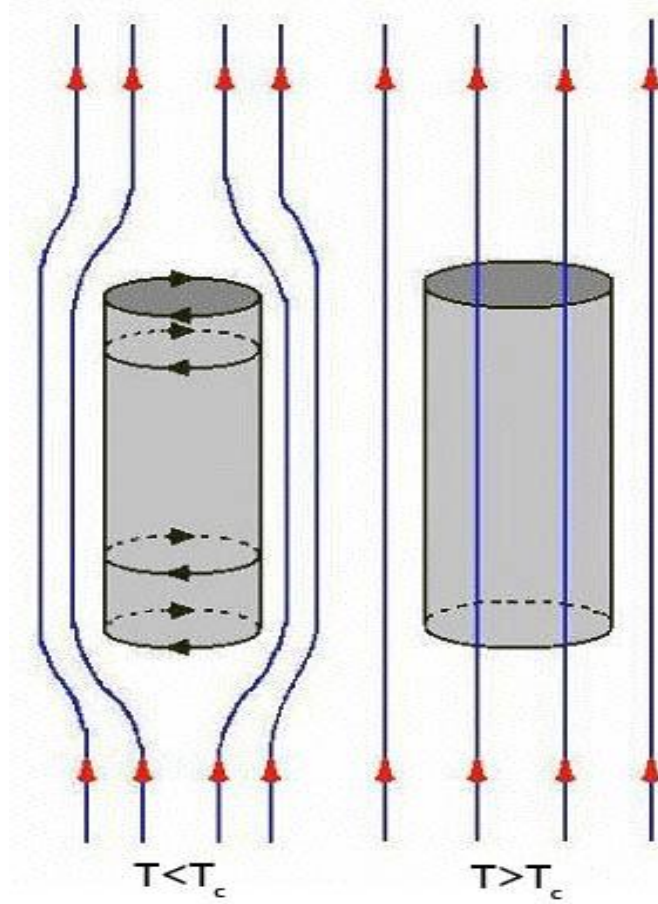
olup; Bean formülü olarak bilinirler[39].

#### 1.4.4. Meissner Etkisi

Süperiletkenliğin keşfinden sonra, 22 yıl boyunca bir süperiletkenin yalnızca ideal bir iletken, yani sıfır dirençli bir metal olduğuna inanıldı. Aslında mükemmel bir iletken, dış manyetik alan sıfırken, kritik sıcaklığın altına kadar soğutulup daha sonra bir manyetik alan içine sokulduğunda, manyetik alan çizgilerini dışlarlar. Bunun nedeni de alanın iletken yüzeyine nüfuz etmesiyle birlikte, Lenz kuralı gereğince alana zıt yönde bir manyetik alanın ortaya çıkmasıdır. Fakat iletkene öncelikle bir alan uygulanıp daha sonra soğutulduğunda, malzeme içerisine giren manyetik akı dış manyetik alan kaldırılrsa bile değişmez. Mükemmel iletkenlerin, manyetik alan içerisindeki davranışı, alan değişimlerini önlemeye çalışan Eddy akımları ile açıklanır[1].

Süperiletkenlerinde manyetik alana karşı aynı davranışı göstereceği düşünülüyordu. Fakat W. Meissner ve R. Ochsenfeld bu düşüncesinin doğru olmadığını ve  $T < T_c$ 'de süperiletken içinde indüklenen alanın (B), dış manyetik alanın uygulanış sırasından tamamen bağımsız olarak sıfır olduğunu gözlemlədiler[1]. Süperiletken bir malzeme

dış manyetik alan içinde soğutulursa, geçiş sıcaklığına ulaştıktan sonra, içindeki tüm manyetik alan çizgilerini uzaklaştıracaktır ( $B=0$ ). Süperiletken içindeki manyetik akıyı bu şekilde tamamen dışarılaması Meissner Etkisi olarak bilinir. 1945’de V. Arkadiev bu özelliği bir süperiletkenin yüzeyinin üzerindeki küçük bir mıknatısı uzaklaştırarak göstermiştir ve bu artık Meissner etkisini gösteren klasik deney haline gelmiştir[1].



**Şekil 1. 6.** Meissner Etkisiyle havada kalan mıknatıs[40].

Bu keşif, son derece önemlidir. Çünkü sıfır indüksiyon,  $H < H_c$ ’de süperiletkenler için ayırt edici özellik olarak kullanılabilir ve daha önemlisi süperiletken hale geçişin bir faz geçişi olduğunu gösterir.

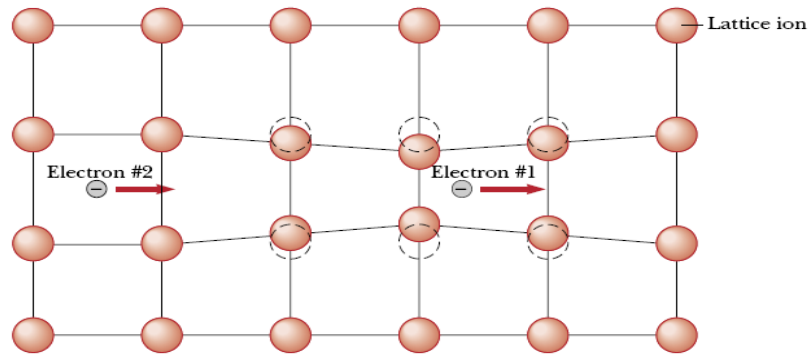
Dışarıdan uygulanan  $H$  manyetik alanı, süperiletken yüzeyinde bir akım indükler ve bu akımın yarattığı manyetik alan, dış manyetik alana karşı koyar. Bir manyetik alana zıt yönlü bir manyetik alanla karşılık veren malzemeler diamanyetik olarak

tanımlanır. Çoğu malzeme, çok az da olsa diamanyetik özellik gösterir. Süperiletkenlerde bu özellik çok şiddetli bir şekilde gözlenir[40].

#### 1.4.5. Süperiletkenliğin Mikroskobik Modeli (BCS)

1957 yılında Bardeen, Cooper ve Schrieffer; kritik sıcaklıkta ortaya çıkan ikinci mertebe faz geçişini,  $T=0K$  civarında  $\exp(-T_0/T)$  olarak değişen ve enerji aralığının kanıtı olan elektronik spesifik ısıyı, Meissner etkisi ( $H=0$ ), sınırsız iletkenlik etkilerini ( $E=0$ ) ve kritik sıcaklığın izotop kütlesine bağlılığını baz alarak bir teori geliştirmişlerdir[1].

Bu teorinin özü; fermi yüzeyine yakın dar bir enerji aralığında bulunan elektronlar arasındaki net bir çekimsel etkileşme olup, mutlak sıfır civarındaki süperiletkenliği açıklamaya yöneliktir. Bu teoriye göre, her elektron zıt momentum ve spine sahip diğer bir elektron ile çiftlenmiş olup bunlar "Cooper Çifti" olarak anılırlar. Elektronlar; zıt momentum ve spine sahip oldukları zaman bağlanma enerjileri en büyük değerini almaktadır. Elektronlar arasındaki bu çekim etkileşmesi, taban (süperiletken) durumu, üst (normal) durumdan ayıran bir enerji aralığı oluşturur. Bu enerji aralığı Fermi enerji düzeyine yerleşmiştir[41].



**Şekil 1. 7.** Negatif yüklü bir atom, süperiletken kafesindeki pozitif yüklenmiş iki iyon arasından geçerken iyonlar içe çekilir. Kafes yapısındaki bu bozunma bu bölgede pozitif yük artmasına ve bu bölgenin negatif yüklü elektronlar için bir çekim uygulamasına sebep olur[42].

Bu teoriye göre; negatif yüklenmiş bir elektron süperiletken kafes yapısında pozitif yüklenir ve bir iyonun yanından geçer. Bu durum da fononların itilmesine ve elektronların etrafında pozitif bir yük oluşmasına sebep olur. Şekil 1.7'de hareket eden bir elektronun çekimden dolayı kafes yapısında meydana gelen değişim görülmektedir[41].Elektronlar geçerken ve geçtikten sonra kafes yapısı bir yay gibi ileri geri hareket eder ve ikinci elektronda bu yolu takip eder. Bu işlem esnasında birbirini itmesi gereken elektronlar bir ağ oluştururlar. Fononların oluşturduğu çekim kuvveti; elektronların birbirini itmesine sebep olan kuvveti etkisiz hale getirerek süperiletkenliği sağlarlar. Bu geçiş sırasında iletken içerisinden geçen elektronlar birbirine bağlanmışlardır. Elektronlar, fononlar tarafından aralarında belirli bir mesafe olmak kaydıyla sıraya dizilirler.

Cooper çiftindeki elektronlar; momentumları değişmeyecek şekilde birbirlerini saçarlar. Zayıf bağ ile birbirlerine bağlı oldukları için sürekli parçalanırlar ve başka eşler ile bir araya gelerek yeni çiftler oluştururlar.

BCS teorisi; düşük sıcaklık süperiletken malzemelerin (I.tip) büyük bir kısmına başarı ile uygulanmış olmasına karşın yüksek sıcaklık süperiletken malzemeler (II.tip) için geçerli değildir. BCS teorisinin başarılı olduğu yönleri şu şekilde sıralayabiliriz:

Elektronlar arasındaki çekim etkileşmesi, taban durumu uyarılmış durumdan ayıran bir enerji aralığı oluşturur. Kritik alan, termal özellikler ve elektromanyetik özelliklerin çoğu enerji aralığının sonuçlarıdır.

Eş uyum uzunluğu ve sızma derinliği BCS teorisinin bir sonucudur. London denklemi uzayda çok yavaş değişen manyetik alanlar için elde edilirken; süper iletkenlerde ise Meissner olayı doğal yolla elde edilir.

Enerji aralığı ve geçiş sıcaklığı arasındaki ilişki  $E_g/k_B T_c = 3,53$  olup, boyutsuz bir büyüklüktür.

Bir süperiletken halkadan geçen akım kuantumlanmıştır ve etkin yük,  $e$ 'nin iki katı yani  $2e$ 'dir[32].

#### 1.4.6. Mekaniksel Özellikler

Rijitlik malzemenin elastite modülü veya göstermiş olduğu direnç elastik şekil değiştirmeyi belirleyen etmenlerdir. Malzeme içerisinde meydana gelen kalıcı değişimler veya kırılma oluşturan gerilme sınırını mukavemet olarak tanımlayabiliriz. Mekaniksel özelliklerin hepsi malzemenin içyapısına bağlı değildir. Örneğin; elastite modülü atomlar arası bağlar tarafından belirlenen bir özelliktir ve malzemenin içyapısına bağlı değildir. Ancak malzemelerin plastik şekil değiştirme yeteneklerini belirleyen süneklik, mukavemet ve sertlik malzemenin içyapısına ve deney koşullarına doğrudan bağlıdır.

Mekanik özellikler malzemelerin içyapısına ve çevre koşullarına büyük ölçüde bağlı olduklarından atomlar arası bağ kuvvetleri ile aralarında doğrudan bir bağ kurmak olanaksızdır. Atomsal teoriler olayları nicelik yönünden açıklamada yetersiz kalmaktadırlar. Örneğin; çelik bir malzemenin bileşimi aynı kalmak şartıyla ısısal işlemlerle sertlik ve mukavemetini 2-3 kat artırabiliriz. Bu olayı atomlar arası bağlara dayalı teoriler açıklamada yetersiz kaldıkları için malzemelerin içyapısında meydana gelen değişikliklere bakmak gerekmektedir.

Şekil değiştirme sürecinde içyapıda meydana gelen değişimleri ve atomların nasıl davrandıklarını bilmek gerekmektedir. İçyapıda değişikliklere neden olan etmenler malzemelerin özellikleri iyi bilinirse içyapıda gereken değişiklikleri yaparak istenilen özellikler uygulama amacına uygun bir şekilde ayarlanabilir. Ancak bu ayarlamalarında belli sınırlarda olduğunu uygulayıcıların iyi bilmesi gerekmektedir.

Cisimlerin mekaniksel özelliklerini iki aşamada inceleyebiliriz. İlk aşama bunların sürekli bir ortam olduğu varsayılır. Uygula gözle yöntemi ile sürekli ortamların dış kuvvetlere karşı göstermiş olduğu tepkiyi deneysel olarak saptayabiliriz. Bu aşamada içyapıdaki değişiklikleri ve atomların davranışlarını göz önüne almaksızın uygulanan

gerilim altındaki şekil deęiřtirmeler ölçülür. Bu şekilde belirlenmiř kořullar altında bulunan gerilme-şekil deęiřtirme baęıntıları malzemelerin mekaniksel davranıřları ile ilgili birçok yararlı bilgiler verir. İkinci aşama sürecinde içyapıda meydana gelen deęiřmeleri, atomların nasıl davranıř sergilediklerinin başka bir deyişle kırılma ve şekil deęiřtirme mekanizmaları ele alınır.

Birinci aşama sürecinde malzemelerin mekaniksel davranıřlarını bilmeye gerek yoktur. İlk aşamada mekanik davranıřla ilgili bilinmesi gereken temel bilgiler verilir, gerilme ve şekil deęiřtirmenin tanımları yapılır, mukavemet, sertlik ve süneklik gibi temel kavramlar tanıtılır ve bunları deneysel olarak nasıl saptayabileceğimizden bahsedilir. Örneęin kristal yapılı malzemelerde tane büyüklüęü arttıęı zaman süneklik azalır, malzemenin mekaniksel davranıřlarını ařaęıdaki gibi sıralayabiliriz.

## **1. Sertlik**

Malzemelerin en önemli mekaniksel özelliklerinden biri sertliktir. Sertlik, bir malzemenin üzerine batırılan sert cisme karřı göstermiř olduęu direnç olarak tanımlanır. Sertlik belirli kořullar altında malzeme üzerinde (yüzeyinde) oluřturulan plastik veya kalıcı izin büyüklüęüne göre belirlenir. Sertlik aynı zamanda malzemelerin plastik deęiřtirmeye karřı göstermiř oldukları direnç olarakta tanımlanabilir ve dolayısıyla akma mukavemeti ile ilgili olması gerekir. Sertlik deneyi malzeme yüzeyinde küçük bir iz oluřturduęundan tahribatsız bir deneydir. Aynı zamanda çok çabuk ve kolay uygulanabildięinden kalite kontrolü ve karřılařtırma amacı ile çok tercih edilen bir uygulamadır.

İlk sertlik ölçümleri ilkel çağlarda tařları birbirine sürterek yapılmıřtır. Çizen cisim, çizilen cisimlerden daha sert sayılır. Günümüzde minerallerin sertlięini ölçmede uygulanan Mohs sertlięi bu yönteme dayalıdır. Bu yöntemde standart bir ucun malzeme yüzeyinde oluřturduęu çizginin geniřlięi ölçülerek deęerlendirme yapılır. Uzun süredir uygulanan dięer sertlik ölçme yöntemi de cismin yüzeyine düşürülen standart bir bilyenin sıçrama yükseklięine dayanan Shore sertlięidir. Bu iki sertlik ölçme yönteminde de istenilen duyarlılık saęlanamadıęından bu yöntemlerin endüstride kullanım alanları çok kısıtlıdır. Endüstride geniř kullanım alanına sahip

sertlik ölçme yöntemleri malzeme yüzeyine standart bir uçla oluşturulan izin büyüklüğünü ölçmeye dayanmaktadır.

Sertlik ölçme yöntemleri kullanılan standart batıcı ucun şekline, uygulanan yüke ve oluşan plastik izin değerlendirme yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Sertlik ölçme metotları; Vickers, Brinell, Rockwell, Knoop ve Berkovich sertlikleri diye sıralayabiliriz. (Onaran, 1993)

## **2. Nano Çentme Testi**

Malzemelerin sertlik ve elastik modülünü hesaplama da kullanılan en önemli testlerden biri nanoçentme testidir. Bilinen çentme sertlik testleri malzeme üzerinde oluşturulan kalıcı plastik iz boyutunun ölçülmesi prensibine dayanmaktadır. Bu da verilen bir çentici yükü için kontak alanının bulunmasını sağlar. Nanoçentme testlerinde kalıcı izin boyutu birkaç mikron mertebesindedir. Bundan dolayı bu testlerde, optik yöntemler kullanarak ölçüm almak zordur. Nanoçentme testlerinde malzeme yüzeyi altında meydana gelen girme derinliği uygulanan yüke göre değişiklik gösterir. Çenticinin geometrik yapısı da biliniyorsa kontak alanının boyutu belirlenebilir. Bu aynı zamanda malzemenin elastik modülünün kontak kalınlığından yük ve derinlik değişim hızından hesaplanmasını sağlar. Sonuçların istenilen bir şekilde yorumlanabilmesi için gerçek çentme testi mekanizması ve kullanılan çenticielerin doğasını iyi bilmek gerekmektedir.

### **1.4.7. Çentici Tipleri**

Genellikle nanoçentme sertlik testlerinde piramitsel veya küresel çentimler kullanılmaktadır. Piramitsel çentimlere örnek olarak verebileceğimiz Vickers çentiminde karşıt yüzeyler arasındaki açı  $68^\circ$  dir ve numunenin düz yüzeyi ile  $\beta=22^\circ$  bir açı oluşturmaktadır. Kontak yarıçapı  $a$ , küresel çentiminin yarıçapı  $R$  olan bir çentiminde  $\sin\beta=a/R$  gibi bir ilişki vardır. Burada  $\beta=22^\circ$  olduğundan  $a/R$  oranı  $0,75$ 'dir. Küresel çentici, kullanılan birincil sertlik testlerindeki çentme gerilimini verir ve bu sebepten dolayı seçilen Vickers çentici için  $\theta=68^\circ$ 'dir. Genellikle küçük skalalı çentme işlerinde kullanılan Berkovich çentici de bir piramitsel çentimidir ve

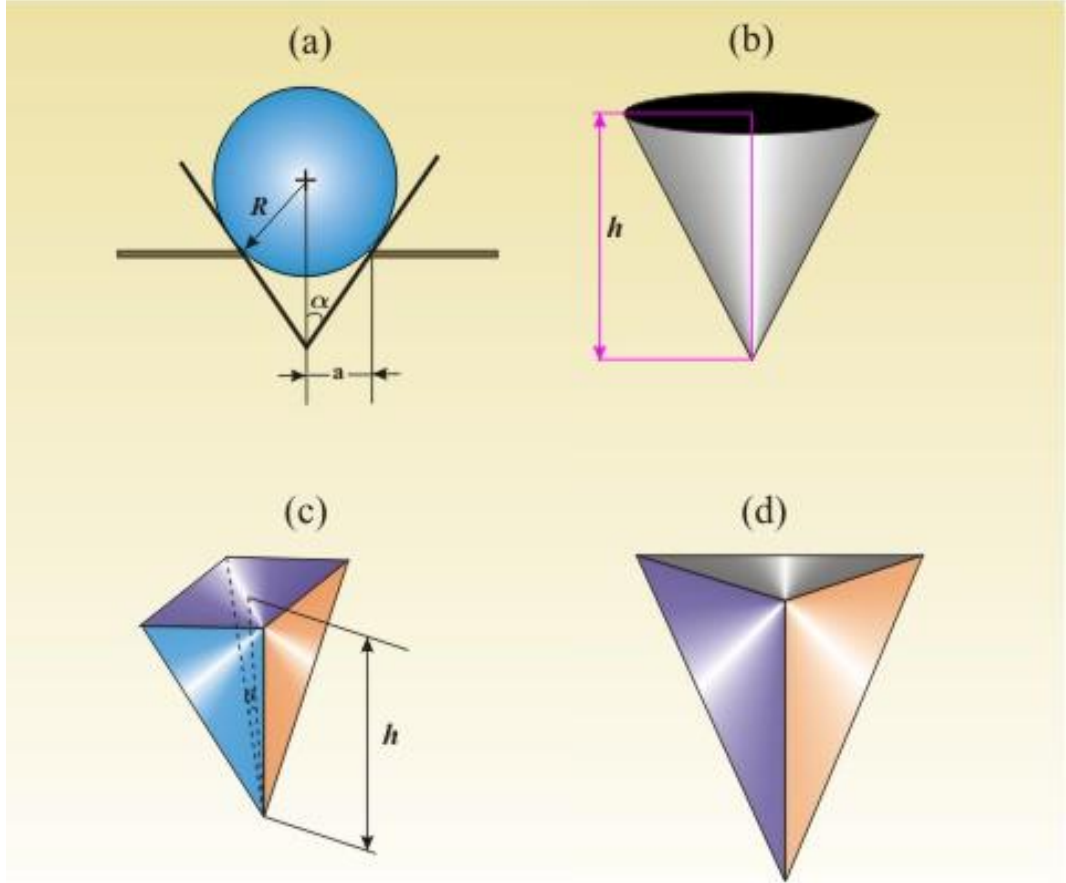
Vickers çentisinin 3 yüzlü haline benzer, Berkovich çentilerinin kesicilik derecesi son derece yüksektir. Nanoçentme testlerinde kullanılan Berkovich çentisinin yüzey açısı  $65,27^\circ$  dir. Bu açının sinüsü izdüşüm alanının derinliğe oranını verir. Berkovich çentilerinin yüzey açısı  $65,03^\circ$  dir. Bu durum Vickers çentide de olduğu gibi gerçek yüzey alanının derinliğe oranı ile hesaplanır Berkovich çentiler için uç yarıçapı 50-100 nm aralığındadır. Bu yarıçap kullanıma göre 200 nm'ye kadar çıkmaktadır. İki farklı yüz açısına sahip 4 yüzlü piramit şeklinde olan Knoop çentide bir piramit çentidir. Oluşturulan kalıcı izin farklı köşegen uzunluklarının ölçümüyle, malzeme yüzeyinin yöne bağlı olmayışını araştırmak için kullanılan önemli bir yöntemdir. Genelde sert malzemeleri test etmek için bu çentici tipi kullanılmaktadır. Daha uzun olan köşegen uzunluğu, malzemenin sığ derinliklerinde daha kolay ölçüm yapmayı sağlamaktadır. Son zamanlarda küp köşeli çentilerinde popülaritesi artmıştır. Küp köşeli çentiler Berkovich çenticiye benzerdir fakat yüzeyler arasındaki yarı açı  $35,16^\circ$  dir. Konik çentiler aksenal bir simetriye sahiptirler. Piramit ve konik çentiler arasındaki eşit izdüşüm kontak alanı;

$$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha \quad (1.7)$$

ile elde edilmektedir.

Burada  $h_p$  kontak alanı veya kürenin kenarlarından ölçülen girme derinliğidir. Berkovich veya Vickers çentiler için izdüşüm kontak alanı  $A = 24.5 h^2$  dir ve bu sebeple eşit bir konik çentici için yarı açı  $70,3^\circ$  dir. Tepe açısı eşitlik 1.7'den hesaplanabildiği aksenal simetrik konik çentiler ile yapılan çentme işleminin veri analizleri, piramidal çentilerle yapıldığında daha uygundur.





**Şekil 1.8.** Farklı geometrilere sahip çentme uçları; (a) Brinell çentici, (b) Küresel Çentici, (c) Vickers çentici, (d) Berkovich Çentici

Küresel çentimler artan bir kullanım alanına sahiptir. Şekil 1.8’te gösterildiği gibi çentici tipik olarak küresimsi bir koni şeklinde görünmektedir. Bu geometrik yapı numune yüzeyine girmek için çok kullanışlıdır. Elmas uçlu küresel çentimler 1 mikrondan daha küçük yarıçapa sahiptirler. Çentimleri uçlarına göre keskin uçlu veya kör uçlu olmak üzere iki sınıfa ayırabiliriz. Fakat bu sınıflandırma düşünce konusudur. Örneğin; bazı çalışmacılar keskin uçlu çentimleri yükün kaldırılması ile malzemede meydana getirdiği kalıcı deformasyonunun sonuçları olarak sınıflandırmaktadır. Bu duruma elmas uçlu Vickers piramidi örnek verebiliriz. Buna ek olarak kör uçlu çentimlerdeki gibi  $\alpha > 70^\circ$  lik bir koni yarıçapı ile piramit veya konik bir çenticiyi sınıflandırmak için tercih edilir. Bundan dolayı elmas uçlu Vickers bir piramidi ( $\theta = 68^\circ$ ) kör uçlu çentici olarak düşünülebilir.

Küresel çentikleri kontak noktasındaki eğim açısına göre uyguladığımız yüke bağlı olarak keskin veya kör uçlu çentikler olmak üzere iki gruba ayırabiliriz. Başka bir sınıflandırma keskin uçlu çentikler için oluşan kayma çizgi teorisine göre plastik akmanın gözlemlendiği malzeme davranışına bağlıdır ve malzeme rijit bir plastik katı gibi davranır.

Kör çentiklerde malzemenin davranışı, yükün büyüklüğüne ve malzemenin çeşidine bağlı olan elastik sınırlama modeli veya genişleyen kavite modeli tarafından tahmin edileni takip eden bir davranış sergiler. Küresel çentikler kör, konik ve piramitsel ise keskin uçlu çentiklerdir.

### 1.3.7.1. Küresel Çentikler

Küresel çentiklerle oluşturulan izin ortalama kontak basıncını aşağıdaki denklemle bulabiliriz.

$$P_m = H = \frac{P}{A} = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (1.8)$$

Bu eşitlikteki  $d$  kontak küresinin yarıçapıdır. Kalıcı izin boyutları çok küçük olduğundan bilinen tekniklerle bu boyutu ölçmek zordur. Bunun yerine kontak küresinin derinliği ölçülür. ( $h_p$ : plastik derinlik) ve kontak alanını çentikinin geometrisini bilerek hesaplayabiliriz. Küresel çentikler için kontak alanı aşağıdaki formüller verilir.

$$A = \pi(2R_i h_p - h_p^2) \approx 2\pi R_i h_p \quad (1.9)$$

Çentme derinliği çentikinin yarıçapından küçük olduğu durumlarda yukarıdaki yaklaşıklık geçerlidir. Eşitlik 1.8'de belirlenen ortalama kontak basıncı izdüşüm kontak alanı ölçümlerine dayanmaktadır ve bu durum Meyer sertliği olarak bilinir. Bunun aksine Brinel sertlik numarası (BHN) izin eğrilik yüzeyinin gerçek alanını kullanır ve aşağıdaki formülden bulunur.

$$BHN = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1.10)$$

Bu eşitlikteki D çentisinin yarıçapıdır. Brinell sertliği a/R oranının 0,4 olduğu değerlerde uygulanır. Vickers çentici açısı çentme zorlanma değerinin 0,4 olabilmesi için seçildi. Brinell testinde kalıcı izin gerçek yüzey alanının kullanılması test süresinde malzemenin zorlanma sertleşmesine karşılık geldiği düşünülmüştür.

Ancak daha sonraları Meyer sertliğinin fiziksel olarak daha anlamlı içeriğe sahip olduğunun farkına varıldı. Meyer, uygulanan yük ile oluşan kalıcı izin yarıçapı arasındaki ilişkinin ampirik bir boyutta olduğunu buldu ve bu durum Meyer yasası olarak kabul gördü.

$$P = kd^n \quad (1.11)$$

Bu eşitlikteki k ve n malzemeye özgü sabitlerdir. n değeri kullanılan çentimin yarıçapına bağlıdır ve n=x+2 ye göre malzemenin zorlanma sertleşmesinin üssü ile ilişkilidir. Bu değer 2 – 2,5 arasında olduğu saptanmıştır.

### 1.3.7.2. Vickers Çentimler

Vickers elmas çentiminin kare piramit karşıt yüzeyler 136° lik açıda kenarları 148° ve yüz aç 168° dir. Vickers elmas sertliğini (VDH) oluşan izin gerçek yüzey alanını ve çentici yükünü kullanarak hesaplayabiliriz. VDH değeri ortalama kontak basıncından yaklaşık olarak % 7 daha küçüktür Vickers elmas sertliğini;

$$VDH = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{136}{2} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1.12)$$

Denklemini kullanarak hesaplayabiliriz. Buradaki d parametresi kalıcı izin bir kenarından diğer kenarına ölçülen köşegen uzunluğudur. Genellikle Vickers sertliğini hesaplamak için eşitlik 1.12 kullanılmaktadır ve bulunan değer Vickers sertliği olarak bilinir ve HV ile gösterilir. Ortalama kontak alanını kullanarak Meyer sertliğini veya ortalama kontak basıncını buluruz.

$$P_m = H = 2 \frac{P}{d^2} \quad (1.13)$$

Şeklinde ifade edebiliriz.

Meyer sertliği olan H ile HV arasındaki ilişki ise; HV=94,5 H olarak yazılır. Nanoçentme testlerinde, kontak alanı plastik derinlikte ( $h_p$ ) bulunur İzdüşüm kontak alanı;

$$A = 4h_p^2 \tan^2 68 \Rightarrow A = 24,504h_p^2 \quad (1.14)$$

olarak verilir.

### 1.3.7.3. Berkovich Çentciler

Dört yüzlü Vickers geometrisinden daha şekilli keskin bir uç yapısına sahip olan Berkoviç çentici rutin olarak nanoçentme testi için kullanılır. Çentme testlerinde daha keskin kontrol sağladığı için tercih edilmektedir. Ortalama kontak basıncını plastik girme derinliği ( $h_p$ ) ile hesaplarız ve izdüşüm alanı;

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta \quad (1.15)$$

ile hesaplanır.  $\theta=65,27^\circ$  olarak yerine yazılırsa;

$$A = 24,5h_p^2 \quad (1.16)$$

olarak hesaplanır ve ortalama kontak basıncını veya sertlik;

$$H = \frac{P}{24,5h_p^2} \quad (1.17)$$

olarak verilir. Vickers çenticide olduğu gibi Berkovich çenticide gerçek yüzey alanının çentme derinliğine oranının aynı olması için dizayn edilmiştir ve  $65,0333^\circ$  lik bir yüzey açısına sahiptir. Berkovich ve Vickers çentici için malzeme içerisindeki temsil zorlanma değeri yaklaşık %8'dir.

#### 1.3.7.4. Küp Çentici

Kayma çizgisi teorisine dayanan Berkovich ve Vickers çenticiardan farklı olarak genişleyen oyuk modeli ile deformasyonu sağlayan daha büyük yüz açlarına sahip çenticiardir. Çok yüksek yük altında oluşan zorlanmalara karşılık gelmektedir. Çentme, radyal ve medial çatlakların kırılma tokluğunu ölçmek için bir kesme hareketiyle malzemeyi çentme işlemlerinde kullanılmaktadır. Küp kenarlı çentici bu koşullar altında gerekli bir dar yüz açısına sahiptir. Çenticiardin keskinliğine rağmen alışılmış davranışta nanoçentme testini yapmak mümkündür ve kontak alanı ifadesi, yüz açısı  $\theta=35,26^\circ$  olduğunda aşağıdaki şekli alır.

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta \Rightarrow A = 2,60h_p^2 \quad (1.18)$$

#### 1.3.7.5. Knoop Çentici

Vickers çenticiye benzeyen Knoop çenticiardir yaklaşık 7 kat daha uzun köşegen uzunluklarına sahiptir. Knoop çenticiardin sahip oldukları karşıt yüzeylerin açıları  $172,5^\circ$  ve  $130^\circ$  dir. Çok sert malzemeleri araştırmada Knoop çenticiardir kullanılmaktadır. Köşegen uzunlukları diğer çentici tiplerine göre daha uzun olduğundan ölçüm yapmak daha kolaydır.

Çünkü oluşturan izin izdüşüm alanını belirlemek için uzun köşegen kullanılır. Knoop sertlik değeri izdüşümün kontak alanına dayanmaktadır ve aşağıdaki eşitlikle ifade edilir.

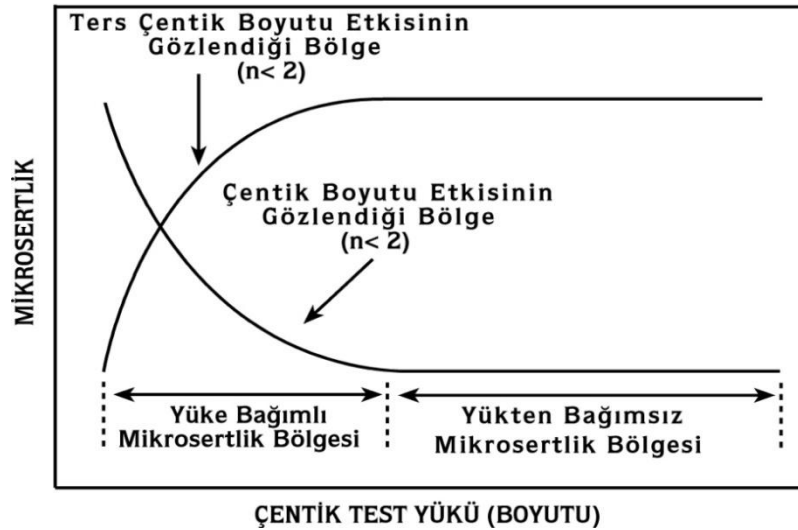
$$KHN = \frac{2P}{a^2 \left[ \cot \frac{172,5}{2} \tan \frac{130}{2} \right]} \quad (1.19)$$

#### 1.4.8. ISE Davranışı ve Sebepleri

Plastik deformasyonunun başlangıç aşamalarında plastik deformasyonun nasıl bir rol oynadığını yorumlayabilmek için çentme testlerine olan ilgi artmaktadır. İlginin artmasının diğer bir nedeni de genellikle küçük yüklerde büyük sertlik değerlerinin elde edilmesinin (Çentik boyu etkisi) nedenlerinin araştırılmak istenmesinden kaynaklanmaktadır.

Çentik terslerinin temel doğasını daha iyi anlayabilmek için küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyonun başlangıç aşamaları düzenli takip edilmelidir. Çentik testlerine gösterilen bu ilgi hem çentik yükü/deformasyon davranışı hem de çentik uygulanan malzemenin yapısının gözlenmesinde günümüzde test aletlerinin oldukça duyarlı hale gelmesi ile birlikte günümüze kadar yapılan çalışmalara yeni bir boyut kazandırmıştır. (Armsrong et, 2006)

Daha önceden malzemeler üzerinde yapılan deneyler mikro sertliğin uyguladığımız test yüküne bağlı olduğunu göstermektedir[9,12,44,45,46].



Şekil 1. 9. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi

Şekil 1. 9'da görüldüğü gibi mikro sertlik; çentik test yükünün artması ile azalan, çentik boyut etkisi ve çentik yükünün artmasıyla artış gösteren ters çentik boyut

etkisi olarak karşımıza çıkmaktadır. Her iki etkide de sertlik değeri kritik bir değerden sonra sabit kalmaktadır. ISE davranışını etkileyen birçok neden vardır. Çentğin elastik toparlanması [Tate, 1945; Matt 1950], çentme işlemi esnasında oluşan işlem sertleşmesi[47,48], plastik deformasyonunu başlayabilmesi için gerekli olan minimum yük[49], çentme esnasında oluşan dislokasyon ilmeklerinin büyüklüğü [Upit and Varchenya, 1986], malzemenin plastik/elastik deformasyona karşı göstermiş olduğu tepki[50], gerilme gradyentinin dislokasyonlarla olan ilişkisi[51], yüzeysel izlerde çentici köşelerinin plastik bir menteşe gibi hareketi [Ma and Clarke, 1995], yüzeyde oluşan oksitlenme ve kimyasal kirlenmeler[24], sıcaklık [Ren et al, 2002] ve çentici etrafında meydana gelen yığılma (pile up) ve çökme (sink in) [Gao and Huang, 2003] gibi sebepler ISE davranışını etkilemektedir.

#### 1.4.9. Derinlik Duyarlı Çentme

Malzemelerin sertlik analizleri için çentme testleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Geleneksel çentme testleri ile derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) analizleri arasındaki bazı farklılıklar olmasına rağmen her iki testte de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerindeki çenticiyle uygulanan yükün kaldırılmasından sonra oluşan iz, kontak alanını belirleyebilmek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün malzeme üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı sertlik olarak tanımlanır ve aşağıdaki eşitlikle ifade edilir.

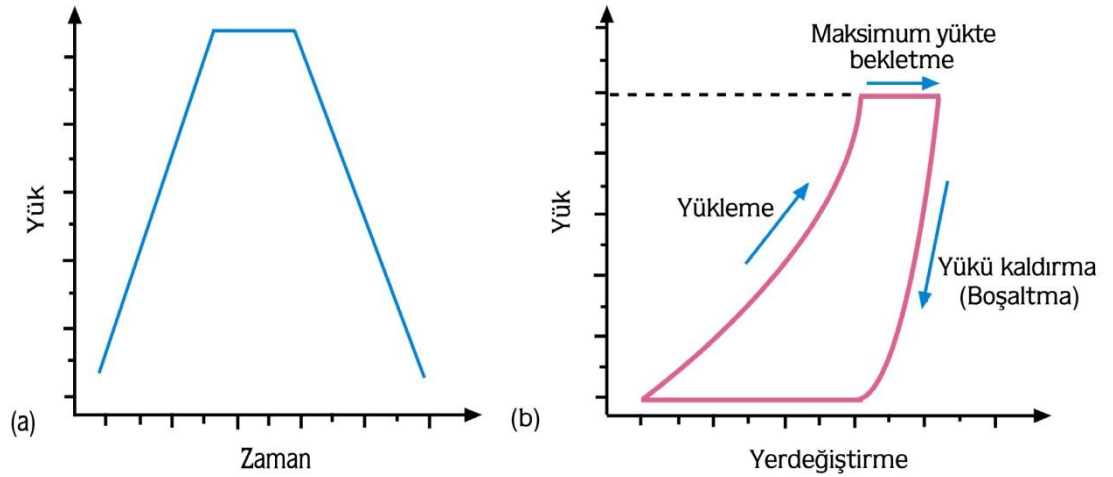
$$H_{\text{makro}} = \frac{P_{\text{uygulanan}}}{A_{\text{kalan}}} \quad (1.20)$$

Bu eşitlikte hesaplanan sertlik değeri malzemeye uygulanan yüke karşı malzemenin göstermiş olduğu plastik tepkidir. Kontak alanına hassas bir şekilde belirlenmesi izi görüntüleyen mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) veya Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) ile görüntü almak daha iyi sonuçlar verir. Nanometre boyutundaki ölçümlerde bu tekniklerden hiçbirisi uygun olmamaktadır. Bu tür ölçümlerde Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılmaktadır.

Yük miktarı doğru bir şekilde ölçülür ve yük çok hassas bir şekilde malzemeye uygulanırsa çentilen bölgeyi mikroskopik yöntemlerle incelemeye gerek kalmaz. Geleneksel tekniklerde sadece numune yüzeyinde kalan plastikliği ölçülebilirken DDM tekniği ile yükün kaldırılması esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanımı ve başlangıç elastikliğini de ölçülebiliriz.

Nanoçentme testlerinde yükün uygulanması ve kaldırılması süresince yer değiştirme verileri kaydedilir. Bu ölçümler en az 0,1 nm yer değiştirme çözünürlüğüne ve 0,1  $\mu\text{N}$  yük duyarlılığına sahip aletlerle yapılmaktadır. (Baker and Burnham 2000)

Şekil 1,10'da derinlik duyarlı çentimler için bir yükleme profili ve bu profile karşılık gelen yük değiştirme eğrisi gösterilmektedir. Uç sürüklenmesi belli bir değerin altına indiğinde çentme testi işlemi başlayacaktır. Eğrinin yükleme kısmı batmaya karşı gösterilen direncin bir ölçüsüdür. Yükleme eğrisinin eğimi numunenin çentici şekline ve boyutuna göre farklılıklar göstermektedir. Zamana bağlı plastiklik ya da sürünme analizlerinde ise yükün maksimumda tutulduğu bölüm kullanılmaktadır. Yükün kaldırılmasıyla batma derinliğindeki geri kazanım miktarı elastiklik derecesi ve geri kazanılmış elastik deformasyonla doğrudan ilişkilidir.



**Şekil 1. 10.** Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi

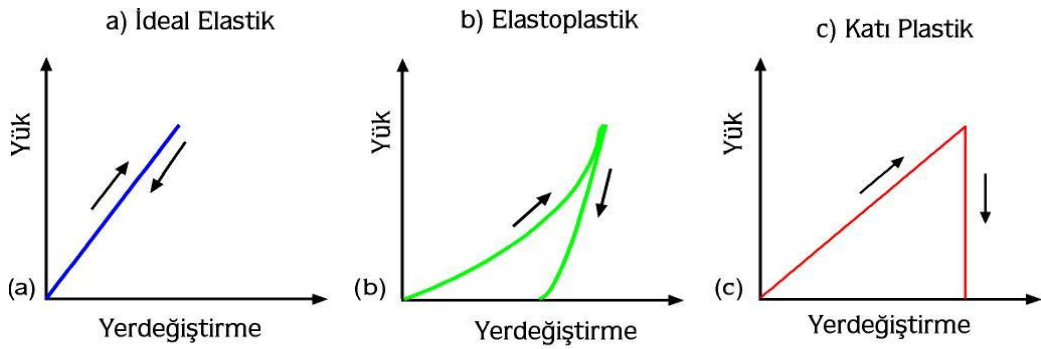
Malzeme üzerindeki yükün kaldırılmasıyla elastik olarak deforme edilmiş malzemedeki iz ortadan kalkacaktır. Bu durumu yer değiştirme eğrisinde, boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerine geri dönüşü olarak gözlemlenecektir.



Elastoplastik bir malzemeye ait yük deęiřtirme eęrisi ise Őekil 1.11’de grlmektedir. Elastoplastik malzemeler hem elastik hem de plastik zellik gsteren malzemelerdir. Plastik deformasyona uęramıř malzemelerde genellikle hibir geri kazanım gzlenmez. Őekil 1.11’de tamamen elastik zellik gsteren kauuk bir malzemede entme yntemi ile sertlik lm yapıldıęında belirli bir sertlik deęeri gzlenemeyecektir. unk bu tr malzemeler entme iřleminden sonra tamamen kendini toparlayarak entme izi bırakmamaktadır. Bundan dolayı derinlik duyarlı entme testleri bu malzemelerin incelenmesini imkn verdięinden dolayı byk avantajlar saęlamaktadır.

Ykleme-bořaltma eęrilerinin her bir blm iin farklı analiz teknikleri geliřtirilmiřtir.

Ykleme kısmı hem elastiklięi hem de plastiklięi ieren bir model gerektirmektedir. Yk tutma kısmı genellikle srnme davranıřını incelemek iin kullanılmaktadır. Ykn kaldırıldıęı kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımı gstermektedir.



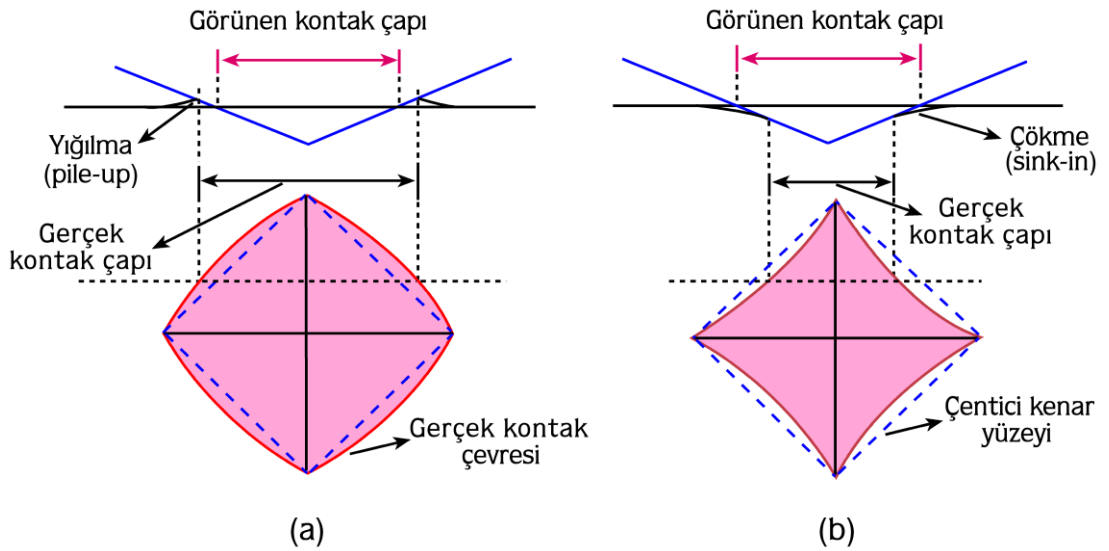
**Őekil 1. 11.**Elastiklikteki farklılıkları gsteren yk yer deęiřtirme eęrileri a) İdeal elastik b) Elastoplastik c) Katı plastik numune

Kullanılan modele en az baęımlılık gsterdięinden dolayı entme eęrisinin bořalma eęrisinin kullanıldıęı teknikler uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Nanoentme deneylerinden elde edilen sonuları deęerlendirmek iin drt varsayım kullanılmaktadır. Bunlar; (i) enticinin eęrilik yarıapı numune yzey ile karřılařtırıldıęında ok kk olduęu (ii) enticinin ve numune boyutlarının kontak

alanına göre çok büyük olduğu (iii) çentik boyutunun tüm sistemle karşılaştırdığımızda çok küçük olduğu ve (iv) kontak durumundaki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultusundaki kuvvetlerin numuneye iletildiği kabul edilmektedir.

#### 1.4.10. Yığılma (Pile-Up) ve Çökme (Sink-in) Davranışları

Malzemelerin mekaniksel özelliklerini belirlemek amacıyla yapılan yük değiştirme deneylerinde çentici etrafında yığılma ve çökme gözlenmektedir. (Şekil 1.12.).



Şekil 1. 12. Pile up ( yığılma) ve sink-in (çökme) davranışının şematik gösterimi

Bundan dolayı kontak alanı net bir şekilde ölçülemediğinden yapılan ölçümlerde hatalı çıkmaktadır. Örneğin; sert altlık üzerine kalıplanan yumuşak ince filmlerde yığılma etkisi oldukça yaygın bir şekilde görülmektedir. (Beegan, 2003)

Sertlik hesapları yapılırken oluşan yığılma ve çökmeleri dikkate almak gerekmektedir. Çünkü Oliver-Pharr modeli yığılma etkisini hesaba katmadığından dolayı bu modelle hesaplanan sertlik değerleri beklenenin üzerinde çıkar ve hatalı sonuçlar verir. Sonraki durum için materyalde yığılma ya da çökme meydana gelirken önceki durumda çentici etrafında çökme meydana gelmemektedir. Bundan

dolayı çökmenin başka olarak gözleendiği sert seramiklerle yığılmanın gözleendiği yumuşak materyaller için bu metotla belirlenen kontak alanı hesaplarının hatalı olması beklenen bir durumdur. Doğru kontak alanı arasındaki fark yığılma ve çökmelerden dolayı sürekli artmaktadır. Bu durumu ortadan kaldırmak için yer deęiştirme yaklaşımı kullanılmaktadır.

#### 1.4.11. Ölçüm Sonuçlarının Deęerlendirildięi Metot

Tipik yükleme ve boşaltma eğrileri üzerinden yer deęiştirme yaklaşımı kullanılarak ölçüm sonuçları deęerlendirilmektedir. Yükleme sırasında çentici numunede hem plastik hem de elastik deformasyon oluşturur. Yükleme eğrisi malzemenin sertlik hesabında kullanılmaktadır.

$$\frac{h_f}{h_{maks}} = 1 - d^* S \quad (1.21)$$

Bu eşitlikteki  $d^*$  Vickers piramit için 5'dir.

Denklemden  $h_f/h$  deęerlerini kullanarak  $S$  deęerlerinin hesaplayıp daha sonra

$$\frac{A_{maks}}{h_{maks}^2} = 9.96 - 12.64(1 - S) + 105.42(1 - S)^2 - 229.57(1 - S)^3 + 157.67(1 - S)^4 \quad (1.22)$$

1.22 denklemden hareketle  $A_{maks}$  deęeri elde edildi daha sonra

$$H = \frac{P_{maks}}{A_{maks}} \quad (1.23)$$

denklemden sertlik deęerleri ki burada  $H$  sertliktir

$$E = \frac{H}{S} \quad (1.24)$$

denklemden ise Elastisite modülü deęerleri elde edildi ki burada  $E$  etkin elastik modülüdür.

## 1.5. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

### 1.5.1. Giriş

Süperiletkenliğin 4K'de cıvada bulunuşundan sonraki yaklaşık 75 yıl boyunca bilim adamlarının amaçları daha yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik gösterebilen yeni malzemeler elde edebilmek oldu. Yapılan araştırmalar sonucunda seksenli yıllara kadar yalnızca bilinen birkaç metal, alaşım ve bir grup seramik malzeme bulundu.

BCS teorisinin öngörüsüne göre 30K'in üstünde kritik geçiş sıcaklığına sahip süperiletkenler "yüksek sıcaklık süperiletkenleri" (YSS) olarak adlandırılmaktadır ve ilk örnekleri 1986 yılında ortaya çıkmıştır. Bundan sonra 1986 yılı, yüksek sıcaklık süperiletkenliği üzerine yapılan çalışmaların başlangıcı sayıldı ve yeni YSS oksitler hızlı bir şekilde ortaya çıkarılmaya başlandı. Bu alanda en önemli olay; 1987 yılında Alabama ve Houston üniversitelerindeki araştırma gruplarının; yitriyum, baryum, bakır ve oksijenden ( $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ) oluşan karışık bir fazda 92K civarında süperiletkenliği gözlemleri olmuştur.

Yüksek  $J_c$  ve  $H_c$  değerlerine sahip olmaları nedeniyle teknolojik olarak yüksek kullanım potansiyeline sahiptirler. Ayrıca, uygulamalarda üretimi ucuz ve kolay olan sıvı azot sıcaklığında kullanılabilirler.

$YBaCuO$ ,  $BiSrCaCu$ ,  $TlBaCaCuO$  ve  $HgBaCaCuO$  gibi yüksek sıcaklık süperiletken seramik oksitler izotropik tabakalı kristal yapıdadırlar. Bu tür malzemelerin birçoğunda bakır oksit bulunur ve bu tür süperiletkenlerde, süperiletkenliği sağlayan bu  $CuO_2$  tabakalarıdır[52]. YSS seramiklerinin diğer önemli bir özelliği de; metalik davranış göstermeleridir. Pek çok oksit malzeme, elektriksel bakımdan yalıtkan özellik gösterdiği halde YSS seramik oksitler metalik özellik gösterirler. Bakır içeren oksit kristallerinin oda sıcaklığındaki iletkenlikleri, bazı düzensiz metalik alaşımlarının iletkenlikleri mertebesindedir.

Bugün ulaşılan en yüksek kritik sıcaklık  $\text{Hg}_{12}\text{Tl}_3\text{Ba}_{30}\text{Ca}_{30}\text{Cu}_{45}\text{O}_{127}$  için 138K'dir[53]. Bu malzemeleri kullanarak; elektromanyetik beyin dalga detektörleri, levitasyon trenleri (maglev), yüksek çözünürlüklü mikrodalga filtreleri ve yüksek alanlı mıknatısları üretme çalışmasına devam edilmektedir.

### 1.5.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri

Süperakımlarının maksimum değerlerinin, Cu-O düzlemlerine dik doğrultuda çok düşük ve düzlemlerde ise yüksek olduğu kesin olarak bilinmektedir.  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$  ince filmlerindeki bakır-oksijen düzleminde  $10^{10}$  A/m<sup>2</sup> lik kritik akım yoğunluğu değerine ulaşılmıştır[1]. C doğrultusundaki akım yoğunlukları çok daha düşüktür. Bu bize akımın iki boyutlu olduğunu göstermektedir. Bulk seramiklerde akım yoğunluğu sınır etkileri gibi faktörler yüzünden çok daha düşüktür. Çok kristalli yapıdaki  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$  örneklerinde kritik akım yoğunluğu  $10^5 - 10^7$  A/m<sup>2</sup> arasındadır[54]. Bu değerlerin pek çok uygulama için çok düşük olduğu görülmüştür. Bu malzemelerde içinde akımın çok iyi aktığı tanecikler ve bu tanecik ara yüzeylerinde yalıtkan gibi davranan safsızlıklar mevcuttur. Akım hem taneciklerden, hem de tanecikleri ayıran sınırlardan geçmek zorundadır. Bundan dolayı tanecikler arası akım sadece zayıf bağ davranışı olarak bilinen Josephson olayı ile geçer. Pek çok bilim adamı, bu malzemelerdeki kritik akımı bu etkilerin sınırlandığına inanmaktadır[1].

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde eş uyum uzunluğu, nüfuz derinliğinden çok küçük olduğundan bu süperiletkenler II. Tip süperiletkenlerdir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde manyetik vortekslerin (girdapların) sabitlenmesinin zayıflamasında ve bunun sonucunda akım etkisinin azalmasının sebebi alt kritik manyetik alan  $H_{c1}$  değerinin düşük, üst kritik manyetik alan  $H_{c2}$  değerinin çok yüksek olmasıdır[52].

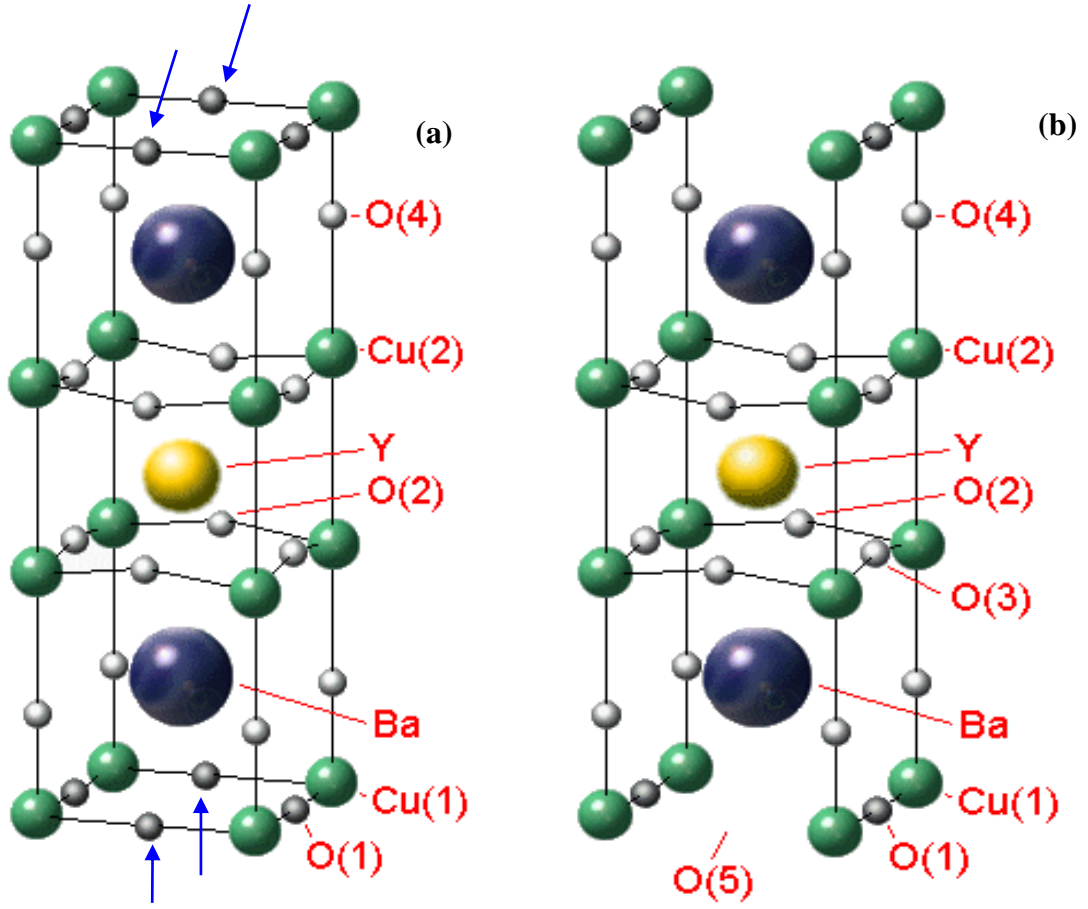
Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde hemen hemen tamamı izotropik olan düşük sıcaklık süperiletkenlerin aksine yüksek uzaysal anizotropi görülmektedir. Kritik akım yoğunluğu, kritik alan, manyetik alanın girme derinliği ve direnç ölçümlerinde anizotropi kendini göstermektedir. Bi- tabanlı bileşikler La ve Y tabanlı bileşiklerden

daha anizotropiktir. Anizotropi, yüksek sıcaklık süperiletkenliği için esas olduğu varsayılan tabakalı kristal yapıdan kaynaklanmaktadır.

Yüksek kritik sıcaklıklı yeni materyaller yapmak için arařtırmacılar yüksek sıcaklık süperiletkenlerine çeřitli nadir element iyonları katkılamıřlardır. Bu katkılamaların bazıları  $T_c$ 'yi arttırmasına raėmen bazılarının azalttıėı görölmüřtür[41,55]. Düşük sıcaklık süperiletkenleri ile yüksek sıcaklık süperiletkenleri arasındaki önemli bir farklılıkta yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin homojen olmamalarıdır.

### **1.5.3. YBCO'nun Kristal Yapısı**

Sıvı azot sıcaklığının üzerinde geçiř sıcaklığı gösteren ve sıvı azot kullanılarak soėutulan ilk süperiletken malzemelerdir. YBCO yapıdaki atom oranlarına baėlı olarak 1-2-3 malzemeleri olarakta anılır. YBCO oksijen stokiyometresine göre çok hassastır ve buna baėlı olarak farklı fiziksel ve yapısal özellikler göstermektedir.  $YBa_2Cu_3O_{7-\gamma}$  genel formülüyle verilen bu malzemeler  $\gamma$ 'nin iki farklı deėerinde çok belirgin farklılıklar göstermektedir.  $\gamma = 0$  için  $YBa_2CuO_7$  bileřiğinin geçiř sıcaklığı 92 K olup ortorombik yapıda düzenli zincir yapıya sahiptir, buna karřın  $\gamma = 1$  için  $YBa_2Cu_3O_6$  bileřiğinin geçiř sıcaklığı yaklaşık olarak 60 K olmakta ve kristal yapı tetragonal olup zincir yapı göstermemektedir. Fakat süperiletken durum sadece ortorombik yapıda meydana gelmektedir[1].



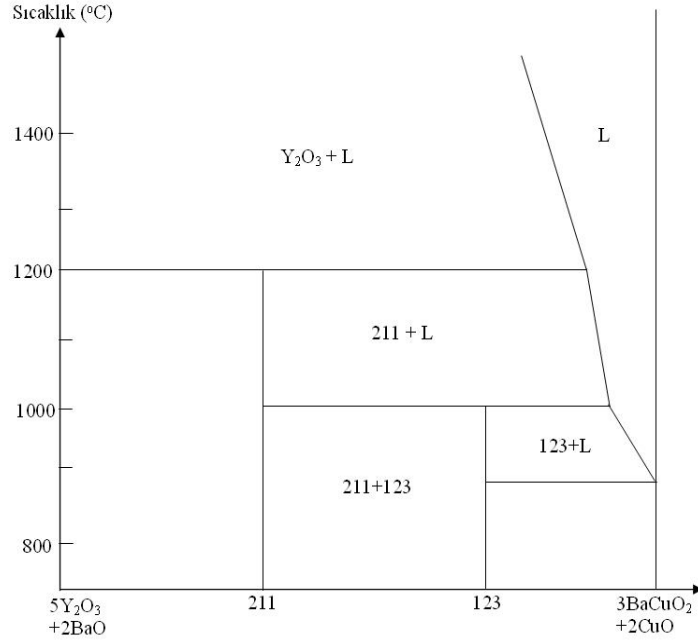
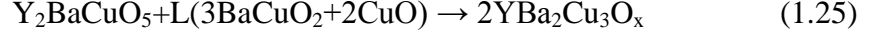
Şekil 1. 13. YBCO'nun Kristal Yapısı

Yttriyum atomu  $\text{CuO}_2$  düzlemlerini ayırır. Yttriyum yerine üç değerlikli atom konulursa, süperiletken özelliklerde çok fazla değişiklik gözlenmez[56]. Ortorombik fazda a-yönündeki oksijen eksikliği, birim hücrenin hafifçe sıkışmasına neden olur. Böylece a-örgü parametresi b-örgü parametresinden küçük olur[56]. Ortorombik yapıda hem  $\text{CuO}_2$  düzlemleri hem de Cu-O zincirleri süperiletkenliğe katkı sağlarlar.  $\text{CuO}_2$  düzlemleri taşıyıcı yükleri içerirler.

#### 1.5.4. $\text{YBa}_2\text{CuO}_7$ Bileşiğinin Faz Diyagramı

YBCO (123) bileşiği,  $1200^\circ\text{C}$ 'nin üzerindeki sıcaklıklarda Şekil 1.14'de görüldüğü gibi  $\text{Y}_2\text{O}_3$ +sıvı faz (L) olarak ayrışır. [59] Burada sıvı faz L,  $\text{BaO}+\text{CuO}$  karışımı

olarak bilinmektedir. Sıcaklık 1200 °C'nin altına düşürüldüğünde ise, bu iki faz peritektik reaksiyonla  $Y_2BaCuO_5$  (211) bileşimini oluşturur. Sıcaklık 1000 °C civarında iken  $Y_2BaCuO_5$  (211), sıvı faz ile tekrar reaksiyona girerek  $YBa_2Cu_3O_x$  bileşimini oluşturur.



**Şekil 1. 14.** Y-Ba-Cu-O sisteminin ikili faz diyagramı[57].

Kritik akım yoğunluğu gibi fiziksel özelliklerin istenilen düzeyde sonuç vermesi için,  $YBa_2Cu_3O_x$  süperiletkenlerinin oluşmasından sonra, artık kalan sıvı fazı süperiletken yapı içerisine homojen olarak dağılması gerekmektedir. En son oluşan yapının homojen olabilmesi için öncelikle 211 sıvı faz içerisine düzenli ve küçük çaplarda dağıtılırsa süperiletken fazın büyüme oranı artacaktır[58]. Ancak 211+L bölgesinde 211'in büyüklüğünün kontrolü imkânsızdır. Bundan dolayı başlangıç noktası olan  $Y_2O_3$  bölgesinin kontrolü ile yapılabilir. Çünkü 211'ler  $Y_2O_3$ 'den oluşmaktadır. Sonuç olarak; eğer  $Y_2O_3$  katı parçacıkları başlangıçta sıvı faz içerisinde homojen olarak dağıtılırsa, 211 fazı da 123 faz içerisinde homojen olarak dağılmış olacaktır.



Bunu elde etmek için Eritme Hızlı Soğutma Yöntemi çok yaygın olarak kullanılmaktadır[58].

Bu yöntem uygulanırken eritilip hızla soğutulmuş olan  $YBa_2Cu_3O_x$  numunesi, doğrudan büyütme işlemine tabi tutulmamalıdır. Çünkü hızlı soğutulmuş olan plakalar yapısal olarak homojen değildir ve  $Y_2O_3$  parçacıkları büyüktür. Son yapıda 211'in homojen ve küçük boyutta dağıtılması için bu plakalar iyice öğütülmelidir.[59]

### 1.5.5. $YBa_2Cu_3O_7$ Bileşiğinin Kristal Yapısı

Oksit süperiletkenler; perovskite yapıya sahiptirler. Şimdiye kadar bulunan pek çok yüksek sıcaklık oksit süperiletken, iki veya üç metalle birlikte bakır metalinden oluşmuştur. Örneğin 123 bileşiği olarak bilinen  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , Y, Ba ve Cu metalinden oluşmuştur. Burada “x” oksijen eksikliğini göstermektedir. YBCO süperiletkenlerinin kristal yapısı, oksijen miktarına oldukça bağlıdır. Bu değer  $x=1$  ( $YBa_2Cu_3O_6$ ) ve  $x=0$  ( $YBa_2Cu_3O_7$ ) arasında değiştiği takdirde, süperiletkenin kristal yapısı ortorombik yapıdan tetragonal yapıya dönüşür. Bu, Şekil 1.13.'de gösterilmiştir. Eğer  $0 < x < 0,5$  ise bileşik ortorombik ve süperiletken;  $0,5 < x < 1$  arasında ise tetragonal ve yarı iletken özellik göstermektedir[53].

Bu durum çizelge 1.2.'de gösterilmiştir. Oksijen miktarındaki değişim malzemenin hazırlanması sırasında ısıtma ve soğutma şartlarına bağlıdır. Oksijen miktarı arttıkça, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı da artar.

Kompozisyon	x-değeri	Geçiş Sıcaklığı
$YBa_2Cu_3O_7$	0	~92 K
$YBa_2Cu_3O_{6,75}$	0,25	~60 K
$YBa_2Cu_3O_{6,50}$	0,50	~25 K
$YBa_2Cu_3O_7$	1,0	Süperiletken değil

Çizelge 1. 2. Oksijen Miktarı ve Kritik Sıcaklıklar

Şekil1.13.'de görüldüğü gibi,  $YBa_2Cu_3O_7$  ortorombik birim hücresi c-ekseni boyunca Y, Cu(2), BaO,Cu(1), BaO, Cu(2) ve Y düzlemlerinden oluşan bir paket gibidir. Temel yapıda üç kübik yapı vardır. Bunlardan ikisinin merkezinde Ba atomu, diğerinde ise Y atomu yer alır. Bu küplerin her köşesinde Cu atomları, kenar ortalarında ise oksijen atomları yer almaktadır. Yitriumun en yakın sekiz oksijen komşusu, baryumun ise en yakın on oksijen komşusu vardır. Ayrıca iki tane Cu(1) ve iki tane Cu (2) düzlemleri vardır. Cu (2) düzlemleri perovskite yapıya örnektir. Oksijen boşluğu ise Y düzleminde dört tane, Cu(1) düzleminde ikişer tane olmak üzere toplamda sekiz tanedir[59].

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1. Giriş

Bu bölümde, süperiletken malzeme hazırlama yöntemleri ve çalışmalarımızda kullandığımız malzemenin hazırlanışı ve kullanılan deneysel ölçüm yöntemleri tanıtılacaktır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin fiziksel özellikleri malzeme hazırlama teknikleri ile doğrudan etkilenmektedir. Bu nedenle, seramik süperiletkenler hazırlanırken çok değişik metodlar denenmektedir. Bu metotlardan bazıları şunlardır: Nitrat yöntemi<sup>[60]</sup>, Eritme-Döküm yöntemi<sup>[51]</sup>, Sol-Gel yöntemi, Püskürtmeli Kurutma yöntemi, Çökeltme yöntemi, Katıhal Tepkime Yöntemi. Bu yöntemlerden birkaç tanesini inceleyelim.

#### i. Katıhal Tepkime Yöntemi

Bu yöntemde bileşikler, oksit veya karbonat gibi başlangıç maddeleri ile hazırlanır. Başlangıç maddeleri uygun oranlarda karıştırılır ve homojen bir karışım elde etmek için saatlerce havanda öğütülür. Öğütülen tozlara ilk ısıl işlem olan kalsinasyon aşamasında uygulanır. Kalsinasyon işleminin amacı başlangıç karışımındaki istenmeyen bazı maddelerin gaz halinde ortamdaki uzaklaştırılmasını ve ikili bazı fazların oluşmasını sağlamaktır. Bu işlem katıhal tepkime yönteminin temelini oluşturmaktadır.

Bir potaya konulan tozlar kalsinasyon işlemi için programlanabilir bir fırın içerisinde belli sıcaklıklarda belirli sürelerde tutulurlar. Daha sonra fırından çıkarılan tozlar agat havan içerisinde ara öğütme işlemine tabi tutulurlar.

Kalsinasyon işleminden sonra sinterleme işlemine geçilir. Sinterleme öncesi şekil vermek ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için 4-6 ton basınç altında presleme işlemi yapılır. YBCO numuneleri oksijene duyarlı malzemeler oldukları için sinterleme işlemi oksijen ortamında yapılır. Sinterleme işlemi numunenin oda

sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar artırılması ve belirli bir süre o sıcaklıkta bekletildikten sonra yavaşça oda sıcaklığına soğutulması işlemlerini içermektedir.

Bu yöntemde ara öğütme<sup>[62]</sup>, tavlama sıcaklığı, bekleme süresi ve yavaş soğutma çok önemlidir[63]. Numunelerin ısıtılmasından sonra içinde meydana gelebilecek iç zorlanma ve gerilmelerden kaçınmak için fırın yavaşça soğutulmalıdır. Dikkat edilmesi gereken bir noktada kalsinasyon kabının doğru seçilmesidir[1].Kalsinasyon kabının yapıldığı malzemede yüksek sıcaklıklarda numune içerisinde sızmalar olabilir.

Katıhal tepkime yönteminde kalsinasyon, öğütme ve sinterleme süresi ve sıcaklığı süperiletken malzemenin cinsine göre değişmektedir. BSCCO ile TBCCO aileleri için 750 – 850 °C arasında ve YBCO ailesi için 850 – 950 °C arasındadır[64].

## **ii. Eritme Döküm Yöntemi**

Bu yöntemde başlangıç tozları stokiometrik oranlarda tartılıp karıştırılarak 20-30 saat öğütülür. Hazırlanan karışım erime noktası yüksek bir pota içerisine konularak kalsinasyon işlemine tabi tutulur[1,61,64]. Kalsinasyon işlemi oda sıcaklığından itibaren malzemelerin eriyebileceği yüksek bir sıcaklık (1050-1250 °C) altında yapılır. İstenilen sıcaklıkta malzeme belirli bir süre bekletilir. Eriyik haline gelen toz karışım çok kısa bir sürede soğuk plakaya dökülür ve ikinci bir plaka hızlıca üzerine bastırılır. Bu şekilde çok ince tabakalar halinde elde edilen malzeme amorf yapı özelliği kazanmış olur. Daha sonra bu ince tabaka halindeki malzemeler öğütülerek toz haline getirilir. Bu tozlar preslenerek istenilen büyüklükte kalıp haline dönüştürülür ve gerekli sıcaklıkta yeterli süre bekletilerek süperiletken malzeme elde edilmiş olur.

Bu yöntem; yapı içerisindeki gözenekleri azaltarak yüksek yoğunlukta homojen numunelerin hazırlanmasına imkân sağlamaktadır[59]. Bu yöntemle parçacıklar arasındaki bağlantılar artmakta ve var olan bağlantılarda güçlenmektedir. Bunun sonucunda da malzemenin elektriksel, yapısal ve mekanik özellikleri iyileşmektedir[59]. Bu yöntemin başka bir avantajı da istenilen büyüklükte ve şekilde

numune üretebilmesidir. Yine katıhal tepkime yönteminde de olduğu gibi bu yöntemde de pota ile numunenin kimyasal reaksiyon vermemesine dikkat edilmelidir. Bu tür istenmeyen kimyasal reaksiyonları engellemek için yüksek ergime sıcaklığına sahip platin krozeler kullanılmaktadır[59].

### **iii. Nitrat Yöntemi**

Seramik süperiletken hazırlama yöntemleri katıhal ve eritme döküm metotlarına alternatif olarak son yıllarda ortaya çıkmıştır. Bu metotta, hazırlanmak istenen malzeme miktarı kadar, amonyum nitrat malzemeye karıştırılır. Hazırlanan karışım beher içerisine konularak yaklaşık 180–220 °C arasındaki sıcaklıkta karıştırılarak sıvı hale getirilir N<sub>2</sub>O, NO<sub>2</sub> vb. gazların çıkışı gözlenirken karıştırma işlemine devam edilir. 180 °C'den sonra sıcaklığın daha hızlı bir şekilde artırılmasıyla yaklaşık 240 °C'de ekzotermik bir reaksiyon gerçekleşir ve yoğun bir gaz çıkışı gözlenir. Sıcaklığın aniden 400 °C'ye çıkarılmasıyla sıvı haldeki karışım siyah renkli katı hale geçer. Hızlı bir ekzotermik reaksiyonun stokiyometri kaymasına sebep olabileceği düşüncesiyle düşük hızlı ısıtma işlemi tercih edilir. Yavaş soğutma ve sürekli karıştırma gaz çıkışının düzenli ve sürekli olmasını sağlar. Bu şekilde hızlı bir ekzotermik reaksiyon gözlenmeyip sıvı halden katı hale dönüşüm daha uzun sürede gerçekleşir[59].

Katı haldeki çökelti öğütülerek toz haline getirilir ve 24–48 saat aralığında kalsine edilir. Kalsine edilen tozlara ara öğütme işlemi yapılarak preslenerek yüksek sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutularak süperiletken malzeme elde edilmiş olur. Bu yöntemin diğer yöntemlere göre homojen olması, ince taneli yapıda olması ve kısa ısıl işlem süresine sahip olması gibi avantajları vardır[59].

## 2.2. Deneysel Çalışmalar

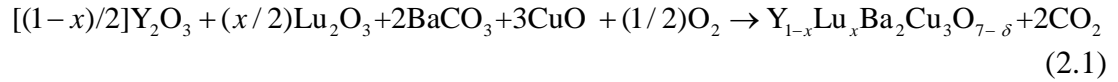
### 2.2.1 YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> Bileşiğinin Hazırlanması.

Y<sub>1-x</sub>Lu<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> bileşiğini hazırlamak için kimyasal bileşiklerin saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları çizelge 2.1.'de verilmiştir.

Simge	Saflık (%)	Molekül Ağırlığı	İsim
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,99	225,81	İtriyum Oksit
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,90	397,93	Lutesyum Oksit
BaCO <sub>3</sub>	99,98	197,35	Baryum Karbonat
CuO	99,995	79,54	Bakır oksit

**Çizelge 2. 1.** Y<sub>1-x</sub>Lu<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> bileşiğini hazırlamak için kimyasal bileşiklerin saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları

Çizelge 2.1'de kimyasal bileşikler kullanılarak;



bağıntısı kullanılarak başlangıç kompozisyonu hazırlandı. Bu denklemde x= 0, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3 ve alınarak 8-9 gramlık toplam beş farklı karışım, çizelge 2.2. gibi hazırlandı.

	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gr)	BaCO <sub>3</sub> (gr)	Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gr)	CuO (gr)	Toplam
Temiz	2,2581	3,9470	0	2,3862	8,5913
0,05	2,1451	3,9470	0,1989	2,3862	8,6773
0,1	2,0322	3,9470	0,3979	2,3862	8,7634
0,2	1,8064	3,9470	0,7958	2,3862	8,9355
0,3	1,5806	3,9470	1,1937	2,3862	9,1076

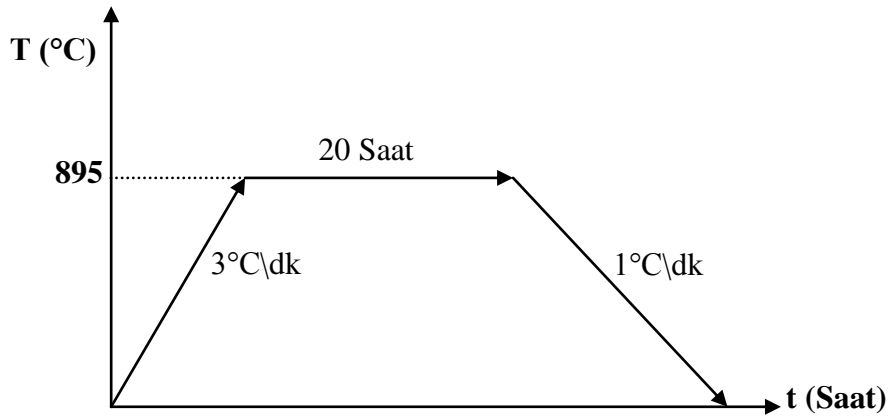
**Çizelge 2. 2.** 8 gramlık Y<sub>1-x</sub>Lu<sub>x</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> bileşiğini üretmek için kullanılan başlangıç karışım miktarları

Bu kimyasal bileşikler, 1/10000 gr hassasiyete sahip Precisa XB 220A hassas terazi ile tartıldı. Bu tozlar; agat havan içerisinde 30 dakika karıştırıldıktan sonra homojen bir karışım elde etmek için, yaklaşık olarak 2 saat kadar elle öğütüldüler.

Seramik potalara konulan toz numuneler oda sıcaklığında Protherm ısı kontrol birimi kullanılan ALSER marka programlanabilir bir fırına yerleştirildi. Fırın sıcaklığı dakikada 3 °C hızla artırılarak her bir katkı için farklı sıcaklıklarda ısı işlem uygulandı.

### 2.2.2. Lutesyum Katkısı İçin Uygulanan Isıl İşlemler

Oda sıcaklığında fırına konulan lutesyum katkılı YLu0,YLu005, YLu01, YLu02, YLu03 toz numuneler; şekil 2.1 görüldüğü gibi dakikada 3 °C hızla ısıtılarak A=895 °C derecede 20 saat bekletildi. Daha sonra 1°C/dk hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Elde edilen bileşiğin sert yapıda ve siyah renkte olduğu görüldü.



Şekil 2. 1. Toz karışımının kalsinasyon işlemi

### 2.2.3. Presleme İşlemi

Toz bileşikler yeterince öğütüldükten sonra; bu tozların her biri 1gr gelecek şekilde tartıldı ve şekil 2.3'de görülen kalıplara konuldu. TUMAS (Max 40 MPa) marka hidrolik pres ile Şekil2.4 'de. 3 ton/cm<sup>2</sup> basınç altında 5 dk kadar preslendi. Sonuçta ~1cm çapında preslenmiş numuneler üretildi. (Şekil 2.2)



**Şekil 2. 2.** Kalıplanmış numuneler



**Şekil 2. 3.** Kalıp

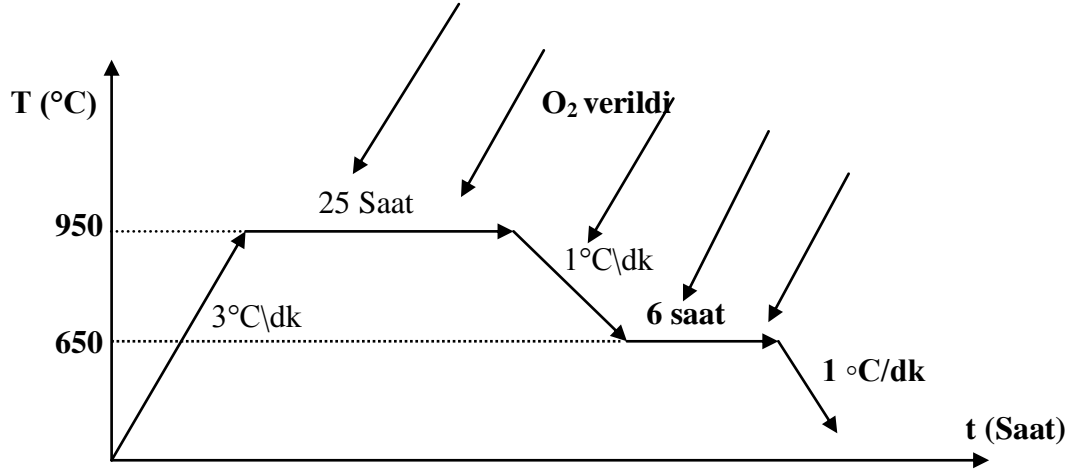




Şekil 2. 4. Press

#### 2.2.4. Tavlama İşlemi

Numuneler tavlama işlemleri için şekil 2.6’da gösterilen Protherm marka silindirik bir fırına oda sıcaklığında konuldu ve 3°C/dk hızla 650 °C’ye, bu sıcaklık dakikada 3 °C artırılarak 950°C’ye kadar ısıtıldı. Bu sıcaklıkta 25 saat oksijen atmosferinde bekletilen numunelerin sıcaklığı 1°C/dk hızla 650°C’ye düşürüldü ve bu sıcaklıkta 6 saat oksijen atmosferinde bekletildi. Ardından dakikada 1°C hızla oda sıcaklığına kadar soğutulan numuneler fırından çıkartıldı. Sinterlenen bu numunelerin siyah renkte oldukları gözlemlendi ve bu işlemler tüm numuneler için ayrı ayrı tekrarlandı.



Şekil 2. 5. Sinterleme işlemi grafiği



Şekil 2. 6. Protherm marka silindirik bir fırın

### 2.2.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Çalışmaları

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler

sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Böylece, numunelerin yüzey yapıları, içerdikleri fazlar ve taneciklerin yapı içerisindeki dağılımları hakkında bilgi edinilebilir.

SEM görüntüleri Kırıkkale Üniversitesinde JEOL5600 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak 250-1000-1500-2000-2500 kat büyütme ile alındı.

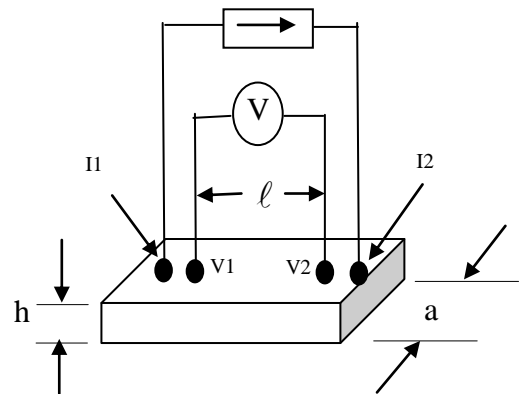
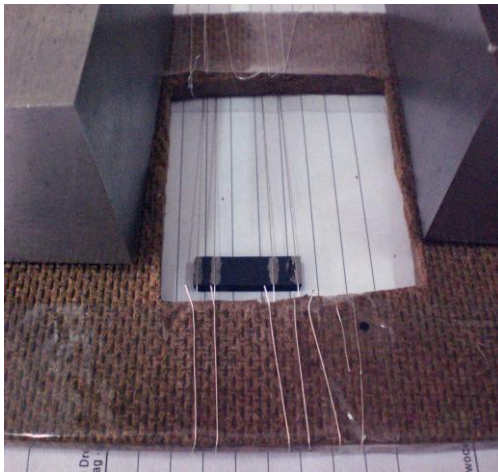
### 2.2.6. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Ürettiğimiz numunelerin özdirenç ölçümleri için standart dört nokta yöntemini kullandık. Numuneleri şekil 2.7.de gösterildiği gibi ultrasonik lehim makinesi kullanılarak bakır tellerle indium lehim kontaklar yapıldı. Ölçüm hatalarını en aza indirebilmek için kontaktların aynı hat üzerinde yer almalarına ve kontaktlar arası mesafelerin eşit olmasına dikkat ettik. Daha sonra numunelerin özdirençlerini şekil 2.7 de gösterilen deneysel düzencekle sıcaklığı bağlı olarak

$$\rho = \frac{V}{I} \cdot \frac{A}{\ell} \quad (2.2)$$

Bağıntısı ile hesaplandı.

Bu bağıntıdaki A, numunenin kesit alanı ( $A=a \cdot h \text{ mm}^2$ ) ;  $\ell$ , iç kontaktlar arası mesafe; V, iç kontaktlardan ölçülen gerilim ve I, numuneye uygulanan akımdır.

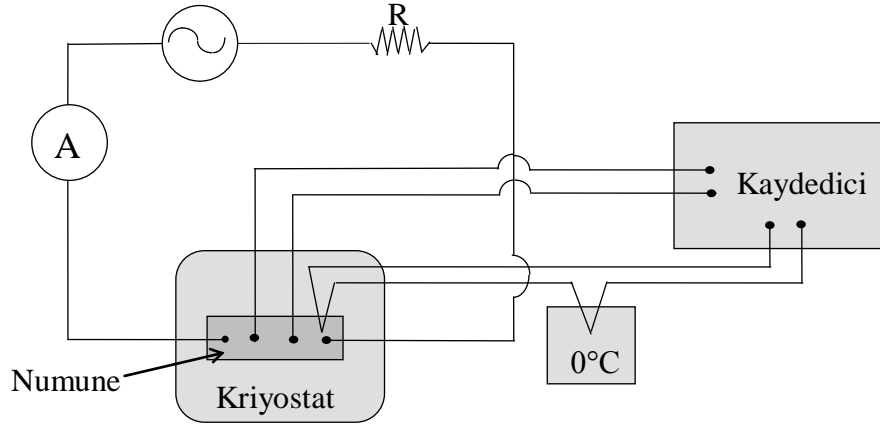


**Şekil 2. 7.** Standart dört nokta yöntemine göre (a) numunelere yapılan kontaklar ve (b) parametrelerin şematik gösterimi

Elektiriksel özdirenç ölçümleri, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi'ndeki şekil 2.8.de gösterilen "Cryogenic Liquid Helium Cryostat Sistem (10-300K )" arasında ölçüm yapabilen kriyostat sistemi ile gerçekleştirildi. Bu ölçümlerle numunelerin süperiletkenlik, kritik geçiş sıcaklığı ve normal bölge özdirenci gibi parametreleri belirlendi.



Şekil 2. 8. Özdirenç ölçümlerinin yapıldığı Cryogenic marka sıvı helyum kriyostat sisteminin fotoğrafı



Şekil 2. 9. Standart dört-nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği

### 2.2.7. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması

Numuneler çentme işleminden önce kalıplama ve parlatma işlemi olarak iki aşamadan geçirildi.

**i. Kalıplama:** Soğuk kalıplama işleminin kullanıldığı bu aşamada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici karışım haline getirildi ve bu karışım 15 dakika boyunca karıştırıldı. İçinde kabarcıkların oluşmaması için, karışımın tek yönde ve yavaşça karıştırılmasına dikkat edildi. Daha sonra hazırlanan bu sıvı karışım, önceden kalıp içine konulmuş numunelerin üzerine döküldü ve tamamen sertleşmesi için yaklaşık 18 saat bekletildi.

**ii. Parlatma:** Bu aşama bir dizi parlatma aşamalarını içerir. Her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çizdiği minimuma indirmek için, her kademe bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanıldı. Parlatma işlemi Gripo-2V cihazında yapıldı. İlk olarak numuneler sırasıyla 1200, 2400, 4000 meshlik zımpara kağıtlarına tutuldu. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Daha sonra, nihai parlatma için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 3µm ve 1µm boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bu aşamada malzemenin ısınmasını önlemek için su yerine yağlayıcı (lubricant) sıvı kullanıldı.

Bütün parlatma kademelerinde çarkın devir hızı 200 devir/dk. olarak ayarlandı. Her kademedен sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü değiştirildi. Bir sonraki daha ince olan kademeye geçildikçe numunelerin çarka tutulma süreleri uzatıldı. Numune yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskopla bakılarak, aşınma miktarları kontrol edildi.

### 2.3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin incelenmesi

Mekanik özelliklerin belirlenmesinde Vickers uçlu dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (shimadzu, DUH-W201) kullanıldı. Ölçümler basamaklı yükleme/boşaltma (step load/unload) modunda alınmıştır. Değişik derinliklerde malzemenin davranışını kolayca yorumlayabilmek aynı bölgede düzenli aralıklarla 150, 300, 450, 600, 750, 900, 1050 ve 1200 mN'luk kuvvetler uygulandı. Yükleme hızı olarak 14,7 mN/s seçildi. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı, her bir yük için ortalama 5-6 ölçüm alındı.



Şekil 2. 10. Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201)

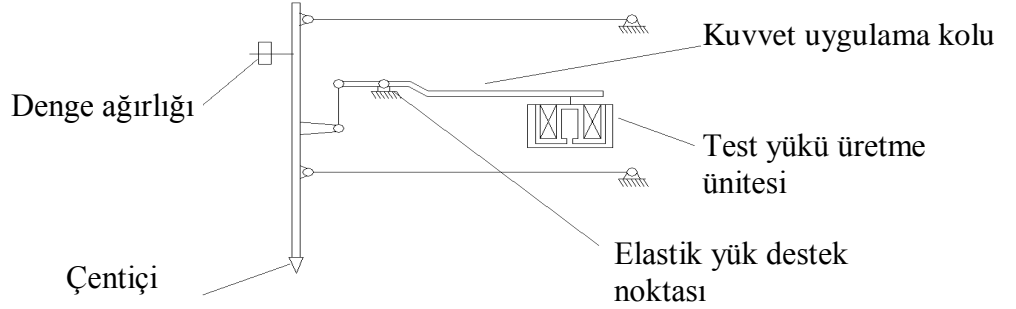
#### 2.3.1. Yükleme Metodu

Yükleme sistemi prensibinin şematik gösterimi Şekil 2.11'de gösterilmiştir. Yükleme sistemi, test yükü üretme ünitesi, kuvvet uygulama kolu (lever), elastik yük destek noktası, denge ağırlığı ve çentikten oluşmaktadır.

Test yükü üretme ünitesi (şekil 2.12) , elektromanyetik yükleme metodunu kullanır ve  $9.8 \times 10^{-5}$  N'luk düşük test yükü uygulayabilmeyi mümkün kılmaktadır. Şekil

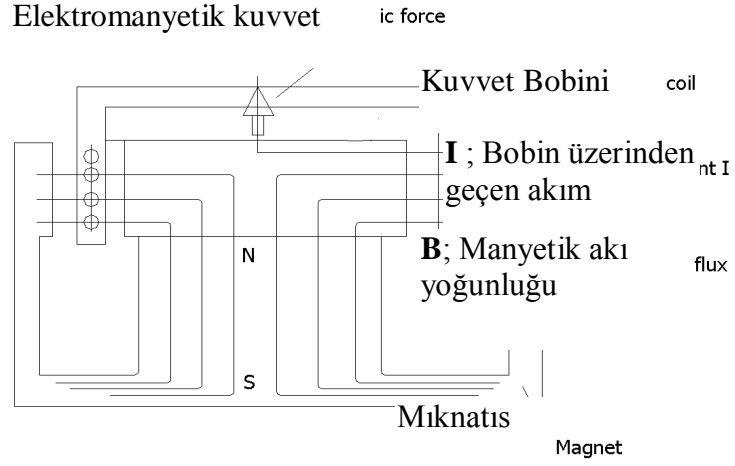
2.12'de de görüldüğü gibi test yükü üretim ünitesi, sürekli (permanent) magnet ve kuvvet bobini ihtiva eder. Sürekli magnet sabitlenmiş, kuvvet bobini ise hareketlidir. Bobin üzerinden bir akım geçtiği zaman, elektromanyetik kuvvet (  $F$  ), bobinden geçen akımla (  $I$  ) orantılı olarak elde edilecektir.

$$\vec{F} = 2 \pi r n \vec{B} I \quad (2.3)$$



**Şekil 2. 11.** Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi.

Denklem (2,3) de, (  $r$  ) , bobininin yarıçapı,  $n$ , bobinin sarım sayısı ve (  $B$  ) mıknatısın manyetik akı yoğunluğudur. Sertlik test cihazı, bobin üzerindeki akımın kontrol edilmesiyle elde edilen elektromanyetik kuvvet belirli bir yük uygulayabilir. Elektromanyetik kuvvet üretim ünitesinde oluşturulan bu kuvvet ( EMK ), çenticiye, kuvvet uygulama kolu yardımıyla ve çentici destek kolu aracılığı ile taşınır. Cihaz, çenticingin örnek yüzeyine dikey olarak batırıldığı elastik yük destek noktasını kullanan Rovberval mekanizmasından yararlanır. Uygulanan kuvvet 0.1mN dan 1961mN arasında ayarlanabilir.



**Şekil 2. 12.** Test yükü üretim ünitesinin şematik gösterimi.

Bununla birlikte yapılan analizler sonucu elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

Diğer süperiletkenlere ( BSCCO ve  $MgB_2$  ) benzer şekilde YBaCuO süperiletkeni çentik boyutu etkisi gösterir. Yani ölçülen sertlik değerleri çentme yükünün artmasıyla artar.



### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

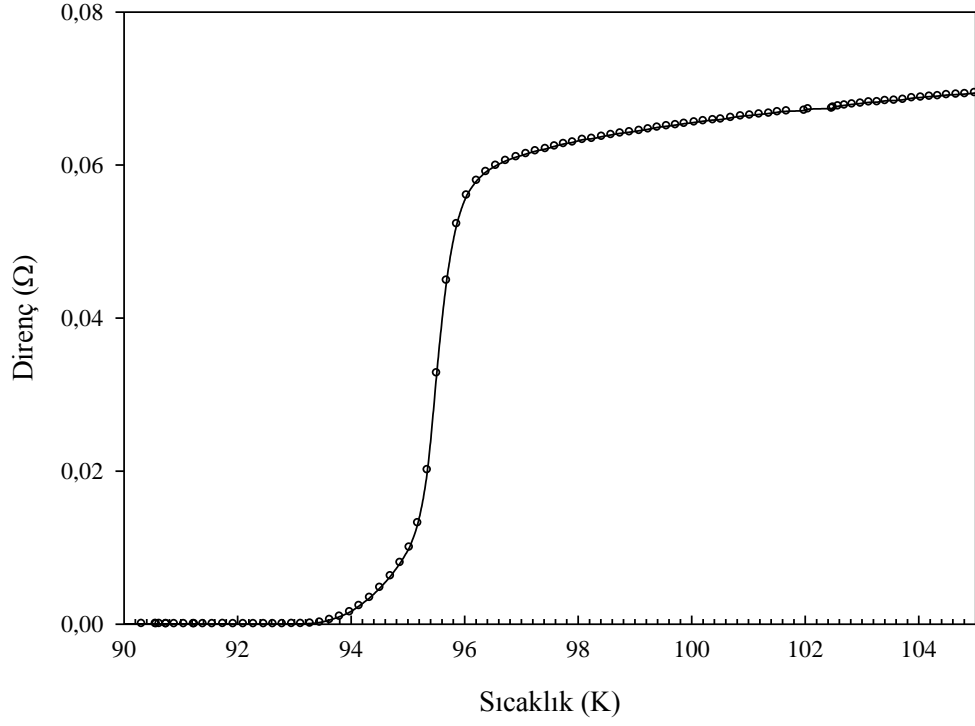
#### 3.1. Giriş

Katıhal tepkime yöntemi ile hazırlanan ve lutesyum miktarı sırasıyla 0, 0,05, 0,1, 0,2 ve 0,3 alınarak üretilen  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşiklerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey incelemeleri yapıldı. Daha sonra elektriksel dirençleri ölçüldü ve katkı miktarının numunenin yapısal ve elektriksel özelliklerine etkisi incelendi. Yük-yerdeğiştirme analizleri ile lutesyum katkısının, malzemenin nano-mekaniksel özelliklerine etkisi incelendi.

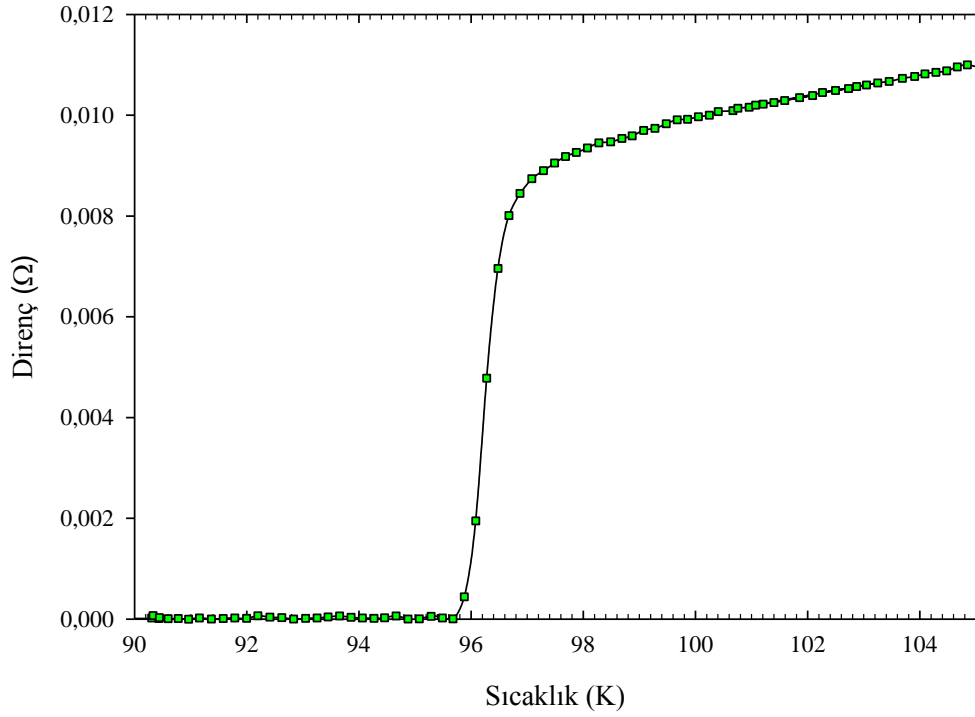
#### 3.2. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri

Oksijen ortamında 950°C'de 25 saat tavlansarak üretilen  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunesinin standart dört-nokta yöntemine göre ölçülen direncinin sıcaklığa bağlı olarak değişimi Şekil 3.1'de görülmektedir. Buna göre, numune yaklaşık olarak 93 K civarında kritik geçiş sıcaklığına sahiptir ve 3 K kadar dar bir sıcaklık aralığında süperiletken hale geçmektedir.

Hazırlanan numunelerde, tezin amacına uygun olarak itriyum yerine belli miktarlarda lutesyum katılmış ve yine benzer şartlarda numuneler üretilmiştir. Şekil 3.2'de ise  $x = 0,2$  alınarak üretilen  $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşiğinin elektriksel direncinin sıcaklıkla değişimi görülmektedir. Buna göre, numune  $T_C = 95,8$  K değerinde kritik geçiş sıcaklığına sahip olmaktadır. Yani, bu miktardaki Lu katkısı  $T_C$  değerini yaklaşık olarak 3 K kadar artırmaktadır.

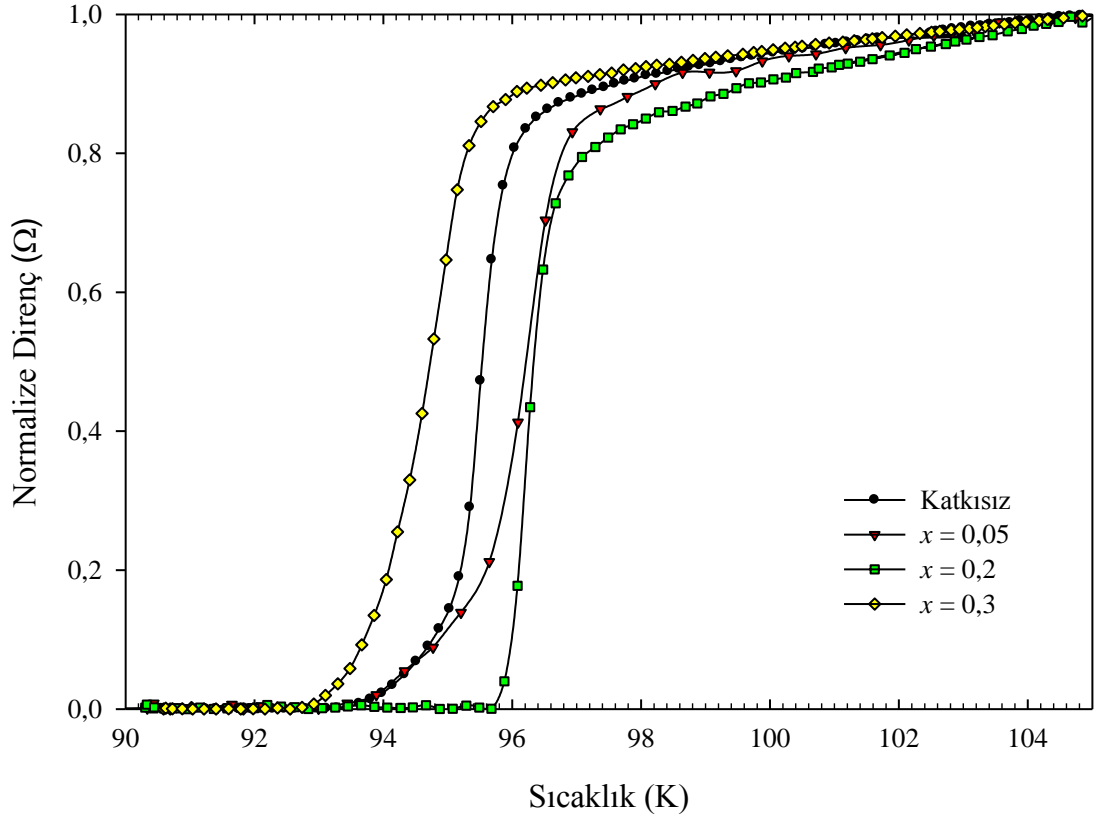


**Şekil 3. 1.** 950°C’de 25 saat tavlanan  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi.



**Şekil 3. 2.** 950°C’de 25 saat tavlanan  $\text{Y}_{0,8}\text{Lu}_{0,2}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi.

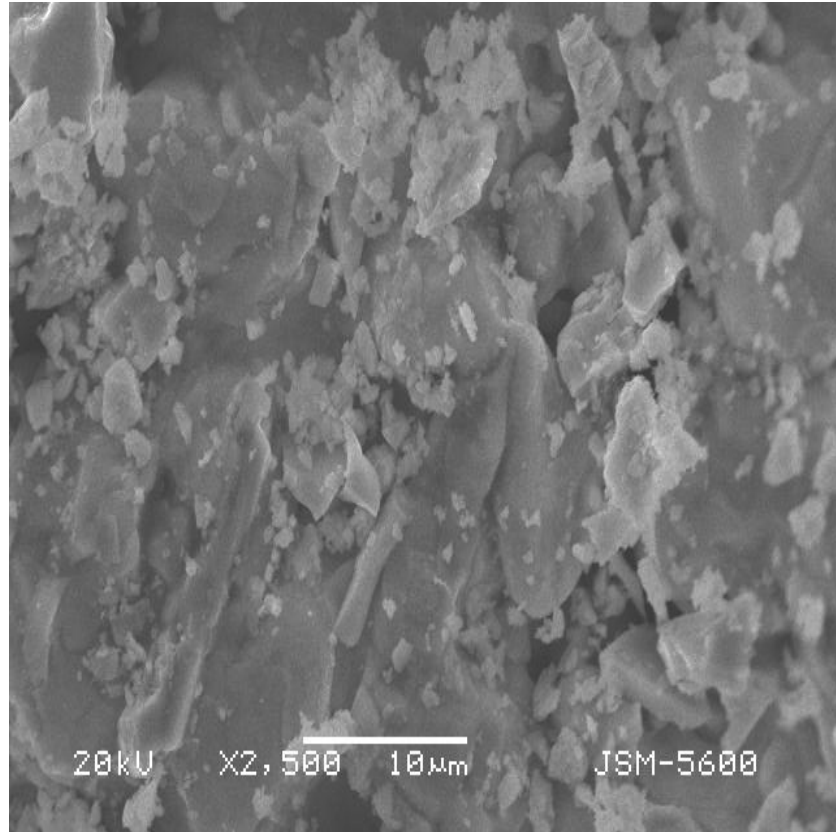
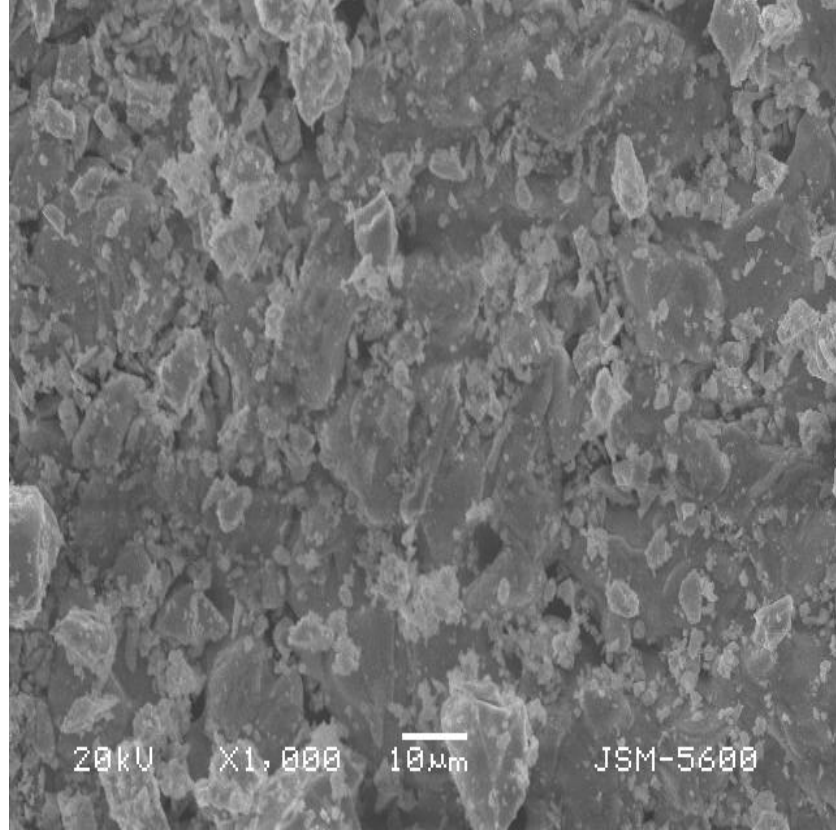
Şekil 3.3’de, lütesyum katkı miktarı değişirken sıcaklıkla normalize edilmiş direnç değerlerinin değişimini göstermektedir. Buna göre, düşük miktarlardaki ( $x = 0,05$ ) lütesyum katkısı kritik geçiş sıcaklığını hissedilir şekilde değiştirmezken katkı miktarı  $x = 0,2$  değerine ulaştığında  $T_C$  değeri yaklaşık 3 K kadar artarak 95,8 K olmaktadır.



**Şekil 3. 3.** Farklı miktarlarda lütesyum katılan  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunelerin 105 K’de normalize edilen dirençlerinin sıcaklıkla değişimi.

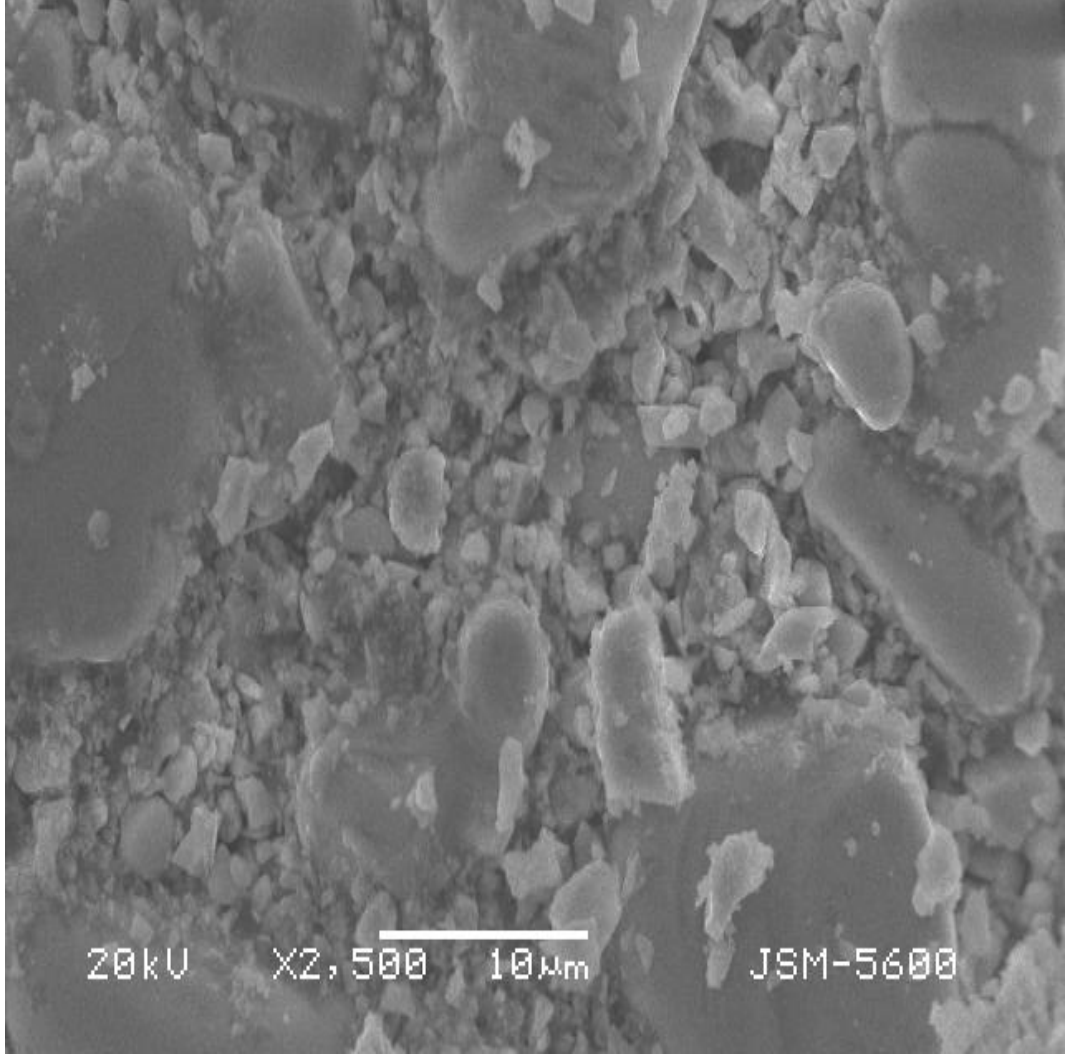
### 3.3. SEM İle İnceleme

$Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  numunelerin taramalı elektron mikroskobu 2500 kat büyütme ile çekilen resimleri Şekil 3.4-3.7’de görülmektedir. Numuneler, parlatma işlemine tabi tutulmadıkları için yüzeyde küçük kırıntılar görülmektedir. Şekle göre, ortalama tane büyüklüklerinin  $10 \mu m$ ’nin üzerinde olduğu anlaşılmaktadır.



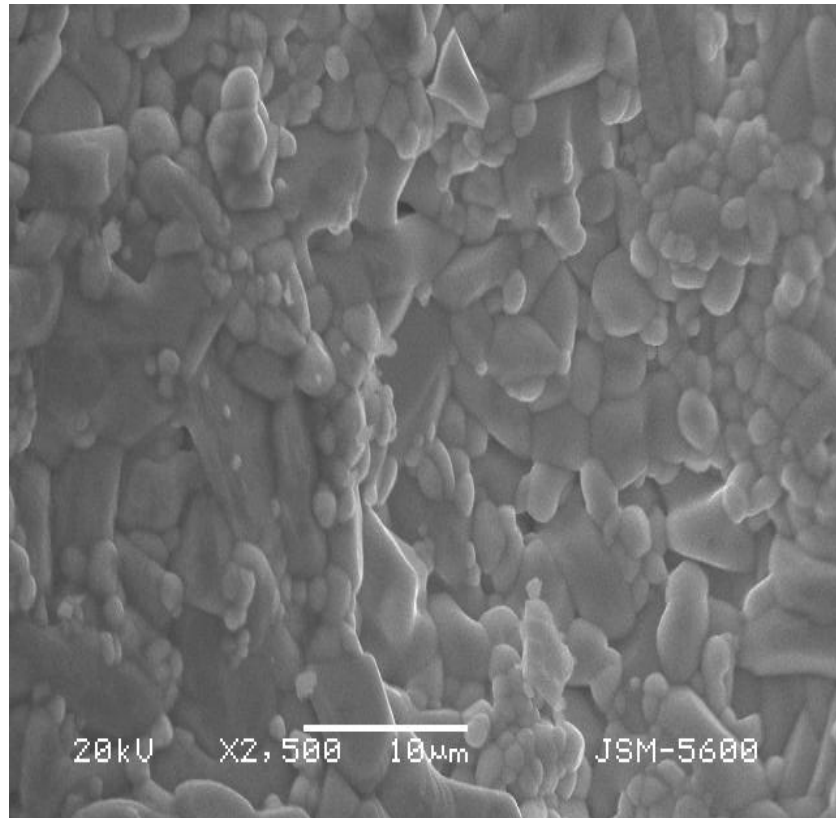
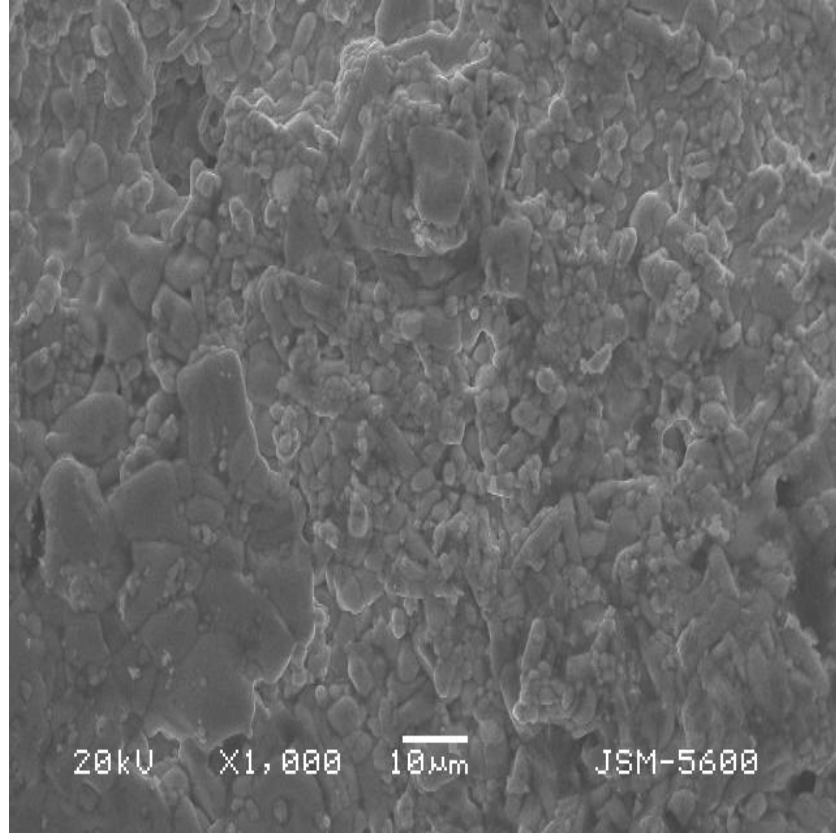
**Şekil 3. 4.** Katkısız  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  süperiletken numunesinin 1000 kez büyütme ile (üstte) ve 2500 kez büyütme ile (altta) elde edilen görüntüleri.

Şekil 3.5’de,  $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğinin 2500 kat büyütme ile çekilmiş elektron mikroskobu resmi görülmektedir. Resme göre ortalama tane boyutlarının bir miktar arttığı gözlenmektedir.



Şekil 3. 5. Lütelyum katkı miktarı  $x = 0,05$  için  $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü.

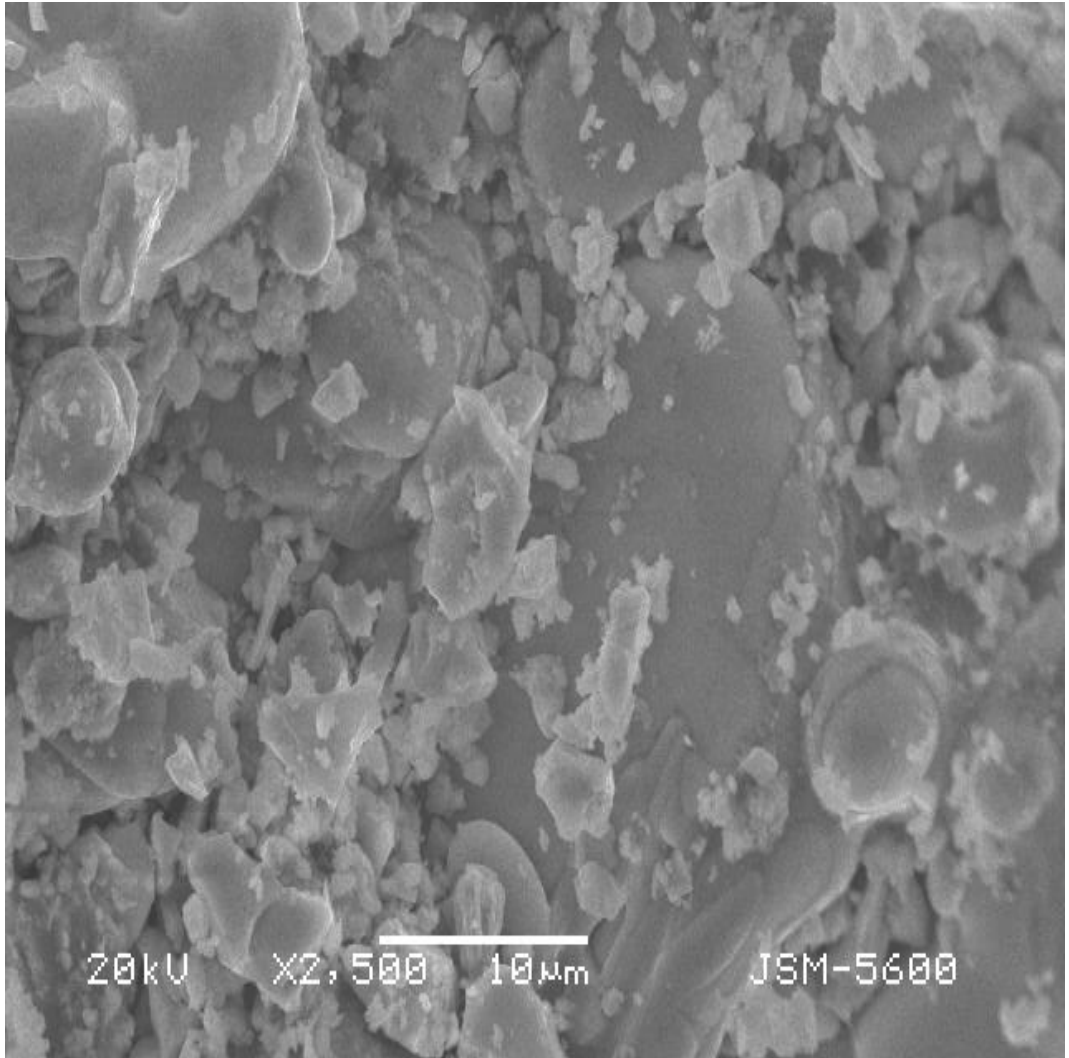
Nispeten oldukça iri taneler arasındaki bölgelerde ise birbirlerine zayıf bir şekilde temas eden çok daha küçük tanecikler kendisini hissettirmektedir.



**Şekil 3. 6.**  $Y_{0.9}Lu_{0.1}Ba_2Cu_2O_{7-\delta}$  numunesinin 1000 kez (üstte) ve 2500 kez (altta) büyütme ile elde edilen SEM fotoğrafları.

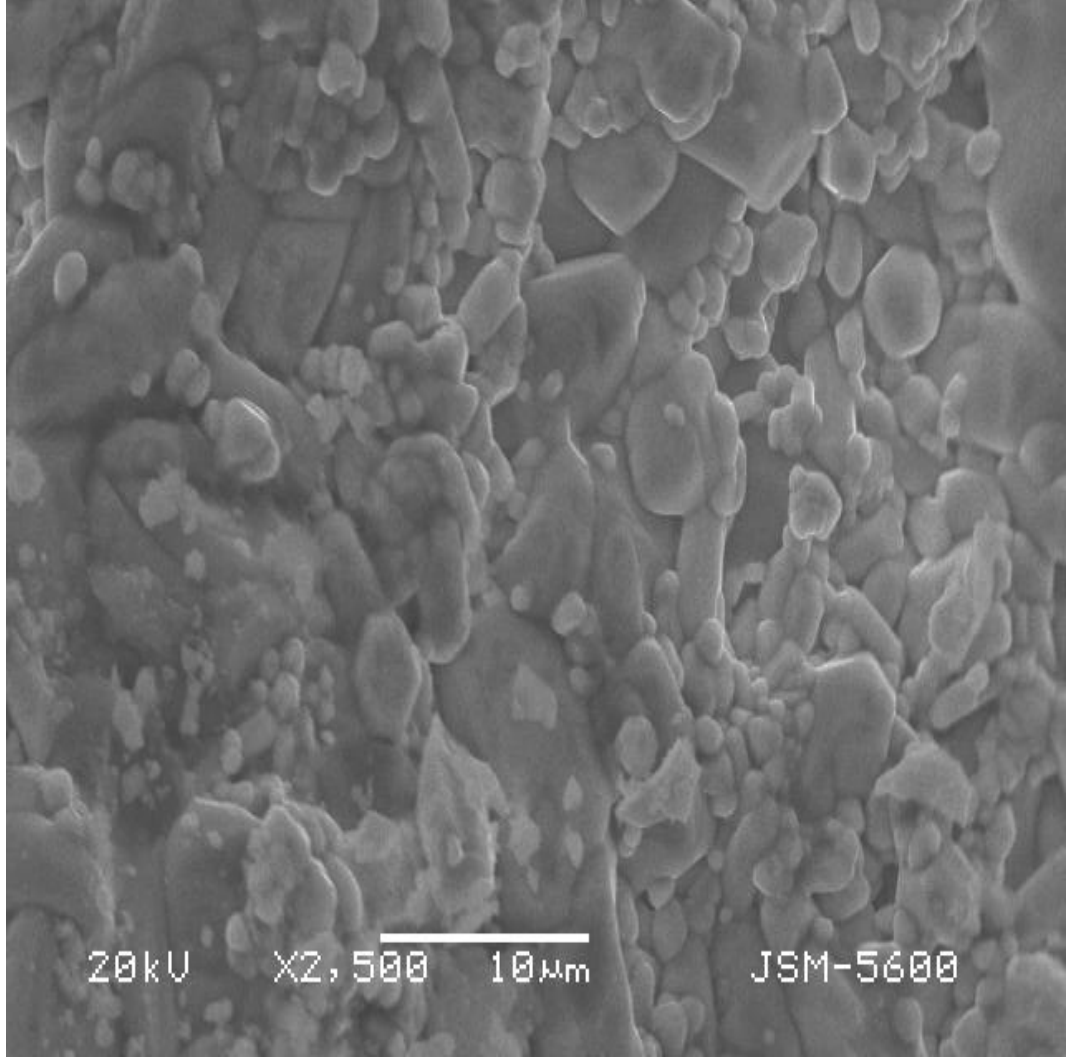
Şekil 3.6'da ise lütesyum katkı değeri  $x = 0,1$  olan numunenin 1000 ve 2500 kat büyütme ile elde edilen SEM fotoğrafları görülmektedir. Yüzeyi parlatma işlemine tabi tutulmuş olan bu numunede diğerlerine göre ortalama tane boylarının küçüldüğü ve tanelerin birbirlerine çok daha iyi temas ettiği görülmektedir.

$Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğinin 2500 kat büyütme ile elde edilen elektron mikroskobu resmi, Şekil 3.7'de görülmektedir. Yüzeyin parlatılmamasından kaynaklandığı düşünülen kırıntıların arkasında kalan tanelerin bazılarının oldukça iri olduğu anlaşılmaktadır.



**Şekil 3. 7.** Lütesyum katkı miktarı  $x = 0,2$  değeri için  $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilmiş SEM görüntüsü.

Şekil 3.8’de  $Y_{0,7}Lu_{0,3}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğine ait SEM fotoğrafı görülmektedir. Bu numunenin ortalama tane büyüklüğünün lütesyum değeri  $x=0,2$  olan numuneninkinden bir miktar küçük, fakat  $x=0,1$  değerindeki numuneninkisinden ise daha büyük olduğu görülmektedir. Taneler arasında hissedilir boşluklar olmamasına karşın numunenin küçük boyutlu çok taneli oluşunun, taneler arası elektriksel teması bir miktar azaltacağı tahmin edilmektedir.

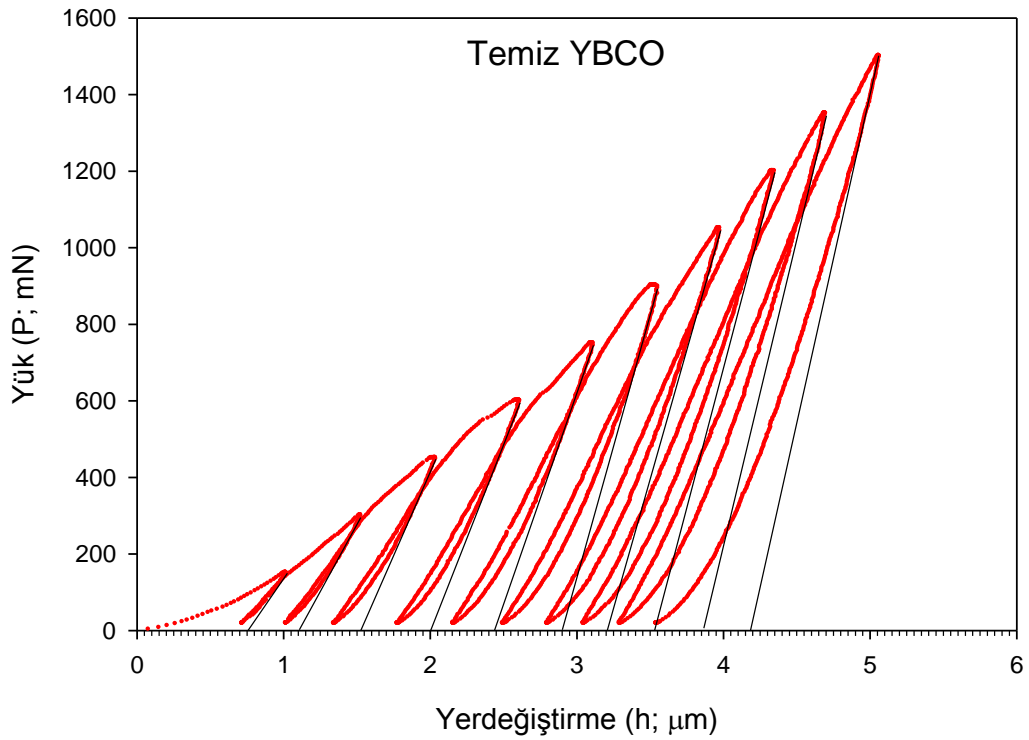


**Şekil 3. 8.** Oksijen ortamında 950°C’de 25 saat tavlanarak üretilen  $Y_{0,7}Lu_{0,3}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü.

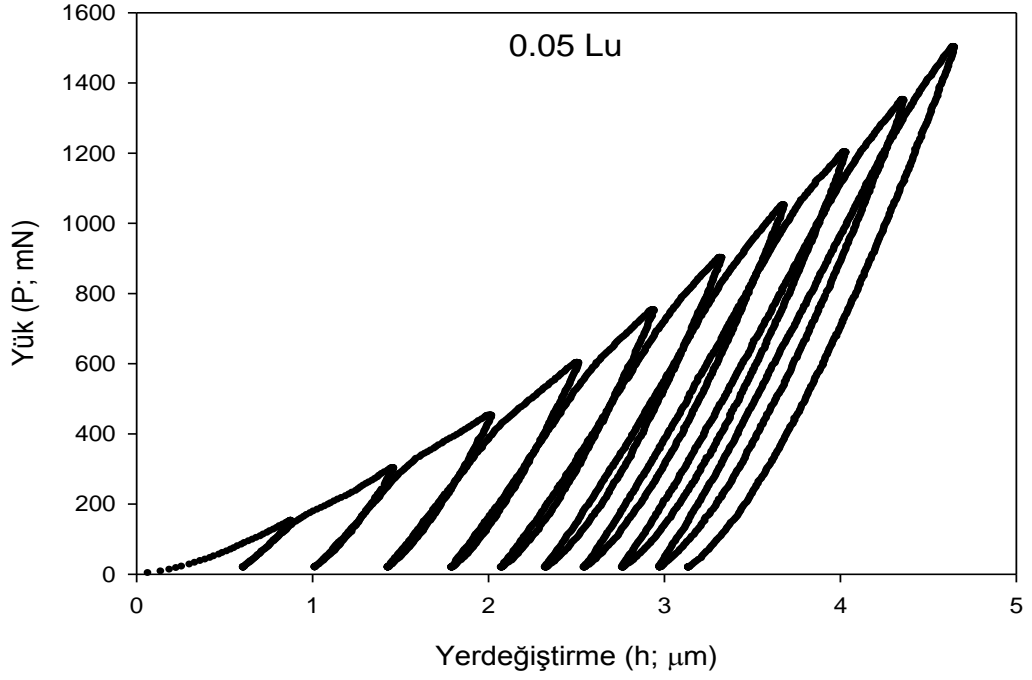


### 3.4. Yük-Yerdeğiřtirme Eđrilerinin Analizi

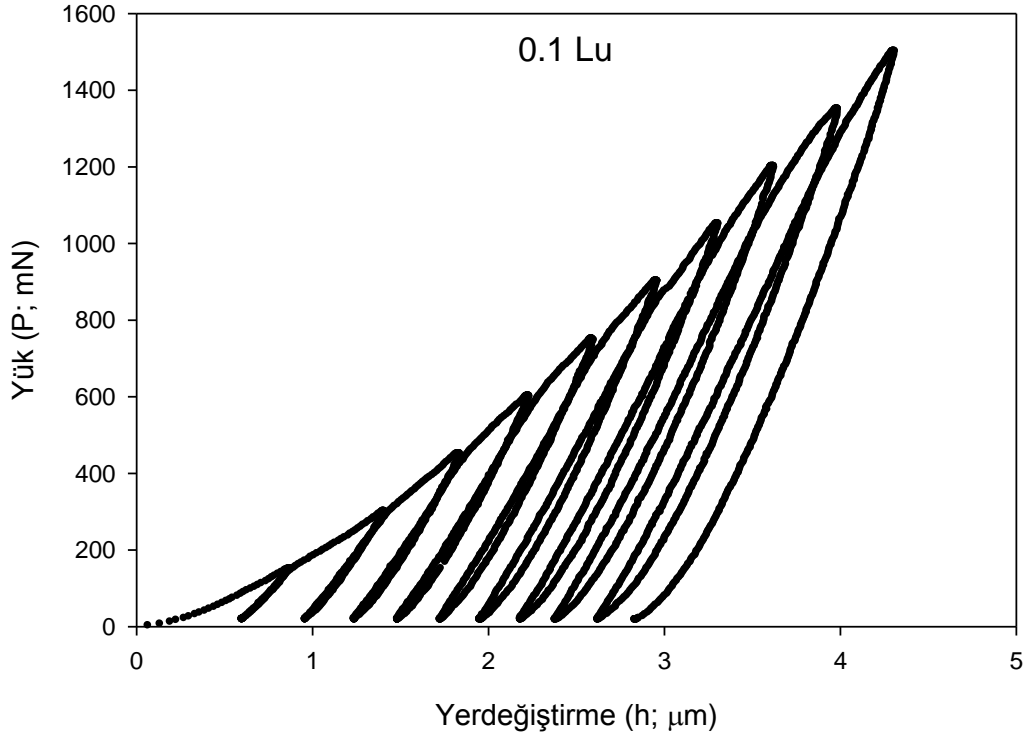
Farklı lütesyum katkısı ile üretilen  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunelere 150, 300, 450, 600, 750, 900, 1050 ve 1200 mN'luk kuvvetler uygulanarak elde edilen yük-yerdeğiřtirme eđrileri sırasıyla Őekil 3.9-3.10-3.11-3.12-3.13'de verilmiřtir. Eđrilerden görüldüğü gibi malzemeler elasto-plastik davranıř göstermektedir. Diđer yandan, farklı maksimum pik yükleri altındaki yükleme eđrilerinin üst üste gelme karakterlerinden dolayı, deneysel tek bir eđri řeklinde fit edilebileceđi görülmektedir.



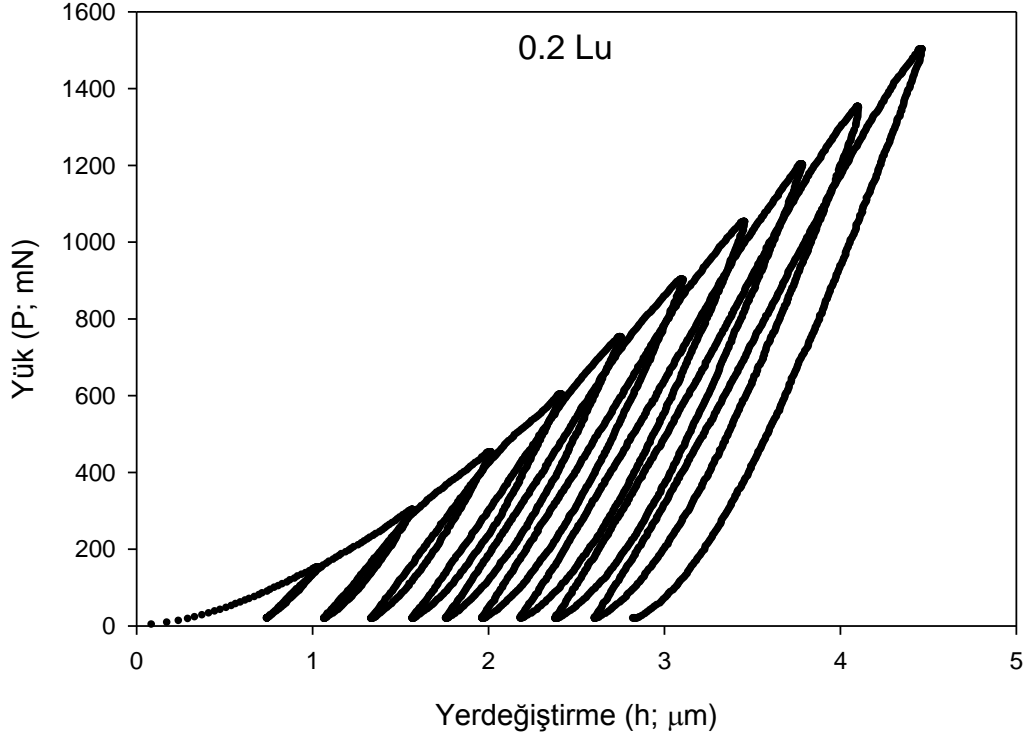
Őekil 3. 9. Katkısız  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  numunesinin yük-yerdeğiřtirme eđrisi.



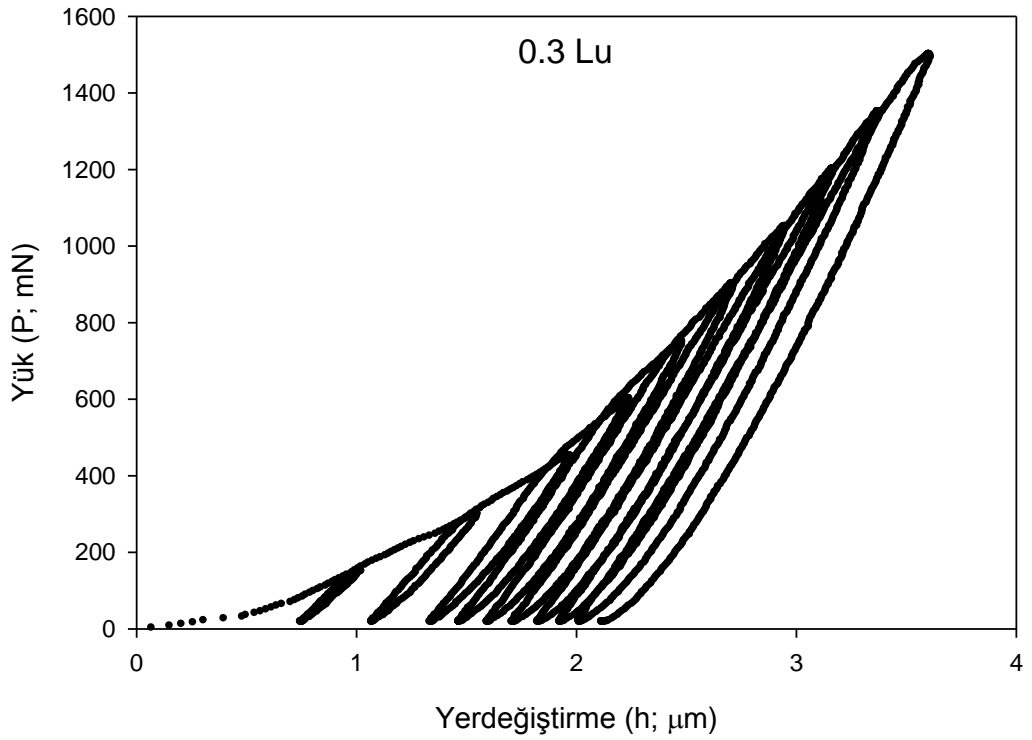
Şekil 3. 10.  $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi



Şekil 3. 11. Lu değeri  $x = 0,1$  olan  $Y_{0,9}Lu_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşiğinin yük-yerdeğiştirme eğrisi.

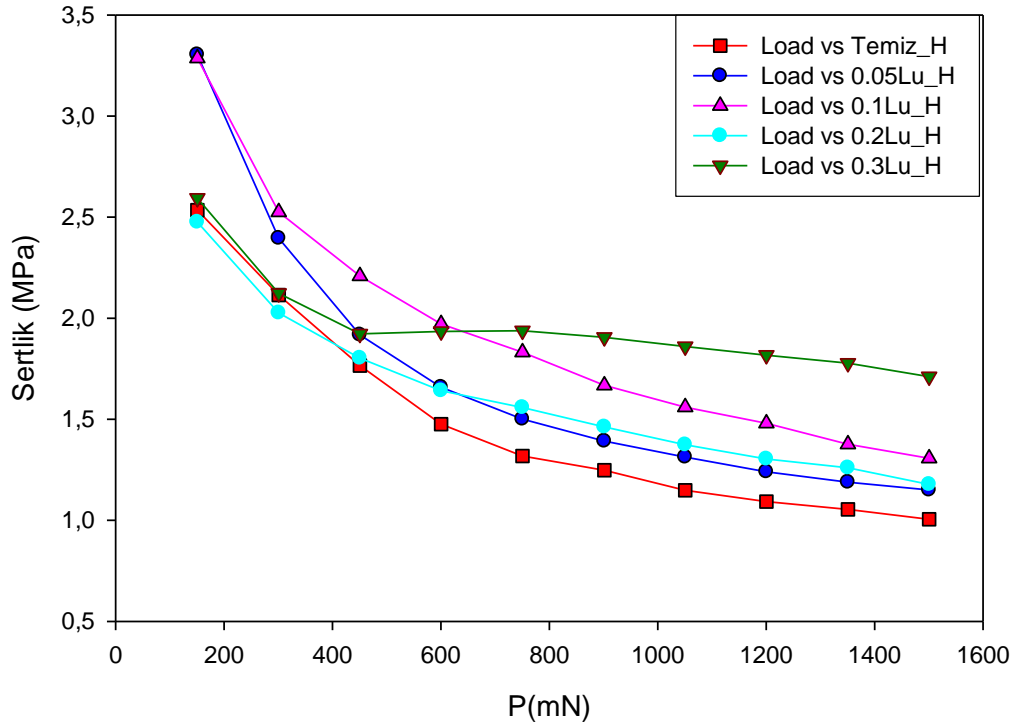


Şekil 3. 12.  $Y_{0.8}Lu_{0.2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi.



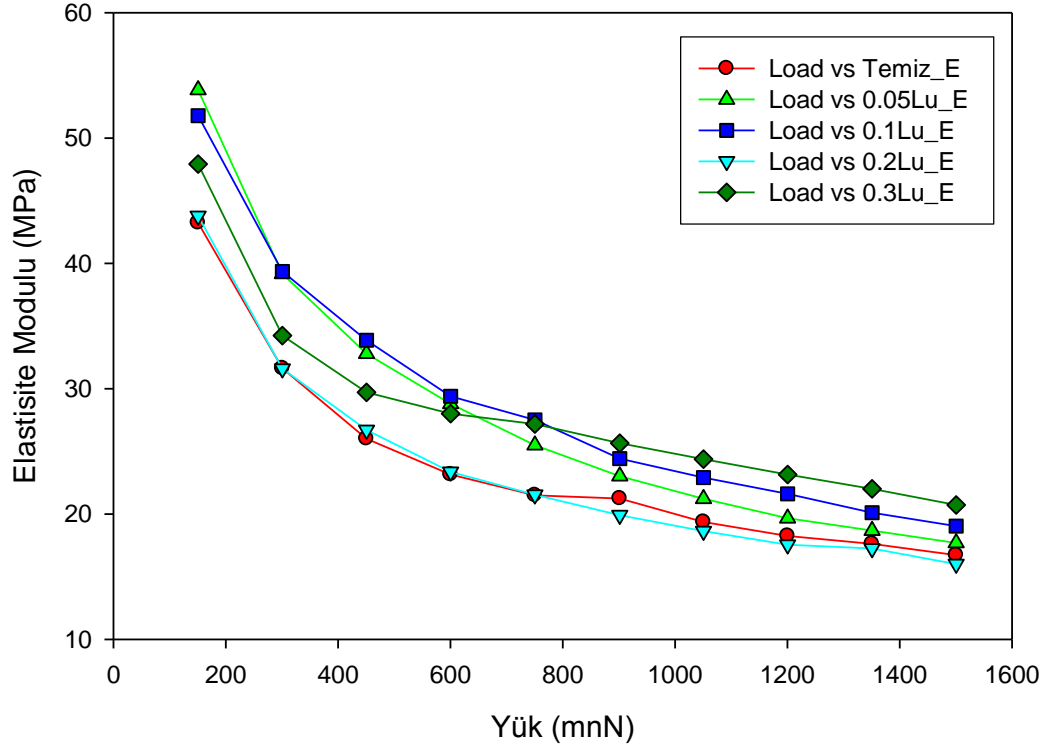
Şekil 3. 13. 0.3 Lu katkılı YBCO süperiletkeninin Yük-yerdeğiştirme eğrisi

Şekil 3.14’de yaklaşık olarak 1000mN’a kadar uygulanan yükün artmasıyla beraber nanosertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı ve daha sonraki yüklerde doyuma ulaşma eğiliminde içinde olduğu görülmektedir. Lineer olmayan bu davranış biçimi literatürde YBaCuO, BiSrCaCuO ve MgB<sub>2</sub> süperiletken malzemeleri içinde gözlenmiştir. Özellikle küçük yük bölgesi incelendiğinde yüksek sertlik değerlerinin görünmesi yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin oksitlenmeye karşı çok duyarlı oluşundan ileri gelmektedir. Daha sonra daha yüksek yüklerde oluşan izlerde meydana gelen yer değiştirmelerde sertlik değerleri bir azalma gösterip sonra ise belli bir yük değerinde düzlüğe ulaşır. Buda daha derinlere doğru gidildikçe ana yapıya ulaşıldığının bir göstergesidir. Bu olay genel olarak literatürden de çok iyi bilinen Çentik Boyut Etkisi (ÇBE) davranışına karşılık gelmektedir. Diğer bir yandan, Quin ve Quin (1997) değişik seramik malzemeler için çentme yükü ile Vickers mikro sertliğin değişimini incelemişlerdir. Bu araştırmacılar sertlik yük değişim eğrilerinde sertliğin sabitleştiği açık bir plato geçiş bölgesi gözlemişlerdir. Bu bölgeye karşılık gelen sertlik değerini ise malzemenin gerçek sertliği ile ilişkilendirmişlerdir. Bu çalışmada sertlik değerinin yaklaşık olarak 1000mN civarlarında platoya ulaştığı söylenebilir.



Şekil 3. 14. Sertliğin yüke bağlı değişimi

Mekaniksel özellikler bakımından diğer bir önemli parametrede Elastisite modülüdür. Genelde literatürden de bilindiği üzere Elastisite modülü ile sertlik benzer davranış sergiler. Şekil 3.15’de de görüldüğü gibi Elastisite modülü yükün artması ile birlikte azalmaktadır.



Şekil 3. 15. Elastisite Modülünün yüke bağlı davranışı

<b>Temiz</b>	<b>0.05 Lu</b>	<b>0.1 Lu</b>	<b>0.2 Lu</b>	<b>0.3 Lu</b>
0,7069	0,6932	0,6827	0,7173	0,7294
0,6657	0,6942	0,6792	0,6793	0,6899
0,6605	0,7076	0,6739	0,6626	0,6766
0,6813	0,7120	0,6647	0,6489	0,6547
0,6932	0,7057	0,6671	0,6383	0,6435
0,7063	0,6977	0,6586	0,6328	0,6285
0,7034	0,6906	0,6595	0,6314	0,6186
0,7008	0,6848	0,6573	0,6285	0,6074
0,7010	0,6819	0,6578	0,6348	0,5962
0,6995	0,6749	0,6568	0,6321	0,5871

**Tablo 1.**  $h_{son}/h_{maks}$  oranları

<b>Temiz</b>	<b>0.05 Lu</b>	<b>0.1 Lu</b>	<b>0.2 Lu</b>	<b>0.3 Lu</b>
0,2979	0,2704	0,2783	0,2930	0,2765
0,5103	0,4474	0,4523	0,5048	0,4803
0,6915	0,5908	0,5994	0,6812	0,6384
0,8313	0,7245	0,7483	0,8496	0,7727
0,9546	0,8661	0,8630	0,9973	0,8844
1,0394	1,0065	1,0107	1,1414	1,0089
1,1786	1,1395	1,1261	1,2750	1,1249
1,3007	1,2714	1,2415	1,4075	1,2433
1,4038	1,3873	1,3641	1,4990	1,3623
1,5210	1,5118	1,4789	1,6437	1,4886

**Tablo 2.**  $h_{maks}-h_{son}$  değerleri

#### 4. SONUÇ

$Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşiğine farklı miktarlarda Lutesyum katkısı yaparak ürettiğimiz numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu ile yüzey incelemeleri yapıldı. Yapılan katkılamaaların numunelerin yapısal ve elektriksel özelliklerine etkisi incelendi. Yer değiştirme analizleri ile lutesyum katkısının, malzemenin nano-mekaniksel özelliklerine etkisi incelendi.

Oksijen ortamında  $950^\circ C$ 'de 25 saat tavlansarak üretilen  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken numunesinin kritik geçiş sıcaklığı 93 K olarak ölçüldü ve 3K kadar dar bir sıcaklık aralığında süperiletken hale geçmektedir.

$x=0,2$  alınarak üretilen  $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşiğinin kritik geçiş sıcaklığı 95,8K olarak ölçüldü. Yani, bu miktardaki Lu katkısı  $T_c$  değerini yaklaşık olarak 3K kadar artırmaktadır.

Düşük miktarlardaki ( $x=0,05$ ) Lutesyum katkısı kritik geçiş sıcaklığını hissedilir şekilde değiştirmezken katkı miktarı  $x=0,2$  değerine ulaştığında  $T_c$  değeri yaklaşık 3K kadar artmaktadır.

Üretilen numunelerde ortalama tane büyüklüklerinin  $10 \mu m$ 'nin üzerinde olduğu görülmektedir.  $X=0,05$  katkısında tane boyutunun bir miktar arttığı gözlenmiştir. Nispeten oldukça iri taneler arasındaki bölgelerde ise birbirlerine zayıf bir şekilde temas eden çok daha küçük tanecikler kendisini hissettirmektedir.  $x=0,1$  katkılı numune de diğer numunelere göre ortalama tane boylarının küçüldüğü ve tanelerin birbirlerine çok daha iyi temas ettiği gözlenmiştir.  $x=0,2$  katkısında ise oldukça iri taneler olduğu anlaşılmıştır.

$X=0,3$  katkılı numunenin ortalama tane büyüklüğünün lutesyum değeri  $x=0,2$  olan numuneninkinden bir miktar küçük, fakat  $x=0,1$  değerindeki numuneninkinden ise daha büyük olduğu görülmüştür. Taneler arasında hissedilir boşluklar olmamasına karşın numunenin küçük boyutlu ve çok taneli oluşunun, taneler arası elektriksel teması bir miktar azaltacağı tahmin edilmektedir.

Farklı lutesyum katkısı ile üretilen süperiletken numunelere 150, 300, 450, 600, 750, 900, 1050 ve 1200 mN'luk kuvvetler uygulayarak yük değıştirme eğrileri elde edilmiştir. Eğrilerden malzemenin elasto-plastik davranış gösterdiğini söyleyebiliriz. 1000mN'a kadar uygulanan yükün artmasıyla beraber nanosertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı ve daha sonraki yüklerde doyuma ulaşma eğiliminde olduğu görülmektedir.

Malzeme üzerine uygulanan yükün artmasıyla birlikte malzemenin sertlik ve elastite modülünde azalma görülmüştür.



## ÖZGEÇMİŞ

**Adı:** Cemile Cevher

**Soyadı:** YAĞŞI

**Doğum Tarihi:** 26.10.1987

**Doğum Yeri:** Elmadağ/Ankara

Okuduğu Okullar	DÖNEM	BÖLÜM
<b>Lise:</b> Elmadağ Lisesi	2000-2003	Sayısal
<b>Lisans:</b> Kırıkkale Üniversitesi	2003-2008	Fizik
<b>Yüksek Lisans:</b> Kırıkkale Üniversitesi	2008-2011	Katıhal Fiziği

## KAYNAKÇA

1. R. Zan,  $\text{Bi}_{2-x}\text{Tb}_x\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_y$  süperiletken malzemesine Tb katkısının etkileri. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana, (2006)
2. H. K. Onnes, Leiden Comm, 124, 120, 121 (1911)
3. C. W. Chu, J. Bechtold, L. Gao, P. H. Hor, Z. J. Huan, R. L. Meng, Y. Y. Sun, Wang ve Y.Y. Xue Superconducting Up To 114 K In the Bi-Al-Ca-Sr-Cu-O Compound System Without Rare-Earth Elements, Phys. Rev. Lett. 60, 941, (1998)
4. İ. Avcı, Yüksek Sıcaklık Süperiletken YBCO İnce Filmlerin Hazırlanması ve Josephson Kavşaklarının Elde Edilmesi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, (2002)
5. R. A. Serway, Physics For Scientists & Engineers, Third Edition, Part: 44.2, p1291.,(1996)
6. W. Meissner and R. Ochsenfeld, Naturwissenschaften, 21, 787 (1933)
7. B. David Josephson, Phys. Letters 1, 251 (1962)
8. J. G. Bednorz and K. A. Müller, Z. Phys. B64, 189 (1986)
9. O. Uzun, T. Karaaslan, M. Gogebakan, M. Keskin, 2004. Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8-16 wt.%Si Alloys, J. Alloys and Compd. 376, 149-157.
10. Charles P. Poole, Jr (Kitabın adı: Handbook of superconductivity, 2000, Academic Press Sayfa no: 569-624)
11. J. Gong, H. Miao, Z. Zhao, Z. Guan, 2001. Mater. Sci. Eng. 303 179-186.
12. O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, B. Duzgun, N. Ucar, 2005. Indentation size effect and microhardness study of  $\beta$ -Sn single crystals, Chin. Phys. Lett. 22, 3137-3140.
13. W. C. Oliver, G. M. Pharr, 1992. J. Mater. Res. 7, 1564-1583
14. Z. Peng, J. Gong, H. Miao, 2004. J. Eur. Ceram. Soc. 24, 2193-2201
15. A. A. Elmustafa, D. S. Stone, 2003. Journal of the mechanics and Physics of solids 51 357-381.
16. O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, N. Ucar, 2006.

17. B.Kaur, M.Bhat, F. Licci, R. Kumar, , P. N. Kotru, K. K. Bamzai, ,2004. Nucl. Instr. and Meth. In Phys. Res. 222 175-186.
18. O. Uzun, T. Karaaslan, M. Keskin 2003. Hardness evaluation of Al- 12 Si0.5Sb melt spun ribbons, J. Alloys and Compd. 358, 104-111.
19. E. Martinez, J.Romera, A. Lousa, J. Esteve , 2003. Appl. Phys. A. 77 ,419-426.
20. J.Sun, L. F. Francis , W. W.Gerberich, 2005. Polymer Engineering and Science 207-216.
21. B. W.Mott, 1956. Microindentation Hardness Testing. (London, Butterworths Scientefic) pp. 101-139.)
22. H.Bückle, in: J. H. Westbrook, , (Eds.)Conrad, H. , 1973. The Science of Hardness Testing and its Research Application, ASME, Metals Park, OH, pp. 199.
23. C. Hays, E. G. Kendall, 1973. Metall. 6 275-282
24. P. M. Sargent, 1986. Use of the indentation Size Effect on Microhardness for Materials Chracterization, ASTM STP 889 Philadephia, PA: American Society for Testing materials, pp. 160-174.
25. S. J.Bull, T. F. Page, E. H. Yoffe, 1989. Phil. Mag. Lett. 59 281-288.
26. G. P. Upit, S. A.Varchenya , in : J. H. Westbrook, 1973. H. Conrad (Eds.), The Science of Hardness Testing and Its Research Applications, ASME, Metal Park, OH, pp.135.
27. Q.Ma , D. R.Clarke , J. Mater , 1995. Res. 10, 853-863.
28. H. Li, Y. H.Han, R. C. Bradt, J. Mater, 1994. Sci. 29 (1994) 5641-5645
29. J.Gong, H.Miao, ZZhao, ZGuan, 2001. Load-dependence of measured hardness of Ti(C,N) based cermets, Mater. Sci. Eng. 303, 179-186.
30. A. A.Elmustafa , D. S. Stone , 2003. Journal of the mechanics and Physics of solids 51 357-381.
31. K. Sangwall, B. Surowska , P. Blaziak , 2002, Mater. Chem. Phys. 77 , 511-520
32. J. Akimitsu, Superconductivity Of Metallic Boron In MgB<sub>2</sub> Phys. Rev. Lett. 86, 4656 (2001)

33. E. Kışçam, BiPbSrCaCuO Seramik Süperiletkenlerde Onset Sıcaklığının Katkı Oranlarına Göre Değişimi. Yüksek Lisans Tezi. Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, (2005)
34. M. E. Yakıncı, Thick Film Glass – Ceramic Superconductors Fabrication, Phd Thesis, University of Warwick, (1992) O. Uzun, T. Karaaslan, M. Keskin, (2003). Hardness evaluation of Al-12 Si 0,5 Sb melt spun ribbons, J. Allays and compd. 358, 104-111.
35. H. Boğaz, Bi<sub>1,6</sub>Pb<sub>0,4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2-x</sub>Sm<sub>x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> (x=0,0 ve 1,0) Süperiletkenlerin Elektriksel Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi, Ankara, (2006)
36. R. Hampshie, J. Suttan, and M. T. Taylor, Superconductors Critical Flux Density and Magnnetical Effects, Web 02: <http://teachers.web.cern.ch/teachers/>, (2003)
37. C. Deniz, M. Tepe ve D. Abukay, II. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu, 23: 106–108 (2001)
38. N. Doğan, YBCO(123) Sisteminin Co / Mo Katkılı Kalın Film Üretimi ve Genel Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. İnönü Üniversitesi, Malatya, (2005)
39. C. P. Bean, Magnetizasyon Of Hard Superconductors, Phys. Rev. Let. 8, 250 (1962)
40. A. C. Rose-Innes, and E. H. Rhoderick, Introduction To Superconductivity Second Edition, p19, Chapter: 2.21, Pergamon Press, 1978.
41. H. Okuyucu, Yiterbiyum-Baryum-Bakır Oksit Süperiletken Şeritlerin Sol-Jel Metodu ile Üretimi ve Karakterizasyonu. Doktora Tezi. Gazi Üniversitesi, Ankara, (2002) Ö. Bağ, Sezyum Katkılı Yitrium 1 Baryum 2 Bakır 3 Oksijen 7 Süperiletkenlerinin Bazı Fiziksel ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, (2006)
42. K. Çolakoğlu, Serway Fizik Üçüncü Baskı, Palme Yayıncılık, Bölüm: 44.7, 1305s, Şekil 44.13, Ankara, (1996)
43. T. N. Durlu, Katıhal Fiziğine Giriş Üçüncü Baskı, s235–236, Bilim Yayınları, Ankara, (1996)

44. J. H. Gong, J. J. Wu, Z. D. Guan, 1999. Examination of the indentation size effect in low loads Vickers hardness testing of ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* 19, 2625-2631.
- J. Gong, H. Miao, Z. Zhao, Z. Guan, 2001. Load-dependence of measured hardness of Ti(C,N) based cermets, *Mater. Sci. Eng.* 303, 179-186.
- J. Gong, H. Miao, Z. Zhao, Z. Guan, 2001. *Mater. Sci. Eng.* 303 179-186.
45. O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, N. Ucar, 2006.
46. O. Uzun, U. Kölemen, S. Çelebi, N. Güçlü, 2005. Modulus and hardness of polycrystalline Superconductors by dynamic microindentation technique. *J. Eur. Ceram. Soc.* 25, 969-977.
47. B. W. Mott, 1956. *Microindentation Hardness Testing.* (London, Butterworths Scientific) pp. 101-139.
48. H. Bückle, in: Westbrook, J. H., Conrad (Eds.), H., 1973. *The Science of Hardness Testing and its Research Application*, ASME, Metals Park, OH, pp. 199.
49. C. Hays, E. G. Kendall, 1973. *Metall.* 6 275-282.
50. S. J. Bull, T. F. Page, E. H. Yoffe, 1989. *Phil. Mag. Lett.* 59 281-288.
51. H. Li, Y. H. Han, R. C. Bradt, *J. Mater.*, 1994. *Sci.* 29 (1994) 5641-5645
52. M. Yılmazlar, Elektrodifüzyon Yoluyla Ag Katkısının  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2,3}\text{Cu}_{3,3}\text{O}_{10}$  (2223) Süperiletkenlerin Yapısal Özellikleri Üzerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi. K.T.Ü., Trabzon, (1997)
53. Web 01: <http://www.superconductors.org>
54. B. Özkurt, Nd ve Gd Katkılı BSCCO Cam Seramik Süperiletken Sisteminin Fiziksel ve İletim Özellikleri. Doktora Tezi. Çukurova Üniversitesi, Adana, (2007)
55. M. Koçan, Şakiroğlu, K. Kocabaş, İ. Ercan, II. Ulusal Yüksek Süperiletkenler Sempozyumu, 14, 67-71 (2001)
56. A. Şentürk, Investigation Of Current-Voltage Properties Of YBCO and BSCCO Superconductors. Doktora Tezi. Hacettepe Üniversitesi, Ankara, 2006.

57. M. Murakami, T. Oyama, H. Fujimoto, S. Gotoh, K. Yamaguchi, Y. Shiohara, N. Koshizvaka, and S. Tanaka, Melt Processing Of Bulk High Tc Superconductors and Their Aplication, IEEE Trans. Mag.,27,2, 1479-1486 (1991)
58. A. Ateş,  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Süperiletkenlerin “Eritme-Hızlı Soğutma-Büyütme” Metodu ile Üretilmesi, Yapısal ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, (1998)
59. M. Kartal Yitriyum (1) Baryum(2-x) M(x) Bakır(3) Oksijen(7-y) (M= Lityum Sezyum ve Bor) Süperiletken bileşiğinin bazı fiziksel ve yapısal özelliklerinin araştırılması. Yüksek Lisan Tezi Kırıkkale Üniversitesi Kırıkkale 2009
60. S. Nezir, Amonyum Nitrat Yöntemiyle Hazırlanmış Yüksek Sıcaklık Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Süperiletken Bileşiklerin Bazı Elektriksel, Yapısal ve Magnetik Özellikleri. Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, (1996)
61. E. Yanmaz,  $MgB_2$  Nano Parçacık Üretimi, Süperiletkenliğin Temel Prensipleri, Teorileri ve Teknolojik Uygulama Alanları Kış Okulu, Antalya, (2009)
62. D. Sing, Ceramic Superconductors Developments and Prospects, Ceramics, p741–745, (1998)
63. J. H. Kase, S. Sakka, K. Kamiya, K. Makita and Y. Yamomoto, J. Non-Cryst. Solids 63, 223 (1990)
64. B. Özkurt, Nd ve Gd Katkılı BSCCO Cam Seramik Süperiletken Sisteminin Fiziksel ve İletim Özellikleri. Doktora Tezi. Çukurova Üniversitesi, Adana, (2007)

## ÖZET

### İTRİYUM(1-X) LUTESYUM(X) BARYUM(2) BAKIR(3) OKSİJEN(7-δ) SÜPERİLETKEN SİSTEMİNE LUTESYUMUN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

YAĞŞI, Cemile Cevher

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Saffet NEZİR

Mayıs 2011, 81 sayfa

Bu çalışmada,  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  süperiletken bileşikleri, x yerine farklı miktarlarda Lutesyum (Lu) katılarak üretildi. Üretilen numunelerin elektriksel özdirençleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri sertlik ve elastite modülü ölçümleri yapılarak incelendi.

Katkısız olarak üretilen numune için kritik geçiş sıcaklık değeri ( $T_c=93$  K) olarak ölçüldü. Yapılan katkılamalara bağlı olarak bu değer artarak x=0,2 katkısı için kritik geçiş sıcaklığı ( $T_c=95,8$  K) olarak belirlendi.

Sertlik ve elastite ölçümlerine göre incelendiğinde uygulanan yük arttıkça sertlik ve elastite modülünde azalma gözlemlendi. Bu azalma belli bir değerden sonra yaklaşık olarak sabit kalmaktadır.

Anahtar Kelimeler: YBCO, Süperiletkenliğin Özellikleri, Sertlik ve Elastite Modülü, SEM, Elektriksel Özdirenç

## ABSTRACT

RESEARCH OF THE EFFECTS OF LUTESYUM İN SUPERCONDUCTİVE  
SYSTEM  
İTRİYUM(1-X) LUTESYUM(X) BARİUM(2) COPPER(3) OXYGEN(7- $\delta$ )

YAĞŞI, Cemile Cevher

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, M.Sc. Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Saffet NEZİR

May 2011, 81 pages

In this study,  $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  superconductive compounds were produced by replacing x with different amounts of Lutesyum. For these samples electrical resistivity and elastisite modul measurements were performed, in additon, SEM investigation of the samples were also performed.

Critical temperature value for the sample, which was produced without dopping measured as ( $T_c=93$  K). The results showthat this value is depend on the amount of dopping and critical temperature became ( $T_c=95,8$  K) for  $x=0,2$  measurements of hardness and elastite module show that applied bad results in decreasing in hardness and elastite module in creasing. This decreasing become nearly constant after a specific value.

Key Words:YBCO,Properties of superconductivity,elastisite modul measurements,SEM, electrical resistivity



## TEŐEKKÜR

Bu tezin hazırlanmasında yardımlarımı esirgemeyen ve her konuda bana büyük destek olan tez danışman hocam sayın Prof. Dr. Saffet NEZİR'e, tez çalışmalarım esnasında, laboratuvar imkanlarını sonuna kadar kullanılmasına izin veren sayın Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN'e, Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU'na, çalışmalarımnda bilimsel desteklerini esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ'e bana her konuda yardımcı olan, destek veren aileme ve tez yazımında çok yardım eden nişanlım Adil ÖZTEKİN'e teşekkür ederim.

# İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGE VE TABLO.....	ix
SİMGELER DİZİNİ.....	x
KISALTMALAR DİZİNİ.....	xi
1. GİRİŞ .....	1
1.1. Kaynak Özetleri .....	1
1.2. Süperiletkenliğin Keşfi .....	8
1.3. Tarihsel Gelişme .....	10
1.4. Süperiletkenlerin Bazı Temel Özellikleri .....	14
1.4.1. Sıfır Direnç ve Geçiş Sıcaklığı.....	15
1.4.2. Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	16
1.4.3. Kritik Akım Yoğunluğu ( $J_c$ ).....	19
1.4.4. Meissner Etkisi.....	20
1.4.5. Süperiletkenliğin Mikroskobik Modeli (BCS).....	22
1.4.6. Mekaniksel Özellikler.....	24
1.4.7. Çentici Tipleri .....	26
1.4.8. ISE Davranışı ve Sebepleri .....	33
1.4.9. Derinlik Duyarlı Çentme .....	34
1.4.10. Yığılma (Pile-Up) ve Çökme ( Sink-in) Davranışları .....	37
1.4.11. Ölçüm Sonuçlarının Değerlendirildiği Metot .....	38
1.5. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	39
1.5.1. Giriş .....	39
1.5.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri .....	40
1.5.3. YBCO'nun Kristal Yapısı.....	41
1.5.4. $YBa_2CuO_7$ Bileşiğinin Faz Diyagramı.....	42

1.5.5. YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> Bileşiminin Kristal Yapısı .....	44
2. MATERYAL VE YÖNTEM .....	46
2.1. Giriş .....	46
2.2. Deneysel Çalışmalar .....	49
2.2.1 YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub> Bileşiminin hazırlanması. ....	49
2.2.2. Lutesyum Katkısı İçin Uygulanan Isıl İşlemler .....	50
2.2.3. Presleme İşlemi .....	50
2.2.4. Tavlama İşlemi .....	52
2.2.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Çalışmaları .....	53
2.2.6. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri.....	54
2.2.7. Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması .....	56
2.3. Malzemelerin Mekaniksel Özelliklerin incelenmesi.....	57
2.3.1. Yükleme Metodu.....	57
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	60
3.1. Giriş .....	60
3.2. Elektriksel Özdirenç Ölçümleri .....	60
3.3. SEM İle İnceleme.....	62
3.4. Yük-Yerdeğiştirme Eğrilerinin Analizi.....	68
4. SONUÇ .....	74
ÖZGEÇMİŞ .....	76
KAYNAKÇA .....	77

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. 1. Cıva’da kritik sıcaklık ile direncin değişimi[3]. .....	9
Şekil 1. 2. Çok iyi iletken olan gümüş ile süperiletkenlik gösteren kalayın öz direncinin, sıcaklıkla değişimi [Ku,1987]. .....	9
Şekil 1. 3. Süperiletkenlerin keşif tarihleri ve kritik geçiş sıcaklıkları, düz çizgiler birinci tip süperiletkenleri, kesikli çizgiler ise ikinci tip süperiletkenleri temsil etmektedir[33]. .....	14
Şekil 1. 4. Sürekli akım şekil diyagramı[59]. .....	16
Şekil 1. 5. Sıcaklık ile kritik manyetik alanın (a) I. tip süperiletkenlerde ve (b) II. tip süperiletkenlerdeki değişimi.....	17
Şekil 1. 6. Meissner Etkisiyle havada kalan mıknatıs[40]. .....	21
Şekil 1. 7. Negatif yüklü bir atom, süperiletken kafesindeki pozitif yüklenmiş iki iyon arasından geçerken iyonlar içe çekilir. Kafes yapısındaki bu bozunma bu bölgede pozitif yük artmasına ve bu bölgenin negatif yüklü elektronlar için bir çekim uygulamasına sebep olur[42]. .....	22
Şekil 1. 8. Farklı geometrilere sahip çentme uçları; (a) Brinell çentici, (b) Küresel Çentici, (c) Vickers çentici, (d) Berkovich Çentici .....	28
Şekil 1. 9. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi .....	33
Şekil 1. 10. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi .....	35
Şekil 1. 11.Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri a) İdeal elastik b) Elastoplastik c) Katı plastik numune .....	36
Şekil 1. 12. Pile up ( yığılma) ve sink-in (çökme) davranışının şematik gösterimi ..	37
Şekil 1. 13. YBCO’nun Kristal Yapısı.....	42
Şekil 1. 14. Y-Ba-Cu-O sisteminin ikili faz diyagramı[57]. .....	43
Şekil 2. 1. Toz karışımın kalsinasyon işlemi.....	50
Şekil 2. 2. Kalıplanmış numuneler .....	51
Şekil 2. 3. Kalıp .....	51
Şekil 2. 4. Press.....	52

Şekil 2. 5. Sinterleme işlemi grafiği .....	53
Şekil 2. 6. Protherm marka silindirik bir fırın .....	53
Şekil 2. 7. Standart dört nokta yöntemine göre (a) numunelere yapılan kontaklar ve (b) parametrelerin şematik gösterimi .....	54
Şekil 2. 8. Özdirenç ölçümlerinin yapıldığı Cryogenic marka sıvı helyum kriyostat sisteminin fotoğrafı .....	55
Şekil 2. 9. Standart dört-nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği .....	55
Şekil 2. 10. Dinamik ultra mikrosertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201) .....	57
Şekil 2. 11. Yükleme Prensibinin Şematik Gösterimi. ....	58
Şekil 2. 12. Test yükü üretim ünitesinin şematik gösterimi. ....	59
Şekil 3. 1. 950°C’de 25 saat tavlanan $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi. ....	61
Şekil 3. 2. 950°C’de 25 saat tavlanan $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunenin direncinin sıcaklığa bağlı değişimi. ....	61
Şekil 3. 3. Farklı miktarlarda lütesyum katılan $Y_{1-x}Lu_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunelerin 105 K’de normalize edilen dirençlerinin sıcaklıkla değişimi. ....	62
Şekil 3. 4. Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin 1000 kez büyütme ile (üstte) ve 2500 kez büyütme ile (altta) elde edilen görüntüleri. ....	63
Şekil 3. 5. Lütesyum katkı miktarı $x = 0,05$ için $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü. ....	64
Şekil 3. 6. $Y_{0,9}Lu_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinin 1000 kez (üstte) ve 2500 kez (altta) büyütme ile elde edilen SEM fotoğrafları. ....	65
Şekil 3. 7. Lütesyum katkı miktarı $x = 0,2$ değeri için $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilmiş SEM görüntüsü. ....	66
Şekil 3. 8. Oksijen ortamında 950°C’de 25 saat tavlansarak üretilen $Y_{0,7}Lu_{0,3}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin 2500 kez büyütme ile elde edilen SEM görüntüsü. ....	67
Şekil 3. 9. Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi. ....	68
Şekil 3. 10. $Y_{0,95}Lu_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi	69
Şekil 3. 11. Lu değeri $x = 0,1$ olan $Y_{0,9}Lu_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğinin yük-yerdeğiştirme eğrisi. ....	69
Şekil 3. 12. $Y_{0,8}Lu_{0,2}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrisi. ....	70

Şekil 3. 13. 0.3 Lu katkılı YBCO süperiletkeninin Yük-yerdeğiřtirme eğrisi .....	70
Şekil 3. 14. Sertliđin yüke bađlı deđiřimi .....	71
Şekil 3. 15. Elastisite Modülünün yüke bađlı davranıřı.....	72

## ÇİZELGE VE TABLOLAR DİZİNİ

Çizelge 1. 1. Bazı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin geçiş sıcaklıkları, kristal yapıları, birim hücredeki $\text{CuO}_2$ sayıları (n) ve örgü parametreleri[35].	18
Çizelge 1. 2. Oksijen Miktarı ve Kritik Sıcaklıklar	44
Çizelge 2. 1. $\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğini hazırlamak için kimyasal bileşiklerin saflık dereceleri ve molekül ağırlıkları	49
Çizelge 2. 2. 8 gramlık $\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğini üretmek için kullanılan başlangıç karışım miktarları	49
Tablo 1. $h_{\text{son}}/h_{\text{maks}}$ oranları	73
Tablo 2. $h_{\text{maks}}-h_{\text{son}}$ değerleri	73

## SİMGELER DİZİNİ

A	Kontak yarıçapı
A	Yüzey alanı
$a, b, c$	Birim hücre örgü parametreleri
B	Manyetik alan
D	Çentcinin yarıçapı
E	Etkin yük
E	Elektrik alan
E	Etkin elastik modülü
F	Elektromanyetik kuvvet
H	Yer değiştirme
H	Sertlik
$H_c$	Kritik manyetik alan
$H_{c1}$	Alt kritik manyetik alan
$H_{c2}$	Üst kritik manyetik alan
$h, k, l$	Miller indisleri
$H_p$	Plastik derinlik
I	Kritik akım
$J_c$	Kritik akım yoğunluğu
$k_B$	Boltzman sabiti
$\ell$	İç kontaklar arası mesafe
L	Sıvı faz
P	Kontak basıncı
R	Çentici yarıçapı
T	Tesla
$T_c$	Kritik geçiş sıcaklığı
V	İç kontaklardan ölçülen gerilim
X	Oksijen konsantrasyonu
$\rho$	Özdirenç
Mo	Mobilite



## KISALTMALAR DİZİNİ

AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
Ag	Gümüş
Au	Altın
Ba	Baryum
BCS	Bardeen – Cooper – Shreffer
BHN	Brinel sertlik numarası
BSCCO	$\text{Bi(Pb)}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$
Co	Kobalt
Cr	Krom
Cu	Bakır
ÇBE	Çentik Boyut Etkisi
DDM	Derinlik duyarlı mikrosertlik
EMK	Elektromanyetik kuvvet
Fe	Demir
IBM	International Business Machines Corporation
ISE	Çentik boyu etkisi
K	Potasyum
Li	Lityum
$\text{MgB}_2$	Magnezyum di Bor
Mn	Mangan
Ni	Nikel
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
Rb	Rubidyum
RISE	Ters çentik boyu etkisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
TBCCO	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{12}\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{2n+2}$
VDH	Vickers elmas sertliği
VH	Vickers sertliği
YBCO	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$
YSS	Yüksek sıcaklık süpekiletkenleri

**T.C.  
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FİZİK ANABİLİM DALI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**İTRİYUM (1-X ) LUTESYUM (X) BARYUM(2) BAKIR(3) OKSİJEN(7-δ)  
SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN BAZI FİZİKSEL, YAPISAL VE MEKANİK  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**CEMİLE CEVHER YAĞŞI**

**MAYIS 2011**

