

KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ SÜPERİLETKEN SİSTEMİNE
LUTESYUM'UN ETKİSİNİN
ARAŞTIRILMASI

MUSTAFA BURAK TÜRKÖZ

OCAK 2011

ÖZET

YBa₂Cu₃O_{7- δ} SÜPERİLETKEN SİSTEMİNE LUTESYUM'UN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

TÜRKÖZ, Mustafa Burak

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Saffet NEZİR

Ocak 2011, 105 sayfa

Bu çalışmada, (Y_{1-x}Lu_x)Ba₂Cu₃O_{7- δ} süperiletken bileşikler x yerine farklı miktarlarda Lutesyum (Lu) katılarak üretildi. Üretilen numunelerin elektriksel özdirençleri, kritik akım yoğunlukları, manyetik alınganlıkları ölçüldü. X-ışını kırınımı desenleri (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve Enerji Ayırma Spektrometresi (EDS) sonuçları incelendi.

Katkısız olarak üretilen numune için kritik geçiş sıcaklık değeri ($T_C=92$ K) ve kritik akım yoğunluğu ($J_C=150$ A/cm²) olarak ölçüldü. Yapılan katkılamalara bağlı olarak bu sonuçlar giderek azaldı ve Lu'un $x=0,9$ değeri için $T_C=50$ K ve $J_C=40$ A/cm² olarak belirlendi.

XRD desenlerinin karşılaştırılması sonucunda katkı miktarının artışı ile karakteristik piklerinin tepe değerlerinin küçük açılara doğru kaydığı gözlemlendi. Böylece düzlemler arası mesafenin arttığı sonucuna varıldı. XRD desenleri incelendiğinde ağırlıklı fazın Y123 olduğu ve az da olsa Y211 fazının olduğu görüldü. Ayrıca XRD desenlerinden

örgü parametreleri ve birim hücre hacimleri hesaplandı. Katkı oranındaki artışla örgü parametrelerinin ve birim hücre hacminin arttığı anlaşıldı.

Numunelerin AC manyetik alınganlık ölçümleri, sabit 1 kHz'lik frekansa 350, 700, 1050 ve 1400 A/m'lik manyetik alanlarda yapıldı. Uygulanan manyetik alanın şiddetinin artması ile T_p pik sıcaklıklarının düşük sıcaklık bölgesine doğru kaydığı gözlemlendi. Bu durum, yüksek sıcaklık süperiletken (YSS) bileşiklerde girdapların çivileme mekanizması ile ilişkili olan bilinen tipik bir davranıştır. Ayrıca, AC alınganlık ölçümlerinden T_C değerleri de elde edilmiş olup deneysel olarak bulunan değerlerle uyumlu olduğu görüldü. AC kayıpları büyük ölçüde Histeresiz kayıplarından kaynaklanmıştır.

EDS ölçümlerine göre, katkı miktarının artması ile Y miktarı azalırken Lu miktarının arttığı görüldü. Buna karşın Cu ve Ba'un miktarlarında beklenildiği gibi önemli bir değişiklik gözlenmedi.

Anahtar kelimeler: Süperiletken, YBCO, YSS, Lu Katkısı, Öz Direnç, Kritik Sıcaklık, Kritik Akım Yoğunluğu, Manyetik Alınganlık, SEM, EDS.

ABSTRACT

INVESTIGATION of the LUTETIUM's
EFFECT on the $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$
SUPERCONDUCTOR SYSTEM

TÜRKÖZ, Mustafa Burak
Kirikkale University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics, Ph. D. Thesis
Supervisor: Prof. Dr. Saffet NEZİR
January 2011, 105 pages

In this study, $(\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x)\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ superconductor compounds were synthesized with the addition Lu in the place of x in various amounts. Electrical resistivity, critical current density and magnetic susceptibility of the produced samples were measured. X-ray diffractometer (XRD) patterns, scanning electron microscope (SEM) images and energy dispersion spectrometer (EDS) results of the samples were examined.

Critical transition temperature value of $T_C = 92$ K and critical current density of $J_C = 150$ A/cm² were measured. These values were decreased depending on the amount of dopants. For the Lutetium (Lu) value of $x=0.9$, $T_C = 50$ K and $J_C = 40$ A/cm² values were determined, respectively.

When the amount of dopants was increased, a shift in peak values of characteristic peaks to the smaller angles was observed. Therefore, distances between the planes were increased. When XRD patterns were examined, main phase was Y123 with a small amount of Y211. Moreover, lattice parameters and unit cell volumes were calculated from the XRD patterns.

AC magnetic susceptibility measurements of the samples were carried out at a constant frequency of 1 kHz and the magnetic fields of 350, 700, 1050 and 1400 A/m, respectively. With an increase in applied magnetic intensity, a shift in peak temperatures of T_p to low temperature regions was observed. This situation is a known typical behaviour nailing mechanisms of vortexes in high temperature superconductor (HTS) compounds. Moreover, T_C values were observed from AC susceptibility measurements and a match between these values and experimental values was observed. AC losses were mostly resulted from Hysteresis losses.

According to EDS measurements, a simultaneous decrease in Y amount and increase in Lu amounts was observed with an increase in dopant amounts. On the contrary, not a major difference was observed in Cu and Ba amounts as expected.

Key Words: Superconductor, YBCO, HTS, Lu Doping, Resistivity, Critical Temperature, Critical Current Density, Magnetical Susceptibility, SEM, EDS.

KEVSER'e...

TEŞEKKÜR

Bu tezin hazırlanması esnasında hiçbir yardımı esirgemeyen ve bana büyük destek olan tez yöneticisi hocam Sayın Prof. Dr. Saffet NEZİR'e, tez çalışmalarım esnasında, laboratuvar imkanlarını sonuna kadar kullanmama izin veren Sayın Prof. Dr. Ali GENCER'e ve Sayın Doç. Dr. Cabir TERZİOĞLU'na, çalışmalarımda bilimsel desteklerini esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Zafer EVİS'e, ayrıca deneysel çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Yrd. Doç. Dr. Mustafa AKDOĞAN'a, Arş. Gör. Gürcan YILDIRIM'a, Arş. Gör. Hasan AĞIL'a, Ercan ERTEKİN'e, tezimin birçok aşamasında yardım gördüğüm Doç. Dr. Mustafa YILMAZLAR'a, Yrd. Doç. Dr. Muhammet IŞIKLAN'a, yardımlarını esirgemeyen bölüm başkanımız Prof. Dr. İhsan ULUER'e, bana birçok konuda olduğu gibi, tezimi hazırlamam esnasında da yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Serdar GÖZÜTOK, Arş. Gör. Dr. Emine ALDIRMAZ ve Mehmet KARTAL'a teşekkür ederim.

Bu doktora tezini, 2007/46 nolu “YBa₂Cu₃O_{7-δ} Süperiletken Sistemine Lutesyum'un Etkisinin Araştırılması” adlı projeyle destekleyen Kırıkkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
TEŞEKKÜR.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
SİMGELER İZİNİ.....	xiii
KISALTMALAR DİZİNİ.....	xv
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Kaynak Özetleri.....	2
1.1.1. YBCO Süperiletken Bileşiğinde İttriyum Bölgesine Yapılan Katkılamalar.....	2
1.2. Süperiletkenlik.....	7
1.3. Süperiletkenlerin Özellikleri.....	8
1.3.1. Kritik Sıcaklık ve Sıfır Direnç.....	8
1.3.2. Kritik Manyetik Alan	9
1.3.3. Kritik Akım Yoğunluğu.....	10
1.3.4. Meissner Etkisi.....	11
1.3.5. I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler.....	12
1.3.6. BCS Teorisi.....	16
1.3.7. Süperiletkenlerde Zayıf Bağlar.....	18
1.4. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Süperiletkenleri.....	19
1.4.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Süperiletken Bileşiklerinin Bazı Özellikleri.....	19
1.5. YBCO Bileşiğinin Faz Diyagramı.....	24
2. MATERYAL ve YÖNTEM.....	26
2.1. Deneysel Çalışmalar.....	26
2.1.1. Sinterleme İşlemi.....	29

2.1.2. Dört-Nokta Yöntemi ile Direnç Ölçümü.....	29
2.1.3. Elektriksel Özdirenç.....	31
2.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	31
2.1.5. X-Işını Kırınımı (XRD).....	32
2.1.6. Kritik Akım Yoğunluğu.....	33
2.1.7. Enerji Ayırma Spektrometresi (EDS) Ölçümleri.....	35
2.1.8. AC Manyetik Alınganlık Ölçümü.....	35
3. ARAŞTIRMA BULGULARI	41
3.1. İdeal Fırınlama İçin Elde Edilen Sonuçlar.....	41
3.2. Lu Katkılı Numuneler İçin Yapılan Ölçümler.....	47
3.2.1. Özdirenç-Sıcaklık Ölçümleri.....	47
3.2.2. E-J _c Ölçümleri.....	56
3.2.3. XRD Ölçümleri.....	57
3.2.4. Örgü Parametreleri.....	64
3.2.5. AC Alınganlık Ölçümleri.....	66
3.2.6. Histeresiz Kayıpları.....	75
3.2.7. SEM Görüntüleri.....	77
3.2.8. EDS Sonuçları.....	84
4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA.....	85
KAYNAKLAR.....	89
EK.....	96
ÖZGEÇMİŞ.....	105

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. YBCO numunesinin hazırlanmasında kullanılan nitratlı bileşikler.....	26
2.2. $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğindeki Lu katkı miktarları ve sinterleme sıcaklıkları.....	27
3.1. Katkı miktarı ile örgü parametreleri arasındaki ilişki.....	64

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

Sayfa

1.1.	a) Süperiletken olmayan metallerin sıcaklık direnç değişimi b) Süperiletken metallerin sıcaklık-direnç değişimi.....	8
1.2.	Bir $H < H_C$ manyetik alanında $T > T_C$ ve $T < T_C$ iken manyetik akı çizgilerinin davranışı.....	11
1.3.	Uygulanan dış manyetik alanın süperiletken malzemeye nüfuz etmesi.....	12
1.4.	I. tip süperiletkenlerin manyetik alan içerisindeki davranışları.....	13
1.5.	II. tip süperiletkenlerin manyetik alan içerisindeki davranışları.....	14
1.6.	H_{C1} - H_{C2} aralığındaki II. tip süperiletken içerisindeki akı girdapları.....	14
1.7.	İki elektron arasında örgü bozulmasından ortaya çıkan ve Cooper Çifti olarak adlandırılan çekici etkileşmenin şematik gösterimi.....	17
1.8.	Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ 'nın numunesinin X-ışını kırınım desenleri: a) Ortorombik yapı b) Tetragonal yapı.....	20
1.9.	$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinin kristal yapısı (Ortorombik yapı $a \approx b$ ve $c \approx 3a$).....	21
1.10.	Yalıtkan olan $YBa_2Cu_3O_6$ bileşiğinin kristal yapısı (Tetragonal yapı).....	23
1.11.	$YBa_2Cu_3O_\delta$ bileşiğinde; kritik sıcaklık T_C (K)'ya karşılık, oksijen miktarı δ ile değişim grafiği.....	24
1.12..	YBCO faz diyagramı.....	25
2.1.	Protherm marka silindirik fırın ve K-tipi ısı çift sıcaklık ölçer.....	27
2.2.	Hazırlanan numunelerin sinterlenme süreci	28
2.3.	Hazırlanan katkısız numunelerin sinterlenme süreci	29
2.4.	Standart dört-nokta yöntemi.....	30
2.5.	Dört nokta yöntemi ile özdirenç ölçüm düzeneği.....	30
2.6.	Özdirenç ölçümlerinin yapıldığı manyetik alan uygulayabilen Oxford marka kapalı devre sıvı helyum kriyostat sistemi	31
2.7.	JEOL JSM-6390L model taramalı elektron mikroskobu	32
2.8.	Kırınım desenlerinin belirlenmesinde kullanılan Rigaku Multiflex marka XRD cihazı.....	33
2.9.	Kritik akım ölçümlerinde kullanılan sistemin şeması sisteminin şeması	34

2.10.	Kritik akım ölçümlerinde kullanılan sistemin görünüşü	34
2.11.	Enerji Ayırma Spektrometresi	35
2.12.	Manyetik alınganlık ölçüm sistemi.....	37
2.13.	Manyetik alınganlık ölçümünde kullanılan kapalı devre kriyostat sisteminin temsili gösterimi	38
2.14.	Manyetik alınganlık ölçümünde kullanılan kryostat sisteminde kullanılan numune probunun kesit görünüşü	40
3.1.	970°C’de üretilen YBCO numunesi	41
3.2.	970°C’de farklı sürelerde ısıtılma tabi tutulmuş katkısız YBCO numunelerinin XRD desenleri.....	42
3.3.	970 °C’de 20 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E-J _C grafiği.....	42
3.4.	970 °C’de 40 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E-J _C grafiği	43
3.5.	970 °C’de 60 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E-J _C grafiği.....	43
3.6.	970 °C’de 20, 40 ve 60 saat ısıtılma uygulanmış katkısız YBCO numunelerinin E-J _C grafikleri	44
3.7.	970 °C’de 20 saat sinterlenen YBCO numunesinin ρ-T grafiği	44
3.8.	970 °C’de 40 saat sinterlenen YBCO numunesinin ρ-T grafiği.....	45
3.9.	970 °C’de 60 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin ρ-T grafiği.....	45
3.10.	x=0,05 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	47
3.11.	x=0,075 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	48
3.12.	x=0,1 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	48
3.13.	x=0,2 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	49
3.14.	x=0,3 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	49
3.15.	x=0,4 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	50
3.16.	x=0,5 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	50
3.17.	x=0,6 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	51
3.18.	x=0,7 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	51
3.19.	x=0,8 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	52
3.20.	x=0,9 Lu katkılı numunenin ρ-T grafiği.....	52
3.21.	Katkı miktarı ile T _c değerlerinin değişimi.....	53
3.22.	T _C ²⁰⁰ ile T _C ⁰ arasındaki farkın katkı miktarına göre değişimi.....	54
3.23.	Katkı miktarı ile 120 K’deki öz dirençlerin karşılaştırılması.....	55
3.24.	Katkı miktarı ile J _C değerlerinin değişimi.....	56

3.25.	Katkısız ve $x=0,05, 0,075, 0,1$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.....	58
3.26.	Katkısız ve $x=0,2, 0,3, 0,4$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.....	59
3.27.	Katkısız ve $x=0,5, 0,6, 0,7$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.....	60
3.28.	Katkısız ve $x=0,8, 0,9$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.....	61
3.29.	Lu katkılı numunelerin $2\theta=31-34^\circ$ arasında ölçülen XRD desenleri.....	62
3.30.	Lu katkısı ile (110) ve (013) piklerinin tepe değerlerinin değişimi.....	63
3.31.	Hesaplanan a, b, c örgü parametrelerinin katkı miktarına göre değişimi.....	65
3.32.	Katkısız $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunesinin farklı alanlar için AC manyetik alınganlık ölçümleri.....	66
3.33.	$x=0,05$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	67
3.34.	$x=0,075$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	68
3.35.	$x=0,1$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	69
3.36.	$x=0,2$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	69
3.37.	$x=0,3$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	70
3.38.	$x=0,4$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	70
3.39.	$x=0,5$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	71
3.40.	$x=0,6$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	71
3.41.	$x=0,7$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	72
3.42.	$x=0,8$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	72
3.43.	$x=0,9$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.....	73
3.44.	Lu katkı miktarı x ile T_p ve T_c değerlerinin değişimi.....	74
3.45.	Hazırlanan numuneler için histeresiz kayıpları.....	75
3.46.	Katkısız numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	77
3.47.	$x=0,05$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	78
3.48.	$x=0,075$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	78
3.49.	$x=0,1$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	79
3.50.	$x=0,2$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	79
3.51.	$x=0,3$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	80
3.52.	$x=0,4$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	80
3.53.	$x=0,5$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	81
3.54.	$x=0,6$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	81
3.55.	$x=0,7$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	82

3.56.	$x=0,8$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	82
3.57.	$x=0,9$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.....	83
3.58.	Katkı oranına göre karşılaştırmalı EDS grafiği.....	84

SİMGELER DİZİNİ

A	Amper
a_0	Abrikosov örgüsü
a, b, c	Birim hücre örgü parametreleri
Å	Angstrom (10^{-8} m)
d	Düzlemler arası mesafe
e	Elektronun yükü
E	Elektrik alan
E_g	Yasak enerji aralığı
h	Planck sabiti
H_a	Manyetik alan
H_c	Kritik manyetik alan
H_{c1}	Alt kritik manyetik alan
H_{c2}	Üst kritik manyetik alan
h, k, l	Miller indisleri
I	Akım
I_C	Kritik akım
J	Akım yoğunluğu
J_C	Kritik akım yoğunluğu
k_b	Boltzman sabiti
K	Kelvin
κ	Ginzburg - Landau parametresi
L	Sıvı faz
ℓ	Uzunluk
m	Kütle
M	Mıknatıslanma
χ	Manyetik Alınganlık
χ'	Manyetik Alınganlığın Reel Kısmı
χ''	Manyetik Alınganlığın Sanal Kısmı
n	Toplam elektron yoğunluğu
n_s	Süperelektronların yoğunluğu
n_n	Normal elektron yoğunluğu
μ_o	Mobilite

λ_L	London nüfuz derinliđi
ρ	Elektriksel özdirenç
Φ_o	Kuantumlanmış akı miktarı
θ	Açı (Teta)
Oe	Oersted (Manyetik alan birimi)
T	Manyetik alan birimi (Tesla)
T_C	Kritik geçiř sıcaklıđı
T_p	Sıcaklıđın Tepe Deđeri
x	Katkı miktarı
V	Volt

KISALTMALAR

AC	Alternatif Akım
DC	Doğru akım
EDS	Enerji Ayırma Spektrometresi
EDXRF	Enerji Dağıtıcı X-Işını Floresans
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
QMG	Hızlı Soğutma – Eritme – Büyütme
XRD	X-Işını Kırınımı
YBCO	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$
YSS	Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

1. GİRİŞ

Süperiletken, yeterince düşük sıcaklıklara inildiğinde iletkenlerin özelliklerinden farklı bir takım elektrik ve manyetik özellikler sergileyen bazı metal ve bileşiklere verilen addır. Süperiletkenlik, ilk kez 1908 yılında Hollandalı fizikçi Kamerlingh Onnes tarafından gözlemlendi. Süperiletkenlerin kritik sıcaklık adı verilen sıcaklık değerlerinin altında öz dirençleri gözlenmemekte ve uygulanan bir dış manyetik alana karşı bir mıknatıslanma göstermektedirler. Örneğin halka şeklindeki bir süperiletken malzeme yeterince soğutulup süperiletken özellik göstermeye başladığı durumda, halkadan elektrik akımı geçirilmeye başlanırsa, bu akım hemen hemen hiç azalmadan geçmeye devam edecektir. Bu da süperiletkenin, doğru akıma neredeyse hiç direnç göstermediği yani herhangi bir ısınma ve akım kaybı olmadığı şeklinde yorumlanabilir. Süperiletkenlerin bu özelliklerinden dolayı oldukça büyük bir kullanım alanı olmasına rağmen, düşük sıcaklıklar gerekmesi, üretim tekniklerinin zor ve masraflı olmasından dolayı henüz etkin bir şekilde kullanılamamaktadır.

Süperiletkenlerin davranışları ve özellikleri klasik fizik tarafından açıklanamamaktadır. Bu davranış ve özelliklerin açıklanabilmesi için kuantum fiziğinden yararlanılsa da bu açıklamalardan bazıları teoriden öteye geçememiştir.

Yapılan literatür incelemeleri sonucunda, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğinde itriyum (Y) yerine pek çok farklı element katıldığı ve yapılan katkıların, süperiletkenlikle ilgili bazı parametreleri az ya da çok değiştirdiği görüldü. Lu katkısına ait çalışmalara ise çok az rastlandı. Bu nedenle, bu tez çalışmasında Y yerine Lu katkısı yapıldı.

Bu çalışmada, üretim aşamasındaki avantajlarından dolayı nitrathı bileşikler kullanılarak $(\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x)\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken numuneleri üretildi. Y yerine, elektronik yapısının uygunluğu nedeniyle farklı miktarlarda ($x = 0,05 - 0,9$) Lu katıldı. Bu katkılama ile elektriksel öz direnç, kritik akım yoğunluğu ve manyetik alınganlıkta oluşması beklenen değişiklikleri gözlemeyi hedefledik. Ayrıca numunelerin X-ışınları kırınım desenleri ve taramalı elektron mikroskobu görüntüleri elde edildi.

1.1 Kaynak Özetleri

1.1.1 YBCO Süperiletken Bileşiğinde İttriyum Yerine Yapılan Katkılamalar

Lantanyum üçüncü geçiş serisinin ilk elementidir ve bu gruptaki diğer elementler olan Ce, Pr, Nd, Pm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb ve Lu'nun son yörüngelerinde 2 ve 14 arasında değişen elektronlara sahiptirler. Bunların hepsi Y'de olduğu gibi 3+ oksidasyon durumundadırlar. Aynı zamanda Ce, Pr ve Tb kararlı 4+ durumuna ve Eu, Sm ve Yb kararlı 2+ oksidasyon durumuna sahiptirler.

Y 0,9 Å'luk bir iyonik yarıçapa sahiptir, bu değer Lu için 0,848 Å'dur (1). Genellikle Ce ve Tb kararlı tetravalent durumunun baskın olmasından dolayı Y yerine katkılanamaz. Lu ise nispeten küçük yarıçapa sahip olmasından dolayı Y ile tam olarak yer değiştiremez.

2010 yılında, A. Öztürk ve arkadaşları (2), geleneksel katıhal tepkime yöntemi ile Y_2O_3 , $BaCO_3$, CuO ve Lu_2O_3 tozları uygun oranlarda karıştırılarak $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinde Y yerine $x=0, 0,2, 0,4$ ve $0,5$ oranında Lu katkısı yaptılar. Bu çalışmaya göre a , b ve c örgü parametreleri Lu katkı miktarının artması ile azalma gösterdi (2). Malzemede Y yerine % 50 oranında Lu katıldığında birinci kritik alan H_{c1} ve kritik akım yoğunluğu, düşük sıcaklık bölgesine doğru değiştiği bildirilmiştir (2).

2009 yılında, C. W. Luo (3), $Y_{1-x}Pr_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinde Y yerine $x=0,1$ ve $x=0,2$ oranında Pr katkısı yaparak ince film hazırlamış ve bu numunelerin femtosaniye spektroskopisinde girdap uyarmasını inceledi.

Hazırlanan Pr katkılı YBCO ince film numunelerinin c -ekseni yönelimindeki kristalleşme, XRD deseni ölçümleri ile incelendi. Geçiş sıcaklığı standart dört nokta metodu ile tayin edilmiştir. Buna göre $x=0,1$ Pr katkılı YBCO ince film numunesi için sıfır direnç geçiş sıcaklığı olan $T_C=80,5$ K ve $x=0,2$ Pr katkılı YBCO ince film numunesi için $T_C=66,5$ K olarak belirlendi (3).

2008 yılında, Ş. Çelik ve arkadaşları; Y_2O_3 , Yb_2O_3 , Gd_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO gibi oksitli bileşikler kullanarak, katıhal tepkime yöntemi ile $(Y_{1-x}Yb_{x/2}Gd_{x/2})Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğini üretmişler ve c -örgü parametresi,

Arrhenius aktivasyon enerjisi ve aktivasyon enerjisinin manyetik güç sabitinin x 'e bağlı değişimlerini incelemişlerdir (4). Burada, karışım oranları olarak; $x=0,0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8$ ve $1,0$ kullanıldı. XRD verileri kullanılarak c -örgü parametreleri hesaplandı. Aktivasyon enerjisi ve onun manyetik alan bağımlılığının x ile kontrol edilebileceğini iddia etmişlerdir (4).

2007 yılında, K. Öztürk ve arkadaşları; $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletkeninde ($\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$) Y yerine RE = Nd, Sm, Eu, Gd ve Yb katkısı yaparak bazı süperiletkenlik özelliklerini incelemişlerdir (10). Bu çalışmada numuneler yüksek saflıkta Y_2O_3 , BaCO_3 ve CuO oksitli bileşikler kullanılarak, katıhal tepkime metodu ile hazırlanmıştır. Sonuç olarak, Y123 numunelerinin yoğunlukları, $5,94$ ve $5,97 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ arasında hesaplandı (5). Yb katkılanmış numuneler için kritik akım yoğunluğu katkı yapılmamış Y123 numunesine oranla 5 K 'da $1,64\cdot 10^4 \text{ A/cm}^2$ 'den 56 K 'da $1,91\cdot 10^4 \text{ A/cm}^2$ 'ye artmıştır. Buna karşılık 77 K 'de 135 A/cm^2 'dir. Ayrıca Yb katkısı Y123 bileşiğinin T_C değerini 3 K civarında artırmaktadır (5).

2007 yılında, H. Sözeri ve arkadaşları (6); YBCO süperiletken seramikleri, amonyum nitrat kullanarak katıhal tepkime metodu ile üreterek süperiletkenlik özelliklerini araştırmışlardır. Çeşitli oranlarda katkı yapılmış YBCO numuneleri $850, 900, 950$ ve 1000°C 'de sinterlenmiştir. Yapılan XRD ölçümlerinde üretilen YBCO numunelerinin sadece Y-123 fazını içermekle kalmayıp Y-211 fazını da içerdiği görüldü. Halbuki 900 ve 950°C 'de aynı metotla hazırlanan saf YBCO numunesi için sadece Y-123 fazının oluştuğu gözlemlendi. Katkılı YBCO numuneleri için 900°C 'de Y-123 fazı gözlenmedi. 950°C 'de ise sadece Y-123 fazı gözlenmiştir. Hazırlanan Y-SS-950 numunesinin 77 K 'de sıfır manyetik alan altında ölçülen kritik akım yoğunluğu 350 A/cm^2 civarında, Y-AN-900 ve Y-AN-950 numunelerinin kritik akım yoğunlukları 100 A/cm^2 olarak bulunmuştur (6).

2002 yılında A. E. Carrillo ve arkadaşları (7); eritme döküm büyüme (MTG) $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{RE}'_2\text{BaCuO}_5$ bileşikler elde etmişlerdir. Burada RE yerine nadir toprak elementleri Y, Yb, Lu, Er, Dy, Tm, Ho'nun doğal bir karışımı olan ve Brezilya'dan çıkarılan Xenotime adı verilen bir mineral kullanıldı. RE'_2 olarak ise Tulyum (Tm) kullanılmıştır. RE yerine değişik oranlarda karıştırılmış nadir toprak elementleri/itriyum ve RE'_2 yerine ise Tm/itriyum kullanılmıştır. Tipik bir Xenotime % mol olarak; %54 Y_2O_3 , %14 Yb_2O_3 , %11 Lu_2O_3 , %10 Er_2O_3 , %7 Dy_2O_3 ,

%2Tm₂O₃ ve %2 Ho₂O₃ içermektedir. Bu çalışmada REBa₂Cu₃O₇/RE'₂BaCuO₅ bileşiklerinde büyütme mekanizması incelenmiştir. İlk olarak “xenotime” doğal ağır toprak elementleri karışımı kullanılarak REBCO seramikler hazırlanmıştır. İkinci olarak RE yerine Tm katkılanmış REBa₂Cu₃O₇/RE'₂BaCuO₅ bileşiğinde bir model sistem incelenmiştir. Burada süperiletken özellikler YBa₂Cu₃O₇/Y₂BaCuO₅ bileşiklerinde MTG oldukça benzer olarak görüldü ve bu materyaller için bir büyütme mekanizması önerilmiştir (7).

2001 yılında, L. Zang ve arkadaşları (8), (Y_{1-x}Pr_x)Ba₂Cu₃O_{7-δ} numunesindeki faz geçişlerini inceleyerek 400 °C ve 800 °C’da iki faz geçişinin olduğunu görmüşlerdir. YBCO numunesinde Y yerine farklı oranlarda Pr katkısı yaparak, bu numunelerde sıcaklığın; ısı akışı ve ağırlık kaybına ne şekilde bağımlı olduğunu araştırmışlardır. Yapılan Pr katkısı arttıkça ısı akış miktarı ve ağırlık kayıp miktarının azaldığını gözlemlemişlerdir. 400 °C ve 800 °C’de oksijen atomlarının hazırlanan numunelerden uzaklaşması sebebiyle yapılan katkı miktarının artışıyla orantılı olarak numunelerin yapısı değişmiş ve ağırlık kaybı meydana geldiği gözlenmiştir. Ayrıca x=0,6 katkısında endotermal anormalliğin, ekzotermal anormalliğe dönüştüğünü ve ağırlık kaybının aksine ağırlık artışı meydana gelerek süperiletkenliğin bozulduğu gözlemlendi (8).

1990 yılında, A.G. Ivanov ve L. T. Tsymbal (9) tarafından tanecikli RBCO (R=Y, Gd) bileşiğinde termal elastikiyetin ultrasonik incelemesini yapmışlardır. Parçacıklı RBCO’nun elastik parçasının (modülünün) sıcaklık davranışı, elastik nüfuz bölgeleri ve kendiliğinden zorlama açısından izah edilmiştir. Deneysel sonuçlar, teoriksel hesaplamalarla çok da fena olmayan uyum göstermiştir. Bu durum, termal zorlama ile taneciklilik ve gömülü parçacıkların (intergranular) ilişki koşullarına bağlıdır (9).

Eu’nun katkılanması ile katkı miktarı arttıkça T_c artış gösterir. Sm’nin katkılanması durumunda ise kritik sıcaklıkta bir değişim olmadığı gözlemlendi (10).

Ayrıca 3+ değerlikli Sc’nin katkılanması ile elde edilen bileşiklerde kritik sıcaklık, x=0,5’e kadar değişen katkı oranına kadar etkilenmemektedir. Y_{0,75}Sc_{0,25}Ba₂Cu₃O_{7-δ} için T_C=92 K olarak bulunmuştur (10).

Al katkılanması ile oluşan Y_{1-x}Al_xBa₂Cu₃O_{7-δ} bileşiğinde artan x oranına bağlı olarak, T_C değeri 90,6 K’dan 50 K’ya doğru azalmaktadır (10).

$Y_{0,9}Ho_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinde $T_C=60$ K olarak ölçüldü (11).

$Y_{0,9}M_{0,1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinde $M=Mg, Ca, Sr$ ve Ba şeklindedir. Kritik sıcaklığın M 'nin iyonik yarıçapına bağlı olduğu gözlenmiştir. $M = Ba$ için $T_C=95$ K, $M=Sr$ için $T_C=91,3$ K, $M=Ca$ için $T_C=87,7$ K ve $M=Ba$ için $T_C=92$ K olarak ölçüldü (10).

Y. Feng ve arkadaşları (12), $x=0, 0,2, 0,4,$ ve $0,6$ oranlarında yapılan katkı miktarları için $Y_{1-x}Ho_xBa_2Cu_3O_y$ süperiletkenin kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla değişimini incelemişlerdir. Ho katkısı ile, numunenin kritik sıcaklığında az bir artış gözlenmiştir. 77 K'de dış manyetik alan yokken, $x=0,6$ katkı miktarlı numunede $1,3 \cdot 10^5$ A/cm² değerine karşılık gelen alanın çok yüksek olduğu görülmüştür.

H. Takuya ve arkadaşları (13), YBCO süperiletkeninde Y yerine Pr katkılamışlar ve numunelerin kritik akım yoğunluğu ile katkının kritik sıcaklığa etkisini incelemişlerdir. Ayrıca katkı miktarlarının $0 < x < 0,3$ olduğu aralık için öz direncin sıcaklıkla nasıl değiştiğini incelemişlerdir. Farklı miktarlardaki Pr katkılanmış numunelerin tümü için kritik sıcaklığın altında öz dirençte keskin bir düşüş olduğunu ve katkı miktarı arttıkça da kritik sıcaklığın monotonik olarak azaldığını bildirmişlerdir. Katkısız numunelerin kritik sıcaklığı 90 K civarında iken, $x= 0,3$ Pr katkılanmış örneğin kritik sıcaklığın 60 K civarına kadar düştüğünü bulmuşlardır. Hem 70 K hem de 5 K için değişik manyetik alanlarda farklı miktarlardaki Pr katkıları için kritik akım yoğunluğunu ölçmüşlerdir. İlk durum için manyetik alan uygulanmadığı zaman katkı miktarı arttıkça kritik akım yoğunluğunun monotonik olarak azaldığını ve manyetik alan daha da arttırıldığı zaman kritik akım yoğunluğundaki artışın daha fazla olduğunu gözlemişlerdir. 4 T gibi büyük bir manyetik alanda kritik akım yoğunluğunun maksimum değerini standart numunenin kritik akım yoğunluğunun yaklaşık iki katı bulmuşlardır. İkinci durum için, 5 K'de farklı manyetik alanlar içinde belli katkı değerlerinde kritik akım yoğunluğunda bir maksimum gözlemlemişlerdir. YBCO'daki Pr iyonlarının nanometrik homojensizliği ve bu homojensizliklerin manyetik alanda etkili iğneleme (pinning) merkezleri gibi davrandığını bulmuşlardır.

$Y_{1-x}A_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinde $A=K, Rb, Cs$ katkılaması yapılmış ve bunlardan en yüksek kritik sıcaklık değeri $Y_{0,95}Cs_{0,05}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ malzemesi için $T_C=95,5$ K olarak bulunmuştur (10).

L. Shlyk ve arkadaşları (14), kritik sıcaklığın, tersinmez alanın ve kritik akım gibi süperiletken parametrelerin (Y,Ca)BCO örneğindeki hem Ca katkısına hem de oksijen miktarına kuvvetli şekilde bağlı olduğunu bulmuşlardır. 77 K'de tavlama öncesi ve sonra Ca katkılı YBCO'nun kritik akım yoğunluğunun uygulanan alanla nasıl değiştiğini incelemişlerdir. Standart YBCO, ağırlıkça % 0,1 Ca katkılı YBCO, tavlama yapılmış ağırlıkça % 0,1 Ca katkılı YBCO, ağırlıkça % 0,2 Ca katkılı YBCO, tavlama yapılmış ağırlıkça %0,2 Ca katkılı YBCO için alınganlığın sıcaklıkla değişimini incelemişlerdir. Ayrıca 77 K'de farklı miktarlarda Cd katkısına sahip YBCO için kritik akım yoğunluğunun uygulanan alana bağımlılığını ve farklı miktarlardaki Cd için alınganlığın sıcaklığa bağımlılığını incelemişlerdir. Kritik sıcaklık ve tersinmez alan Cd katkısından az etkilenmiştir. Farklı sıcaklıklarda Cd katkılı YBCO için normalize edilmiş pinning kuvvet yoğunluğunu azalan alana göre incelemişlerdir.

Lantanitlerden olan Gd (Gadolonyum)'un YBCO süperiletken bileşiğine katılmasına ilişkin pek çok çalışma yapıldı. $Y_{1-x}Gd_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğine $x=0,6$ katkısının haricinde normal durum öz dirençlerinde artışlar gözlemlendi (15). Ayrıca A. El Ali ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada (16), Gd katkısının artışı ile örgü parametrelerinin de büyüdüğü gözlemlenmiştir. Gd katkısının $x=0,4$ değeri için, karışımın oldukça homojen ve diğer katkılara göre en yüksek T_C ve J_C değerine sahip olduğu görüldü (17).

$Gd_{1-x}Y_xBa_2Cu_3O_{7-y}$ ince filminde x 'in artışı ile manyetik alan altında J_C değerinde artış gözlemlenmiştir (18).

$Y_{1-x}Gd_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğine Gd difüzyon edildiğinde tanecikler arasındaki çiftlenimin karakteristik gerilimi T_C ve J_C değerlerini artırarak, kritik sıcaklığı 88 K'den 91 K'e ve akım yoğunluğunu $55 A/cm^2$ den $122 A/cm^2$ ye çıkardığı bildirilmiştir. Gd katkısı ile elde edilen bu sonucun, tanecikler arası bağlanmanın karakteristik bir dayanım kuvveti olduğu şeklinde yorumlandı (19).

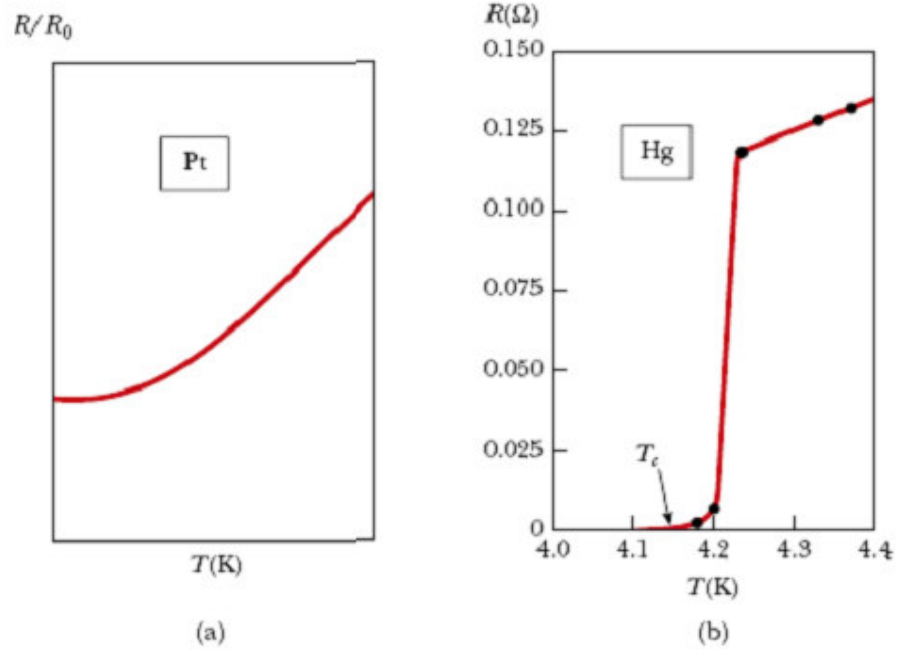
1.2 Süperiletkenlik

Süperiletkenliğin keşfi bilim çevreleri tarafından oldukça önemli görülmüş ve büyük heyecana sebep olmuştur. Süperiletkenlik olayının temeli, 1908 yılında Hollandalı bir fizikçi olan H. Kamerlingh Onnes'in kaynama sıcaklığı 4,2 K olan Helyum'u sıvılaştırmasına dayanır (20). O zamana kadar metallerin elektriksel dirençlerinin 20 K'e inildikçe sıcaklık ile doğrusal olarak azaldığı bilinmekteydi. Fakat 20 K'in altındaki sıcaklıklara inilemediği için mutlak sıfıra doğru elektriksel dirençte nasıl bir değişim olabileceği bilinmemekteydi. Onnes'in Helyum'u sıvılaştırmasıyla birlikte, metallerin düşük sıcaklıklardaki özelliklerinin araştırılmasının önü açılmış oldu.

Araştırmacılar oda sıcaklığı olarak kabul edilen 300 K'de iyi birer iletken olan Cu, Au ve Pt'un sıvı Helyum'un kaynama sıcaklığı olan 4,2 K'deki elektriksel iletkenliğini incelemeye başladılar. 4,2 K'e doğru inildikçe bu metallerin dirençlerinin belli değerlere kadar inerek, o değerlerde sabit kaldıklarını gözlemlediler, bunu ifade eden grafik Şekil 1.1.a'da görüldüğü gibidir. Bu duruma malzemeler içerisindeki safsızlıkların sebep olduğu açıklamaları yapıldı. Bunun üzerine Onnes 1911 yılında saf olarak bulunabilen Civa (Hg) üzerinde yoğunlaşarak, safsızlık etkilerini ortadan kaldırmak istedi ve oldukça şaşırtıcı bir sonuçla karşılaştı. Hg'nin sıcaklığı azaltıldıkça Şekil 1.1.b'de gösterildiği gibi elektriksel iletkenliği diğer metallerdeki gibi düşmekteydi, fakat sıcaklık 4 K civarına indiğinde elektriksel direnci 0,01 K kadarlık çok küçük bir aralıkta aniden ölçülemeyecek bir değere düştüğünü gözlemledi (20). Direncin sıfıra gittiği bu sıcaklık değerinin altında maddenin süperiletken, bu sıcaklık değerinin üzerinde ise normal halde olması, bu durumun bir faz geçişi olarak değerlendirilmesine sebep olmuştur. Şekil 1.1.a'da süperiletkenlik özelliği göstermeyen metallerin sıcaklığa karşı direnç grafiği, Şekil 1.1.b'de ise süperiletkenlik özelliği gösteren maddelerin sıcaklığa karşı direnç grafiği kabaca çizildi. Daha sonradan hal değişiminin meydana gelerek, süperiletkenlik özelliğinin ortaya çıktığı bu sıcaklığa, T_C yani kritik sıcaklık adı verildi.

Onnes, yaşamının geri kalan yılları boyunca süperiletkenlik olayını farklı açılardan inceleyerek süperiletkenlerin sıcaklıktan, manyetik alanlardan ve hatta elektrik akımlarından etkilenebileceğini ortaya çıkardı. 1913 yılında süperiletkenlik

alanında yapmış olduđu çalışmalardan dolayı Nobel Fizik Ödülü almaya layık görüldü (21).



Şekil 1.1.a) Platin (Pt) için normalize direnç,
b) Cıvanın (Hg) süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı (20).

1.3. Süperiletkenlerin Bazı Özellikleri

Süperiletkenler için belirlemesi gereken üç temel özellik vardır. Bunlar, kritik sıcaklık (T_C) ve sıfır direnç, kritik manyetik alan (H_C), kritik akım yoğunluğu (J_C) olarak sıralanabilir.

1.3.1. Kritik Sıcaklık ve Sıfır Direnç

İletkenlerde akım, metal içerisinde serbestçe hareket eden iletim elektronları tarafından taşınır. Bu malzemeden bir elektrik akımı geçirildiğinde, iletim elektronları kristal örgü ile elastik olmayan çarpışmalar yaparlar. Bu çarpışmalar sonucunda iletim elektronları enerjilerinin bir kısmını ısı enerjisi olarak kaybederler.

Bu durum malzemenin direnci olarak adlandırılır. Buna karşılık süperiletken numunelerde kritik sıcaklık olarak adlandırılan belirli bir sıcaklığın altında bazı alaşım ve metallerin dirençleri ve sürekli akımlar ortaya çıkar. Yani malzemeye bir kere akım verildiğinde, dışarıdan uygulanacak herhangi bir voltaj değerine gerek kalmadan akım akmaya devam edecektir. Bu aslında ohm kanununda $R=0$ olmasının bir sonucudur.

S. S. Collins, İngiltere’de yaptığı bir deneyde (22); süperiletken bir halkaya akım vererek bu akımın çok uzun süreyle kaybolmadan akmasını gözlemiştir. Bu sebeple böyle akımlara sürekli akımlar adı verildi. Bu deney bir grev sebebiyle sıvı helyum bulunamaması dolayısıyla iki buçuk yılla sınırla kalmıştır (22).

1.3.2. Kritik Manyetik Alan

Süperiletkenlik özelliğini ortadan kaldırmanın bir yolu malzemeyi yeterli büyüklükteki bir dış manyetik alana koymaktır. Bu manyetik alana, kritik alan (H_C) adı verilir. Deneysel gözlemler sonucunda elde edilen ve Denklem 1.1’de verilen Tunn Yasası ile sıcaklıkla kritik alanı birleştiren yaklaşık bir ifade;

$$H_C(T) \approx H_C(0)[1-(T/T_C)^2] \quad (1.1)$$

şeklinde ortaya çıkmıştır.

Burada $H_C(0)$, mutlak sıfırdaki kritik sıcaklığı ifade etmekte olup her malzeme için farklı değerlerdedir.

Süperiletkenlik özelliğini ortadan kaldıran manyetik alan, dış kaynaklı olabileceği gibi malzemedan uygun bir akım geçirilerek de oluşturulabilir. Fakat bu durumda dikkat edilmesi gereken bir durum vardır ki, bu da uygulanan akımın belli bir kritik değere ulaşmamasıdır. Bu değere ulaşıldığında süperiletkenlik özelliği ortadan kalkacaktır. Bu akıma da kritik akım adı verilir ve I_C ile gösterilir. Kritik iletim akımından dolayı süperiletkenliğin kalkması durumuna Silsbee Etkisi adı verilir.

1.3.3. Kritik Akım Yoğunluğu

Bir süperiletkenden akan akım, numunenin kesit alanına bölünmesiyle elde edilen ve J_C olarak adlandırılan kritik akım yoğunluğu değerini geçtiği zaman süperiletkenlik ortadan kalkmaktadır (23).

Cisimlerin geometrik şekilleri nedeniyle manyetik alan tüm yüzeyleri aynı miktarda etkileyebilir. Mesela; manyetik alandaki bir kürenin ekvator çevresi manyetik akı çizgilerinin yoğunluğu nedeniyle H_C değerine daha çabuk ulaşarak ekvator çevresini normal hale geçirir ve diğer bölgeler süperiletken olmaya devam eder. Ancak bu durum II. tip süperiletkenlerdeki süperiletken-normal durum geçişleri ile karıştırılmamalıdır (24).

Kritik akım yoğunluğunu incelemek için silindirik yapıda ve r yarıçaplı yeterince ince ($r = \lambda$) süperiletken bir telden I akımı geçirildiği düşünülürse, Amper Yasasına göre;

$$\int \vec{H} \cdot d\vec{\ell} = \mu_0 I \quad (1.2)$$

süperiletken teli çevreleyen bir H alanı oluşur. Bu H alanının değeri, H_C değerine ulaştığında, teldeki akım da kritik alan değerine ulaşmış olur. Bunun sebebi, kritik akımın, süperiletkenlerde kritik manyetik alan oluşturan akımdan büyük olamamasıdır.

Kritik akım; süper iletken telin, süperiletken olma özelliğini tamamen kaybettiği akım değeri olduğuna göre kritik akım denklem (1.2)'den çekilirse;

$$I_C = 2\pi r \frac{H_C}{\mu_0} \quad (1.3)$$

şeklinde olur.

Burada r telin yarıçapını, μ_0 boşluğun dielektrik sabitini, H_C kritik manyetik alanı ifade etmektedir. Denklem (1.3)'den kritik akım yoğunluğu;

$$J_C = \frac{I_C}{A} \quad (1.4)$$

şeklinde bulunur. Bu ifadede J_C kritik akım yoğunluğu ve A kesit alanıdır. Denklem

(1.3) ve Denklem (1.4) birleştirilerek süperiletken telde Denklem (1.5) ile verilen kritik akım yoğunluğu için;

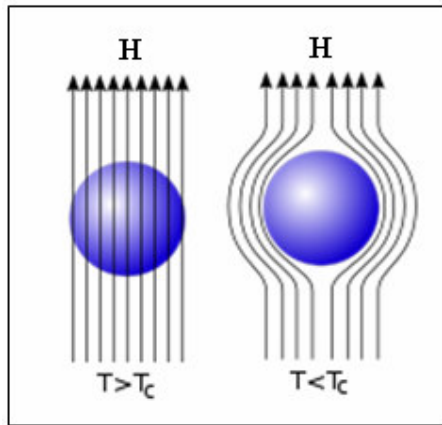
$$J_c = \left(\frac{H_c}{\mu_0 r} \right) \quad (1.5)$$

ifadesi elde edilir.

II. tip süperiletkenlerin keşfine kadar geçen süreçte, I. tip süperiletkenler yüksek akımlar taşıyamadıkları için pratikte kullanılmamışlardır. II. tip süperiletkenlerin keşfi ile I. tip ve II. tip süperiletkenlerin taşıyabildikleri akım değerleri arasında büyük fark görülmüş, böylece hem II. tip süperiletkenler üzerine çalışmalar yoğunlaşmış, hem de endüstride yaygın olarak süperiletkenler kullanılmaya başlanmıştır.

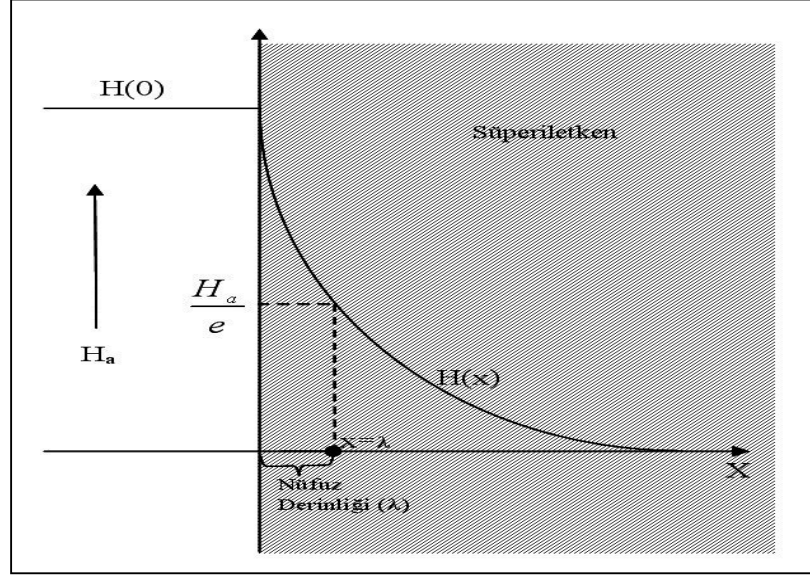
1.3.4. Meissner Etkisi

1933'de W. Meissner ve R. Ochsenfeld, bir süperiletkenin dışarıdan uygulanan bir manyetik alanı dışarladığını keşfettiler (25). Bu durum Meissner Etkisi olarak adlandırılmakta olup Şekil 1.2'de gösterildiği gibidir.



Şekil 1.2. Bir $H < H_c$ manyetik alanında $T > T_c$ ve $T < T_c$ iken manyetik akı çizgilerinin davranışı.

İyi bir iletkende, dış manyetik alanın olmadığı bir durumda manyetik alanın iletken yüzeyine nüfuz etmesiyle Lenz kuralına göre zıt yönde bir manyetik alan ortaya çıkacaktır. Buna karşılık malzemeye öncelikle bir manyetik alan uygulanıp daha sonra malzeme kritik sıcaklığın altına soğutulursa, malzemeye giren manyetik akı dış manyetik alan kaldırılrsa bile değişmeyecektir. Süperiletkenlerin manyetik alan içindeki bu davranışları Eddy Akımları ile açıklanmaktadır.



Şekil 1.3. Uygulanan dış manyetik alanın süperiletken malzemeye nüfuz etmesi (26).

Uygulanan bir manyetik alan süperiletken madde içerisine Şekil 1.3’de görüldüğü gibi üstel olarak azalarak nüfuz etmektedir. Kritik sıcaklık bölgesinde Cooper çiftlerindeki azalma nüfuz derinliğinde artışa sebep olur. YBCO süperiletkenler için nüfuz derinliği 1400 Å mertebesinde (27).

1.3.5. I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler

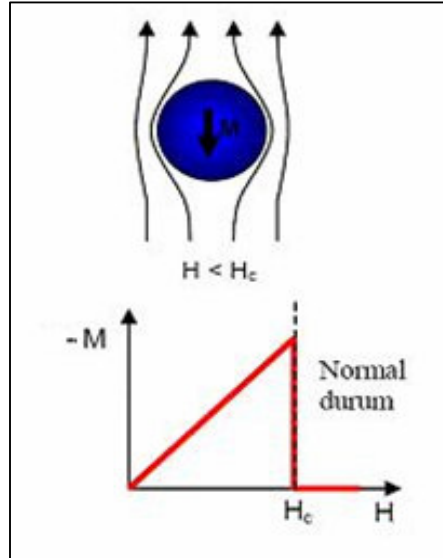
Süperiletkenler, manyetik alan içerisindeki davranışlarına göre, I. ve II. tip süperiletkenler olmak üzere iki gruba ayrılabilirler. Niobiyum (Nb) ve Vanadyum (V) gibi süperiletkenlik özelliği gösteren elementler dışındaki tüm metalik elementler I. tip süperiletkenlerdir. Nb ve V elementleri ile süperiletkenlik özelliği gösteren tüm

alaşım ve bileşikler, II. tip süperiletkenler sınıfını oluştururlar. Bununla birlikte bütün yüksek sıcaklık süperiletkenleri II. tip süperiletken sınıfına girerler.

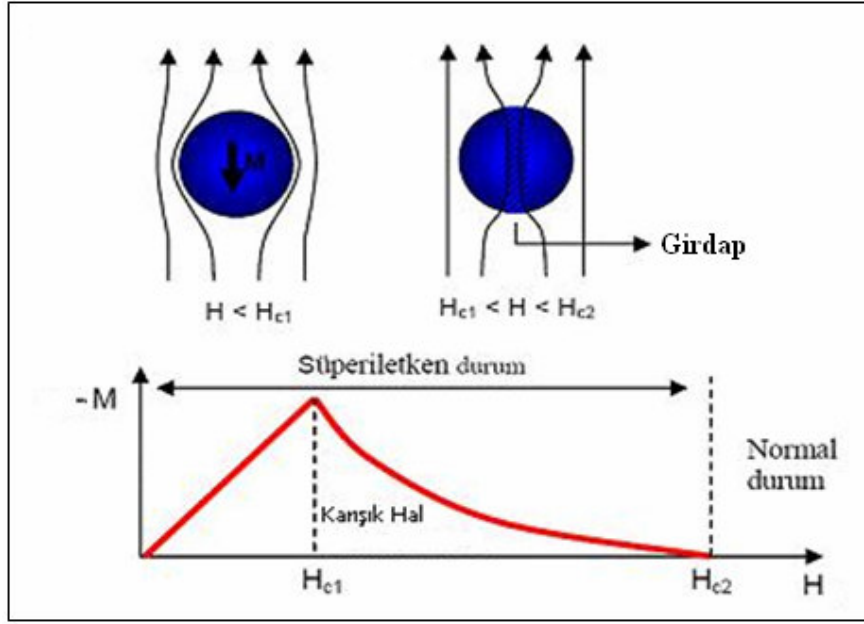
Bahsedilen I. tip ve II. tip süperiletkenlerdeki temel mekanizma aynıdır, yani her iki süperiletkende de elektron-fonon etkileşmelerinden bahsedilebilir. Aynı zamanda, sıfır manyetik alan durumundaki süperiletken - normal durum geçişlerindeki özellikler de benzer davranışlar göstermektedirler.

İyi bir I. tip süperiletken, H_C kritik manyetik alan değerine kadar tümüyle diamanyetik özellikte olup, manyetik alan çizgilerini dışarlayacaktır. H_C 'den büyük bir manyetik alan değeri uygulandığında ise, Şekil 1.4'de görüldüğü gibi süperiletken durum birdenbire ve tamamiyle ortadan kalkacaktır.

İyi bir II. tip süperiletken de ise gözlenen süperiletkenlik durumu; Şekil 1.5'de gösterildiği gibidir. Burada, II. tip süperiletkenler H_{c1} kritik manyetik alan değerine kadar I. tip süperiletkenlerdeki duruma benzer bir davranış sergilerler. Buna karşılık uygulanan manyetik alan H_{c1} 'den daha büyük bir değere sahipse I. tip süperiletkenlerin tersine olarak süperiletkenlik özellikleri ortadan kalkmaz. Fakat uygulanan manyetik alan H_{c2} ile ifade edilen ikinci bir manyetik alan değerine ulaştığında süperiletken özellik tamamen ortadan kalkacaktır.

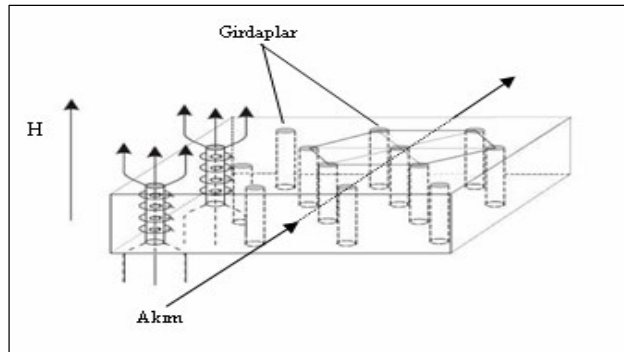


Şekil 1.4. I. tip süperiletkenlerin manyetik alan içerisindeki davranışları.



Şekil 1.5. II. tip süperiletkenlerin manyetik alan içerisindeki davranışları.

II. tip süperiletken malzeme H_{c1} - H_{c2} arasında bir manyetik alana maruz kaldıklarında, manyetik alan çizgilerini kısmen dışarılamakla birlikte, kısmen de süperiletken özelliklerini kaybettikleri girdaplı bir durum sergilerler. Süperiletken malzemelerin bahsedilen bu iki durumu birden sergiledikleri ve karışık hal adı verilen durumundan bahsedilebilir ki (28), bu durum, Şekil 1.6'da gösterildiği gibi, süperiletken bir hacim içinde yer alan ince çubuklardan (manyetik akı) veya küçük dairesel bölgelerden oluşur.



Şekil 1.6. H_{c1} - H_{c2} aralığındaki II. tip süperiletken içerisindeki akı girdapları.

Normal iletken durumundaki bu küçük bölgelere fluxoid adı verilir. Bu durumda dış manyetik alan girdap içine düzgün bir şekilde girer. Bununla birlikte dış manyetik alan, süperiletken madde içerisine λ nüfuz derinliği olarak adlandırılan bir derinliğe kadar girebilir.

Uygulanan manyetik alan değeri artırılırsa malzeme içerisindeki girdap sayısı da artar. H_{c2} alan değerinde meydana gelen girdaplar üst üste binerler ve malzeme süperiletken fazdan normal faza geçiş yapar. Malzeme içerisinde oluşan girdaplar Şekil 1.6'da görüldüğü gibi hegzagonal bir yapı oluştururlar. Bu yapının örgü parametresi a_0 ile belirtilir ve Denklem 1.6'da verildiği gibi uygulanan H manyetik alana bağlıdır. Bu yapı ilk olarak Abrikosov tarafından teorik olarak bulunduğu için; Abrikosov Örgüsü olarak adlandırılır ve

$$a_o = \sqrt{\frac{\phi_o}{H}} \quad (1.6)$$

ile verilir.

Denklem 1.7'de ϕ_o için bir ifade verilmiş olup, her bir girdaptaki kuantumlanmış akı miktarını ifade etmektedir. Büyüklüğü ise;

$$\phi_o = \frac{h}{2e} = 2,068 \cdot 10^{-15} \text{ Weber} \quad (1.7)$$

şeklinde olup, buradaki h Planck sabiti ve e elektronun yüküdür (29).

Süperiletken malzemedeki bu akı girdaplanması sayesinde, malzeme tamamen normal hale geçmeden uygulanan güçlü dış manyetik alanlara karşı dayanabilir. Süperiletkenlik üst kritik manyetik alan değeri olan H_{c2} 'ye kadar korunur. Üst kritik manyetik alan değeri yüksek geçiş sıcaklığına sahip oksit süperiletkenler için, yaklaşık olarak 150 Tesla'ya kadar çıkabilmektedir (30).

II. tip süperiletkenler, genellikle normal durumda yüksek öz dirence sahip, yani elektronik ortalama serbest yolları küçük olan alaşım veya geçiş metallere aittir. Buna karşılık, H_{c2} değerinin yüksek olması, yüksek manyetik alan sağlayan süperiletken mıknatısların yapımına imkân verdiğinden, II. tip süperiletkenler teknolojik uygulamalarda önemli yer alabilmektedirler.

I. ve II. tip süperiletkenler arasında bulunan önemli farklılıklardan birisi de, normal durumda iletim elektronlarının ortalama serbest yollarının farklı olmasıdır.

I. tip süperiletkenler için eş uyum uzunluğu, nüfuz derinliğinden büyüktür. Ortalama serbest yol küçükse, eş uyum uzunluğu da küçük olur. Fakat bu durumda nüfuz derinliği büyür ve süperiletken II. tip olur.

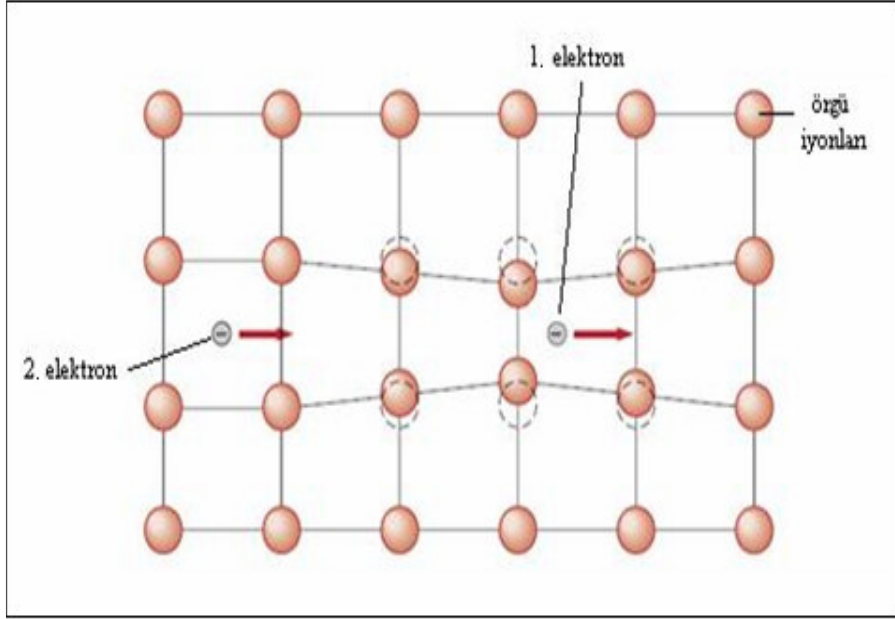
1.3.6. BCS Teorisi

1950'lerde aynı elementlerin farklı izotoplarının geçiş sıcaklığı incelendiğinde T_C kritik sıcaklığın $M^{1/2}$ ortalama atomik kütle ile değiştiği gözlemlendi. Mesela, cıvanın ^{199}Hg izotopu incelendiğinde $T_C = 4,161\text{ K}$ iken, ^{204}Hg izotopunda $T_C = 4,126\text{ K}$ 'dir. Bu durum, süperiletkenlik mekanizmasında, örgü titreşimlerinin önemli bir yer tuttuğu anlamına gelmekteydi. İzotop etkisi olarak bilinen bu durum süperiletkenlik olayının açıklanmasında, fononlar ile elektronlar arasındaki etkileşmenin hesaba katılması gerektiğini ortaya çıkardı (31).

L. Cooper, 1956 yılında Fermi enerjisi seviyesine kadar dolu olan serbest elektron gazının taban durumuna iki tane elektron eklendiğinde, bu elektronlar arasındaki potansiyelin küçük olması durumunda, birbirlerine bağımlı bir hal sergileyeceklerini gösteren teori için altyapı oluşturmuştur. Bunun ardından, 1957 yılında süperiletkenliğin ilk mikroskobik kuantum teorisi, John Bardeen, Leon Cooper ve John Schrieffer tarafından oluşturulmuş ve bu bilim adamlarının isimlerinin ilk harfleri ile anılan BCS Teorisi olarak ortaya atılmıştır (32).

Bu teoriye göre her elektron, zıt momentum ve spine sahip diğer bir elektron ile çiftlenmiş olup bu elektronlara Cooper çiftleri adı verilir. Elektronlar, zıt momentum ve spine sahip oldukları zaman bağlanma enerjileri en büyük değerini almaktadır (32).

Şekil 1.4'de gösterildiği gibi pozitif örgü iyonları arasında hareket eden birinci elektron ile bu örgü arasında çekici bir etkileşme olur ve böylece burada pozitif bir yük yoğunluğu oluşur. Örgü yapısındaki bu bozulma eski halini alamadan bu bölgedeki ikinci elektron bozulmaya uğramış pozitif yüklü bölgeye doğru çekilir (31). Bu işlem esnasında aynı yüklü olan ve birbirini itmesi gereken elektronlar birbirini çekmiş gibi davranırlar. Fononların oluşturduğu çekim kuvveti, elektronların birbirini itmesine sebep olan kuvveti etkisiz hale getirerek süperiletkenliği sağlar. Bu geçiş sırasında iletken içerisinde geçen elektronlar birbirlerine bağlanmışlardır (31).



Şekil 1.7. İki elektron arasında örgü bozulmasından ortaya çıkan ve Cooper Çifti olarak adlandırılan çekici etkileşmenin şematik gösterimi (31).

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; I. tip düşük sıcaklık süperiletkenlerin büyük bir kısmına başarıyla uygulanmış olmasına rağmen, II. tip yüksek sıcaklık süperiletkenler için yeterli olamamaktadır. Bu teorinin başarılı olduğu alanlar şu şekilde sıralanabilir,

1. Elektronlar arasındaki çekim etkileşmesi, taban durumu uyarılmış durumdan ayıran bir enerji aralığı oluşturur. Kritik alan, termal özellikler ve elektromanyetik özelliklerin çoğu enerji aralığının sonuçlarıdır.
2. Eş uyum uzunluğu ve sızma derinliği BCS teorisinin doğal bir sonucudur.
3. Enerji aralığı ve geçiş sıcaklığı arasındaki ilişki $E_g = 3,53 kT_C$ şeklindedir.
4. Bir süperiletken halkadan geçen akı kuantumlanmıştır ve Denklem (1.7)'de verildiği gibi Cooper çiftine bağlıdır (25).

1.3.7. Süperiletkenlerde Zayıf Bağlar

Klasik yöntemle üretilmiş süperiletken numuneler tanecikli yapıya sahiptirler. Bu yapıdaki tanecikler birbirlerine zayıf bağlarla tutunurlar. Tanecikli yapı ve bu tanecikli yapıdan kaynaklanan etkiler kapsamlı olarak araştırıldı. Araştırmalar sonucunda yüksek sıcaklık süperiletkenlerdeki zayıf bağların malzemenin akım taşıma kapasitesinde sınırlayıcı bir rol oynadığı belirlendi (31).

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerde, zayıf bağların çeşitli tipleri bulunmaktadır. En yaygın zayıf bağ tipi tanecik sınırlarında meydana gelenleridir. Geleneksel süperiletkenlerde, tanecik sınırları zayıf bağ özelliği sergilemektedir. Buna karşılık zayıf bağlantılardan kaynaklanan, hareketli tanecik sınırları geleneksel süperiletkenlerin kritik akımları için sınırlayıcı bir özellik taşımamaktadır. Bunun en belirgin sebebi uyum uzunluğunun tanecikler arası mesafeden çok büyük olmasıdır. Bu durum 1980 yılında Raboutou tarafından, bir süperelektron yoğunluğunun, bir zayıf bağı geçerken sıfırlanmadığı şeklinde açıklandı (33). Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin uyum uzunluğunun, birim hücre basamağında olduğu bilinmektedir. Bu nedenle, dalga fonksiyonu bir tanecik üzerinden başka bir tanecik üzerine geçerken bozunuma uğrar.

Tanecikler arası bağların zayıf olması nedeniyle, bu bağlar uygulanan alana karşı çok hassas davranırlar. Bir dış magnetik alanın varlığında, süper akımlar tanecik sınırları içinden akarken, alanın varlığı yüzünden düzgün akışları bozulur. Bununla birlikte, magnetik alanın I_C üzerine olan gerçek etkisi bilinmemektedir. Benzer şekilde tanecik sınırlarının, sıcaklıkla ilişkisinin olduğu da düşünülmektedir.

Kritik akım I_C ile sıcaklık arasında ise $I_C(T) = I_C(0)[1 - (T/T_C)]^2$ bağıntısı bulunmaktadır (34).

Likharev 1979 yılında yaptığı çalışmada (35), zayıf bağları “süperiletken-normal-süperiletken” (s-n-s) eklemine benzetmiştir. Bu eklemde yer alan normal bir metaldeki süperelektron çiftinin ilerleme mesafesi, eklem kalınlığından küçük ise eklem zayıf bağlı bir bağ gibi davranacağını ifade etmiştir.

1.4. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Süperiletkenleri

1953’de Vanadyum-Silikon bileşiminin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının $T_C=17,5$ K olduğu bulundu.

1986 yılında IBM Araştırma laboratuvarındaki araştırmacılardan G. Bednorz ve K. A. Müller kritik sıcaklığı $T_C=30$ K olan ve yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin öncüsü olarak bilinen La-Ba-Cu-O ($\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$) bileşiğini buldular (36). Böylelikle yüksek sıcaklık süperiletkenlik yani YSS dönemi başlamış oldu. Bu keşif süperiletkenler üzerinde çalışma yapan araştırmacıları harekete geçirerek, daha yüksek kritik sıcaklığa sahip olabileceğini düşündükleri çeşitli süperiletken karışımlarını hazırlamaya başladılar. Ba yerine Sr ve Ca katkılararak $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CaCuO}_4$ bileşiği ile 60 K’e ulaşılmıştır (37).

Daha sonra 1987’nin başlarında Wu ve arkadaşları, ürettiği La-Ba-Cu-O bileşiğinde Lantanyum yerine İtiryum katarak kritik sıcaklığı $T_C = 93$ K olan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO) bileşiğini buldular (38). Böylelikle de sıvı azot sıcaklığından (77 K) daha yüksek sıcaklıkta süperiletkenlik durumuna geçiş söz konusu oldu. Yani, artık sıvı helyumla çalışan soğutucular yerine üretilmesi daha ucuz olan, sıvı azot soğutucuları kullanılarak süperiletkenlik çalışmaları yapmak mümkün hale geldi.

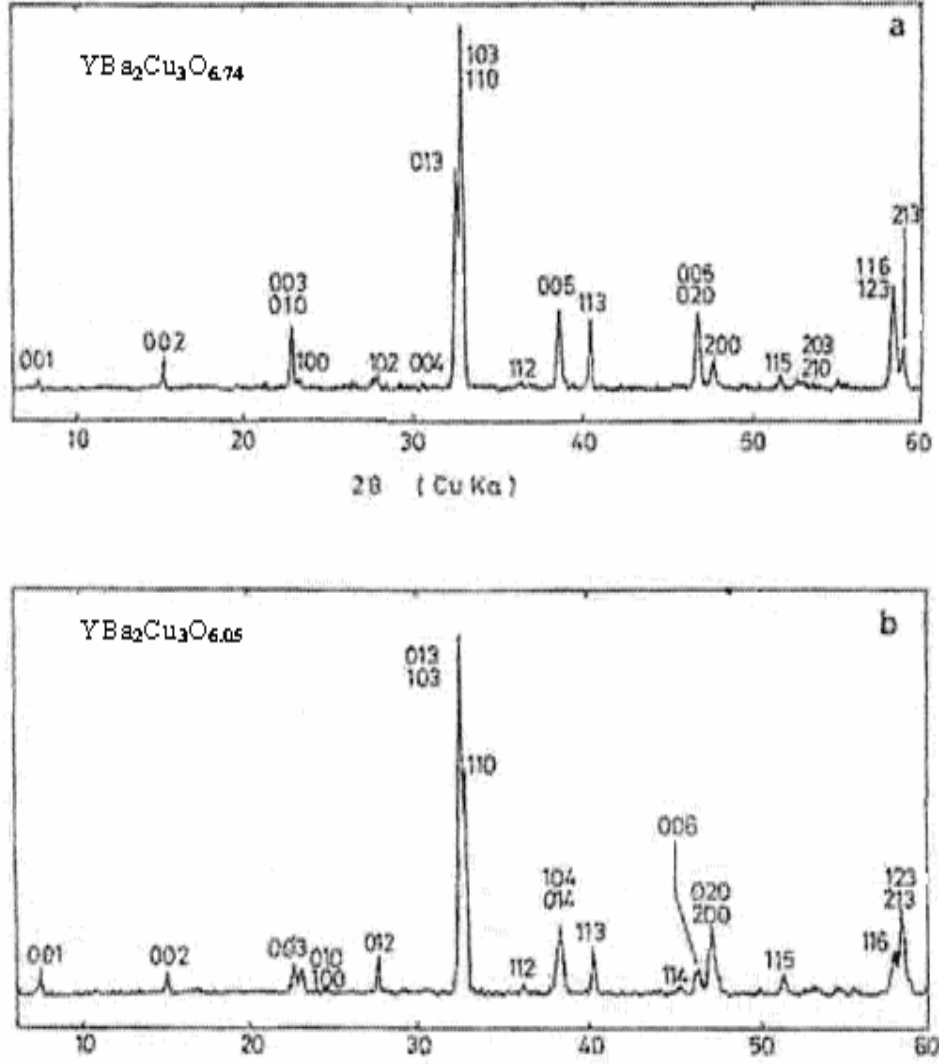
1988 yılında H. Maeda ve arkadaşları, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (BSCCO) bileşiği ile 110 K’e ulaşmayı başarmışlardır (39).

Aynı yıl Z. Z. Sheng ve A. M. Hermann $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (TBCCO) bileşiği ile 125 K’e ulaşmayı başarmışlardır (40).

1993 yılında A. Schilling, M. Cantoni $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ bileşiği ile 132 K’e ulaşmışlardır (41).

1.4.1. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Süperiletken Bileşiklerinin Bazı Özellikleri

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğinin kristal yapısının önemli bir özelliği, bakırın Şekil 1.9’da görülen kristalografik olarak bağımsız iki durumu olan CuO_2 düzlemindeki Cu(2) ve Cu-O zincirindeki Cu(1) varlığıdır. İki adet CuO_2 düzlemi ve bir adet Cu-O zinciri vardır.

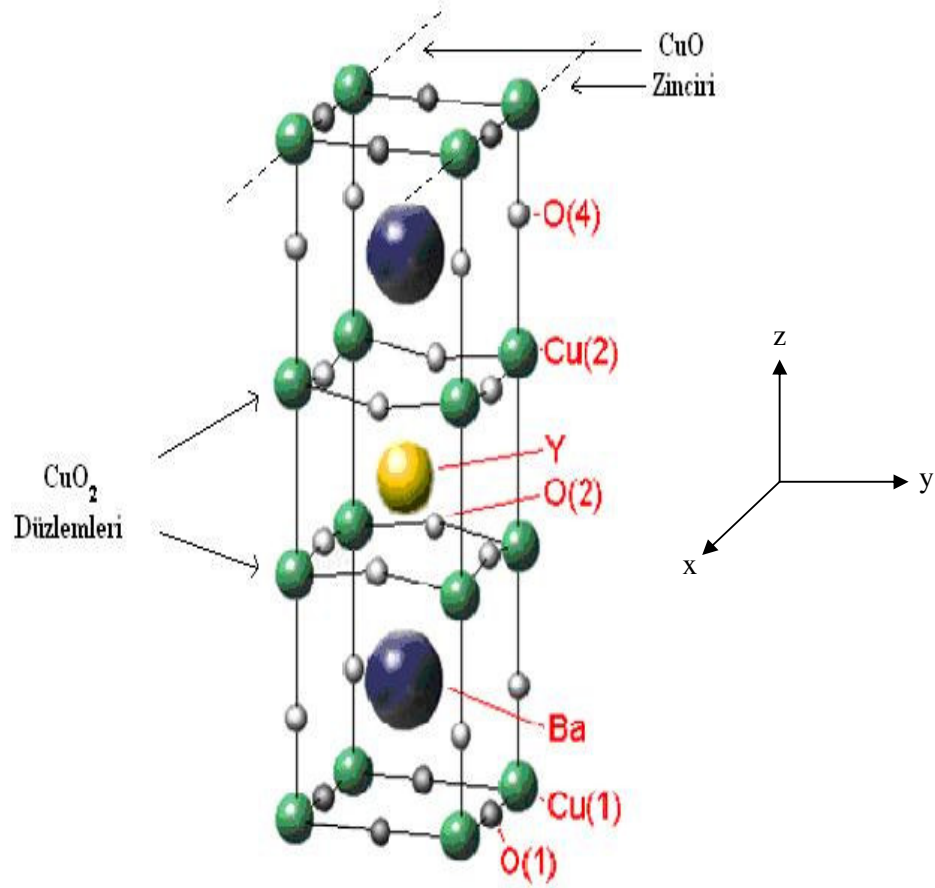


Şekil 1.8. Katkısız YBa₂Cu₃O_{7-δ}'nın numunesinin X-ışını kırınım desenleri:

a) Ortorombik yapı, b) Tetragonal yapı (42).

Bilindiği gibi YBCO süperiletken bileşikler oksijen eksikliğine duyarlıdır. Oksijen miktarındaki düşme Cu-O düzlemlerini etkileyerek numunenin süperiletkenlik göstermesini engelleyebilir. Oksijen eksikliği olan YBCO, Şekil 1.8'de görüldüğü gibi tetragonal yapıdadır. Buna karşılık oksijeni yeterince alarak süperiletkenlik gösteren YBCO aynı şekilde üstte görüldüğü gibi ortorombik yapıdadır. XRD grafiklerindeki (110) piki (013) pikinden büyük ise yapının ortorombik olduğu yani oksijen eksikliğinin olmadığı anlaşılır. Şekil 3.2'de üç farklı

fırınlama süresi için hazırlanan örneklerin XRD grafikleri görülmektedir. Bu üç grafikte de (110) pikinin (013) pikinden büyük olduğu görülmektedir.



Şekil 1.9. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiğinin kristal yapısı (Ortorombik yapı $a \approx b$ ve $c \approx 3a$).

Oksijen kaybına duyarlı olan Cu-O zincirleri, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğinde ortorombik-tetragonal faz geçişine sebep olur. Bu geçiş, sıcaklığa ve oksijenin kısmi basıncına bağlı olan, stokiometrik olmayan oksijen parametresi δ tarafından zorlanan bir düzen-düzensizlik faz geçişidir (43).

Tek boyutlu Cu-O zincirindeki O(1) yerlerine oksijen atomlarının yerleşmesiyle ($\delta=0$) oksijenlerin tamamlandığı ortorombik durum meydana gelir. Şayet δ artarsa, oksijen malzemeden ayrılarak; O(1) yerlerinden, boş olan O(5) yerlerine oksijen geçişi meydana gelir ve düzensizlik oluşur (43).

$\text{YBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ bileşiği çift zincirli olup 80 K civarında gözlenen kritik sıcaklığı oksijen kaybına hassas değildir. $\text{Y}_2\text{Ba}_4\text{Cu}_7\text{O}_{15}$ bileşiği ise yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ süperiletkenleri zincir kısımlarındaki oksijenlerin kayıplarına oldukça hassastırlar (44).

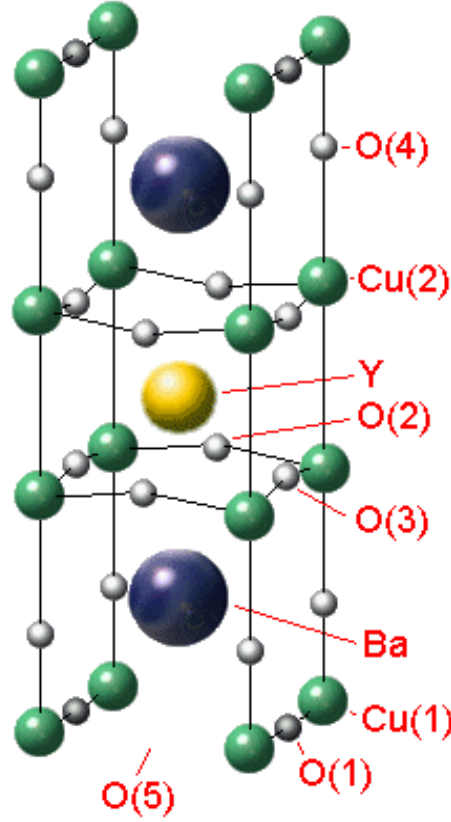
İdeal bir perovskit yapının birim hücresinde üç adet negatif yüklü oksijen (anyon) atomu bulunur ki bu durum üçlü perovskit hücrede dokuz adet oksijen konumunu belirtir. İdeal bir perovskit yapıda oksijen atomları on iki adettir. $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiği ise ideal perovskit yapıya göre oksijen eksikliğine sahiptir. Bu eksiklik Y atomlarının on iki yerine sekiz adet oksijen atomu tarafından çevrelenmiş olmasından kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte nötron kırınımı çalışmalarında Ba atomları arasındaki taban düzleminde, birim hücre kenarındaki oksijen atomlarından bir tanesinin olmadığı gözlenmiştir.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 'nin normal haldeki elektrik direnci akım yönüne bağlıdır, yani anizotropdur. Akımın z -yönünde akarken meydana getirdiği direnç, xy -düzleminde aktığı durumdakinden çok daha yüksektir. Buradan yola çıkılarak iletimin ağırlıklı olarak CuO_2 düzlemindeki taşıyıcılardan kaynaklandığı sonucuna varılabilir.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 'nin içerisinde oksijen miktarının değiştirilmesi ile yapıda bir takım değişiklikler meydana gelmektedir. Mesela $\delta=1$ olarak alınırsa $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ bileşiği elde edilmiş olur. Şekil 1.10'da görülen bu malzemede O(5) atomları yer almaz.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ bileşiği normalde elektriksel olarak yalıtkandır. Bu malzemede CuO_2 düzlemi yaklaşık olarak Cu^{2+} ve O^{2-} iyonlarından oluştuğu düşünülebilir. Cu^{2+} iyonları dış kabuklarında dokuz adet 3d değerlik elektronuna sahiptir ve toplam spin $\frac{1}{2}$ 'dir. Bakır'ın spinleri 400 K'in hemen üzerinde antiferromanyetik özellik gösterirler. O^{2-} iyonları ise, değerlik kabuğundaki yörüngeleri tamamen dolu olduğundan herhangi bir manyetik özellik göstermezler.

Şayet $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ 'ya bir oksijen ilâve edilirse, ilâve edilen bu oksijen atomları yarı iletkenlerdeki alıcı safsızlıklar gibi davranarak kristalde deşiklerin (hollerin) sayısını arttıırırlar. Bu hollerden bazıları CuO_2 düzlemlerine yerleşirler, fakat deşiklerin konsantrasyonu az iken iletim gözlenmez.



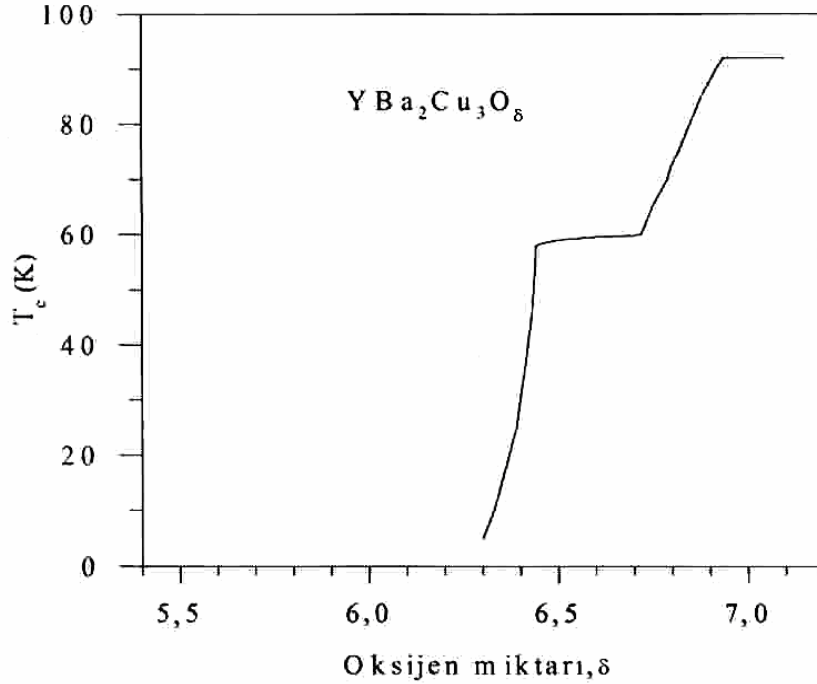
Şekil 1.10. Yalıtkan olan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ bileşiğinin kristal yapısı (Tetragonal yapı).

Sonuç olarak $\delta=0,6$ değerine sahipken, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ bileşiği antiferromanyetik durumdadır. Deşiklerin yerleşimi, elektron-elektron etkileşmesinin CuO_2 düzlemlerinde önemli olduğunu göstermektedir (45).

$\delta=0,6$ ya yaklaştığı zaman; kristal tetragonalden ortorombik ($a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) yapıya dönüşür ve bir yalıtkan geçişi meydana gelir. Kristal yapıda ise xy simetrisi bozularak CuO zinciri meydana gelir. İletim hollerin bölgesel olmamalarından dolayı ortaya çıkar.

Sonuç olarak kritik sıcaklık, örgüdeki oksijen miktarıyla oldukça ilişkilidir. Bu durum Şekil 1.11'daki grafikte görülmektedir (46). Yapılan nötron kırınımı çalışmalarından, oksijen boşluklarının düzenlenmesi ile maksimum kritik sıcaklığa ulaşılabileceği anlaşıldı. Mesela $\delta \approx 6,5$ iken kritik sıcaklık 60 K civarında, $\delta \approx 7$ civarında iken kritik sıcaklığı 90 K olan iki farklı süperiletken bileşik vardır. Bütün

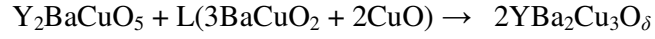
bunların ışığında süperiletkenlikten, oksijen bakımından fakir Cu-O tabakalarının sorumlu olduğu söylenebilir (46).



Şekil 1.11. $YBa_2Cu_3O_\delta$ bileşiğinde, kritik sıcaklığın, oksijen miktarıyla δ ile değişimi (8).

1.6. YBCO Bileşiğinin Faz Diyagramı

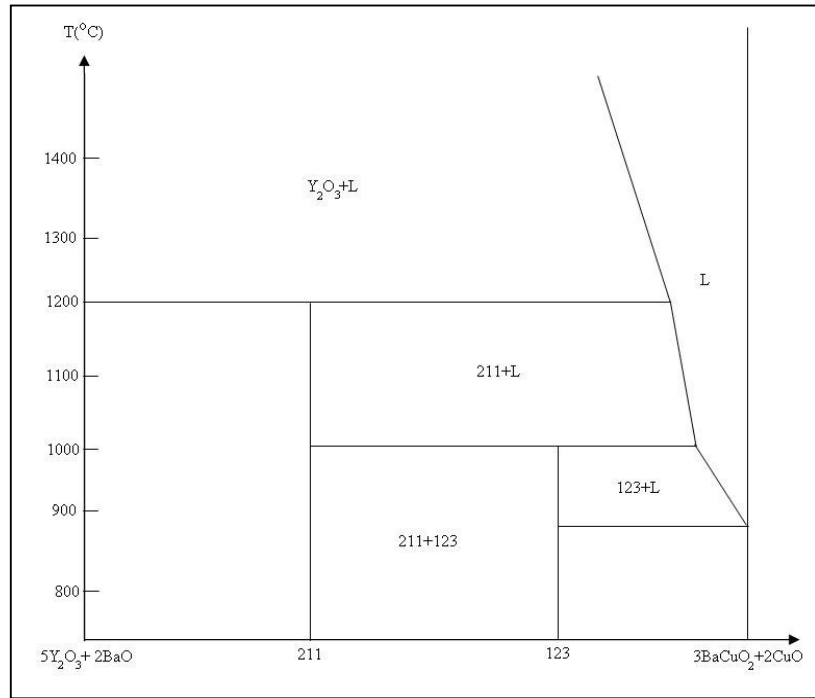
YBCO bileşiğinin faz diyagramı Şekil 1.12’de görüldüğü gibidir. Buna göre; 1200 °C den daha yüksek sıcaklıklarda Y_2O_3 + Sıvı faz (L) olacak şekilde bir reaksiyon meydana gelir (47). Burada sıvı faz L, BaO + CuO’in karışımından oluşmaktadır. Şayet sıcaklık bir miktar düşürülürse katı ve sıvı fazlar, peritektik bir reaksiyonla (bir katı fazın ısınması sırasında ve peritektik sıcaklığında, ayrı bileşenli bir sıvı ve bir de katı iki faza ayrışmasıyla sonuçlanan tersinir tepkimeye peritektik tepkime adı verilir) Y_2BaCuO_5 (211) bileşiği meydana gelir. Sıcaklık, 1000 °C civarında iken Y_2BaCuO_5 (211) katı fazı ile L sıvı fazı tekrar reaksiyona girerek $YBa_2Cu_3O_\delta$ bileşiğini oluşturur. Bu reaksiyon;



şeklindedir.

$YBa_2Cu_3O_8$ süperiletken bileşiğinin oluşmasından sonra, geriye kalan sıvı fazın süperiletken yapı içerisinde homojen olarak dağılması gerekmektedir. Şayet homojen bir dağılma meydana gelmezse fiziksel özelliklerde beklenen sonuçlara ulaşılamayabilir.

Süperiletken malzemenin üretim aşaması tamamlandıktan sonra elde edilen yapının homojen özellik gösterebilmesi için öncelikle 211 fazının yapı içerisinde homojen dağılmış olması gerekmektedir. Şayet Y_2O_3 katı parçacıkları başlangıçtaki sıvı faz içerisine homojen olarak dağıtılsa, 211 fazı da 123 fazı içerisinde homojen olarak dağılmış olacaktır. Bunu elde etmek için Eritme – Hızlı Soğutma yöntemi çok yaygın olarak kullanılmaktadır (47).



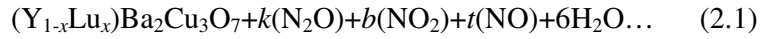
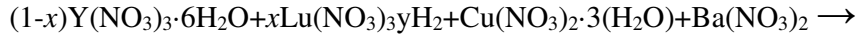
Şekil 1.12. YBCO faz diyagramı (47).

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Deneysel Çalışmalar

Bu tez çalışmasında Y yerine değişik oranlarda ($x = 0,05 - 0,9$) Lu katkısı yapılarak üretilen süperiletken numunelerin elektriksel, manyetik ve yapısal özelliklerinin incelenmesi hedeflendi.

Y ve Lu'un atomik ve iyonik yarıçapları birbirine yakın olduğu için YBCO bileşiğinde Y ile Lu'un yerdeğiştirmesine karar verildi. Y'un atomik yarıçapı $2,27 \text{ \AA}$ ve iyonik yarıçapı $0,9 \text{ \AA}$, Lu'un atomik yarıçapı $2,25 \text{ \AA}$ ve iyonik yarıçapı ise $0,848 \text{ \AA}$ dur.



$(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_7$ numunesinin hazırlanmasında kullanılan nitratlı bileşiklerin saflıkları ve molekül ağırlıkları ise Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1. YBCO numunesinin hazırlanmasında kullanılan nitratlı bileşikler.

Elementler		Saflıkları (%)	Molekül Ağırlıkları
Simge	Alınan Firma		
$Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$	Aldrich	99,9	383,01
$Lu(NO_3)_3 \cdot yH_2O$	Aldrich	99,999	360,99
$Ba(NO_3)_2$	Merck	99,0	261,35
$Cu(NO_3)_2 \cdot 3(H_2O)$	Merck	99,5	241,60

Katkısız ve 11 farklı Lu katkısı yapılarak hazırlanmış $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_7$ bileşiğindeki Lu katkı miktarları ile hazırlanan numunelerin sinterleme sıcaklıkları Çizelge 2.2'de verilmiştir.

Çizelge 2.2. $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğindeki Lu katkı miktarları ve sinterleme sıcaklıkları

Lu (x)	Hazırlanan Bileşik	T _A (°C)
0	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	970
0,05	Y _{0,95} Lu _{0,05} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	970
0,075	Y _{0,925} Lu _{0,075} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	970
0,1	Y _{0,9} Lu _{0,1} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	970
0,2	Y _{0,8} Lu _{0,2} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	967
0,3	Y _{0,7} Lu _{0,3} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	967
0,4	Y _{0,6} Lu _{0,4} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	965
0,5	Y _{0,5} Lu _{0,5} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	960
0,6	Y _{0,4} Lu _{0,6} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	960
0,7	Y _{0,3} Lu _{0,7} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	960
0,8	Y _{0,2} Lu _{0,8} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	955
0,9	Y _{0,1} Lu _{0,9} Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	955

Çizelge 2.2'ye göre üretilecek olan malzemeyi hazırlamak için gereken nitratlı bileşikler, bir beher içerisine koyularak çeker ocağa yerleştirildi. Daha sonra oda sıcaklığından itibaren ısıtılma işlemine tabi tutuldu. Sıcaklık 100°C civarına ulaştığında nitratlı bileşiklerde bulunan nitratlar yavaş yavaş erimeye ve azot içeren gazlar yayılmaya başladı. Eriyik, reaksiyonun kontrollü gerçekleşebilmesi için sürekli karıştırılarak yavaş yavaş artan ısıya tabi tutuldu. Malzemenin 200°C civarında tamamen eridiği görüldü. Sıcaklık, kontrollü bir şekilde yaklaşık 2 saatlik bir sürede 500°C'ye kadar çıkarıldı. Mavimsi bir renk alan karışım, bu aşamadan sonra nitratlarını kaybetmeye siyah renkli bir katı haline gelmeye başladı. Yaklaşık 500°C'de sıvı yapının neredeyse tamamen katı hale dönüştüğü gözlemlendi.

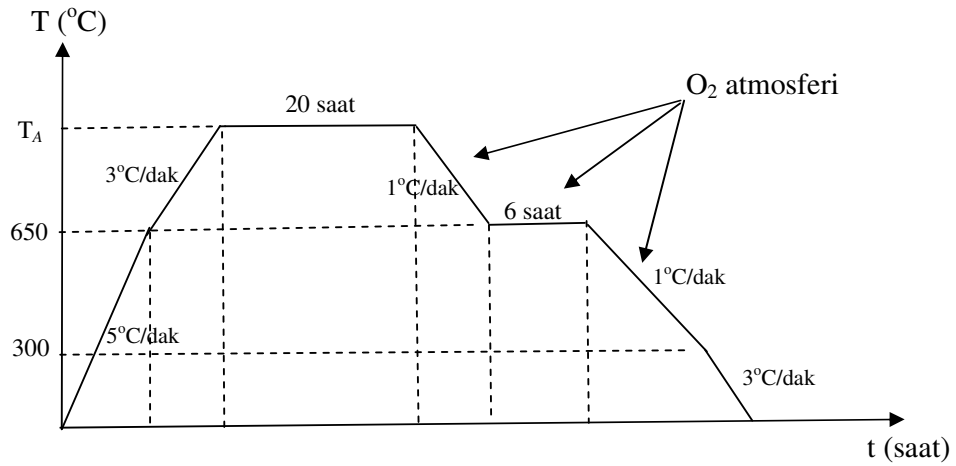
Elde edilen bu karışım, içinde kalması muhtemel azotlu bileşiklerin ortamdan uzaklaştırılabilmesi için 800 °C'deki bir fırında 10 saat kadar ek bir ısıtma işlemine tabi tutuldu.

Agat havanda yarım saat kadar öğütülen bu karışım, 60 barlık basınç altında 13 mm'lik tabletler haline getirildi.

Bu tabletler, Şekil 2.1'de görülen Protherm marka silindirik fırında oksijen atmosferinde Şekil 2.2'de görülen grafikteki süreç yardımıyla süperiletken tabletler haline getirilmiştir.



Şekil 2.1. Protherm marka silindirik fırın ve K-tipi ısı çift sıcaklık ölçer.

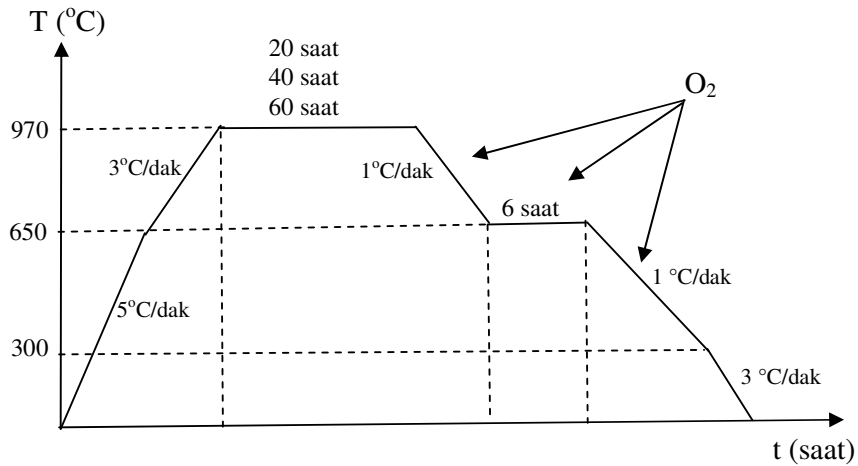


Şekil 2.2. Hazırlanan numunelerin sinterleme süreci.

Şekil 2.2’de görülen T_A sıcaklığı, katkı miktarının artması ile numunelerde erime meydana geldiği için azaltılmıştır. Hazırlanan tüm süperiletken numunelerin sinterleme sıcaklıkları Çizelge 2.1’de gösterildiği gibidir.

2.1.1. Sinterleme İşlemi

İdeal sinterleme süresinin tespiti için Şekil 2.3’de görülen süreç izlendi. Bu şekilde numuneler, 970 °C’de 20, 40 ve 60 saat olmak üzere üç farklı sıcaklıkta sinterlendiler. Katkısız olarak üretilen YBCO numuneleri, dikdörtgen şeklinde kesilerek, bunlara gümüş pasta, indiyum lehim ve gümüş teller yardımıyla dört noktadan kontak yapıldı. Daha sonra numunelerin kritik akım yoğunlukları, kritik geçiş sıcaklıkları, AC alınganlıkları ölçüldü, XRD desenleri elde edilerek, SEM görüntüleri ve EDS ölçümleri yapıldı.

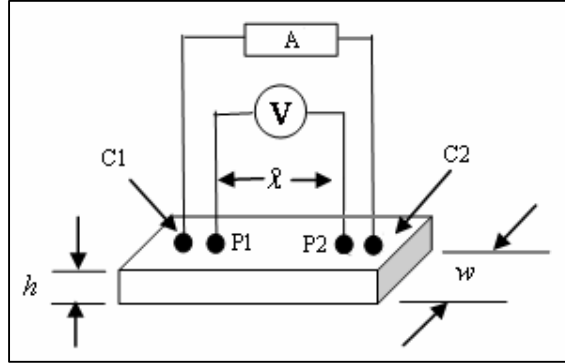


Şekil 2.3. Hazırlanan katkısız numunelerin sinterleme süreci.

2.1.2. Dört-Nokta Yöntemiyle Öz Direnç Ölçümü

Dört nokta direnç ölçüm metodu, bağlantı direncini elimine etmektedir. Bu metodun şematik gösterimi Şekil 2.4’de görüldüğü gibidir. C_1 ve C_2 kontakları arasına, bir güç kaynağı bağlanarak numune üzerinden küçük bir akım geçmesi

sağlanır. Bu sırada P1 ve P2 kontakları arasında bir voltmetre bağlanarak potansiyel düşmesi gözlenir.



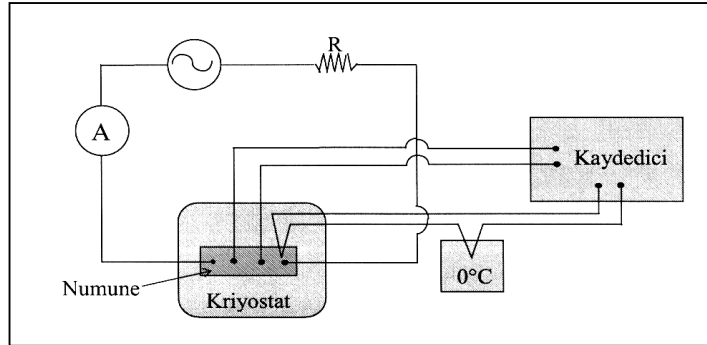
Şekil 2.4. Standart dört-nokta yöntemi (55).

Numunenin öz direnci; numunenin tesir kesiti, voltmetreden ölçülen değer ve uygulanan akım kullanılarak, Denklem 2.2 yardımıyla şu şekilde hesaplanabilir;

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

Bu yöntemle üretilen numunenin süperiletken olup olmadığı, T_C geçiş sıcaklığı gibi birtakım özellikleri belirlenebilir.

Dört nokta yöntemi ile süperiletken ölçüm sistemi Şekil 2.5’de şematik olarak gösterilmiştir. Silindirik şekilde üretilen numuneler, dikdörtgenler prizması olacak biçimde kesilerek aynı düzlemde bulunan dört noktaya, dört adet kontak yapılır.



Şekil 2.5. Dört nokta yöntemi ile öz direnç ölçüm düzeneği (30).

Hazırlanan numune, dış kontakları temsil eden C1 ve C2 noktaları yardımıyla akım kaynağına bağlandı. Hassas aralıkta ölçüm yapabilen bir voltmetre ise, iç noktaları temsil eden P1 ve P2 noktalarına bağlandı. Daha sonra, bu şekilde bağlantıları yapılan numunelerin özellikleri ölçülebilir.

2.1.3. Elektriksel Özdirenç

Elektriksel özdirenç ölçümleri; Abant İzzet Baysal Üniversitesi Süperiletkenlik Araştırma Laboratuvarı'nda, Şekil 2.6'da görülen *Oxford (10-300 K)* marka kriyostat sistemi kullanılarak ve 5mA'lık akım uygulanarak yapıldı.



Şekil 2.6. Özdirenç ölçümlerinin yapıldığı Oxford marka kapalı devre sıvı helyum kriyostat sistemi.

2.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri

Elektron mikroskobunun çalışma prensibi, yüksek gerilim altında hızlandırılan elektronların malzeme yüzeyine çarptırılarak yansması ve buna bağlı

olarak ortaya çıkan X-ışınları yardımı ile malzemenin yüzeyinin fiziki görüntüsünün elde edilmesi şeklindedir.

Elektron mikroskobu yardımıyla incelenmek istenen numunenin, yüzey görüntüsü, malzemenin içerdiği fazlar, taneciklerin yapı içerisindeki dizilimleri hakkında bilgi sahibi olunabilir.

Bu tez çalışmasında incelenen numunelerin analizleri, Şekil 2.7’de gösterilen ve Abant İzzet Baysal Üniversitesi’nde bulunan *JEOL JSM-6390L* marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak yapıldı. SEM görüntüleri, 20 kV çalışma voltajında ve 3000 kat büyütme ile alındı.



Şekil 2.7. JEOL JSM-6390L model taramalı elektron mikroskobu.

2.1.5. X-Işını Kırınımı (XRD) Ölçümleri

Bir malzemenin X-ışını kırınım desenleri (XRD) ölçümleri ile malzemenin kristal yapısı, malzemenin örgü tipi, malzemenin örgü parametreleri gibi malzeme ile ilgili yapısal bilgilere ulaşılabilir.

Üretilen numunelerin XRD ölçümleri, Abant İzzet Baysal Üniversitesi'nde bulunan, Şekil 2.8'da gösterilen *Rigaku Multiflex* marka difraktometrede, Cu flamandan 36 kV'luk potansiyel fark altında 26 mA'lık akım geçirilerek oluşan $K\alpha$ ışınları ile yapıldı. θ açısı ile numuneye gönderilen ışınların numuneden yansyarak 2θ açısıyla dedektöre dönmesiyle elde edilen kırınım desenleri, $0,02^\circ$ örnekleme adımları ile $20^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$ tarama aralığında çizildi.

Ortorombik yapıya sahip olan YBCO süperiletkenlerinde a , b , c örgü parametreleri, XRD desenlerinden yararlanılarak denklem 2.3'de verildiği gibi,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{\ell^2}{c^2} \quad (2.3)$$

şeklinde hesaplanır. Burada, d düzlemler arası mesafe ve h , k , ℓ Miller indisleridir.

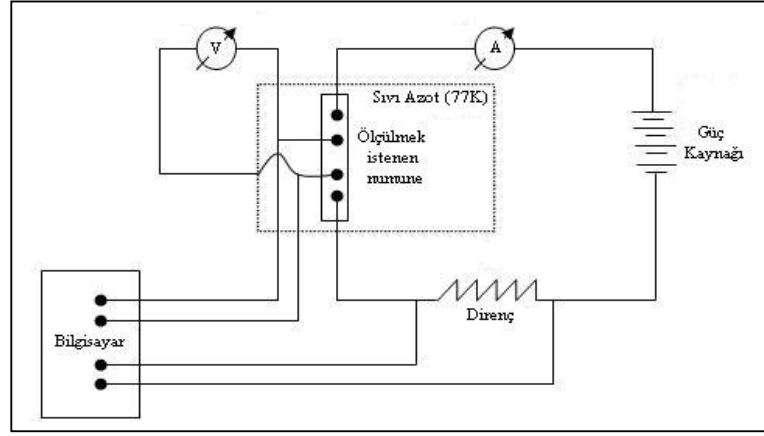


Şekil 2.8. Kırınım desenlerinin belirlenmesinde kullanılan Rigaku Multiflex marka XRD cihazı.

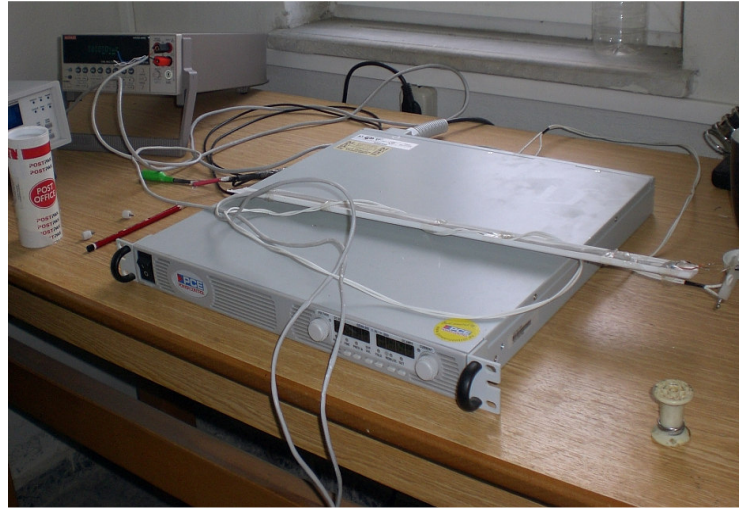
2.1.6. Kritik Akım Yoğunluğu (J_C) Ölçümleri

Süperiletkenlerin teknolojik kullanımı açısından önemli olan parametrelerinden birisi de kritik akım yoğunluğu'dur. Kritik akım yoğunluğu (J_C)

ölçümü Şekil 2.9’da şematik olarak gösterilen sistem yardımıyla ölçüldü. Ölçümler, Abant İzzet Baysal Üniversitesinde Şekil 2.10’da görülen düzenek yardımıyla sıvı azot sıcaklığında (77 K) yapıldı. 6 kV’luk çalışma potansiyeline sahip cihazla, numuneden 0,25 A’lık adımlarla akım geçirilerek iç kontaklar arasında 5 μ V’luk potansiyel fark oluştuğunda gözlenen akım değerinden J_C belirlenir. Bu sıcaklıkta numunelere, dış uçlarından 6 kV gerilimde çalışan yüksek akım güç kaynağı ile 0,25 A’lık artışlarla 0-10 A arasında akım verilerek ve iç uçlardan uygulanan akım değerine karşılık gelen gerilim değerleri bilgisayar yardımıyla ölçülür.



Şekil 2.9. Kritik akım ölçümlerinde kullanılan sistemin şematik görünümü.



Şekil 2.10. Kritik akım ölçümlerinde kullanılan sistemin görünüşü.

2.1.7. Enerji Ayırma Spektrometresi (EDS) Ölçümleri

X-ışınlarının her element üzerinden farklı dalga boyunda ve farklı açıda saçılması prensibine göre çalışan sisteme Energy Dispersive Spektrometresi (EDS) adı verilir. Elektron mikroskobundan gönderilen elektron demetinin numune yüzeyindeki atomlar ile etkileşmesi sonucunda farklı dalga boyunda X-ışınları oluşur. Bu X-ışınları, dedektör tarafından algılanıp uygun yazılımlar tarafından işlenir (48).

EDS ile noktasal analiz yapılarak, malzemede oluşan fazlar ve yapıdaki atomik yüzdelere gibi bilgiler elde edilir.

EDS analizleri Abant İzzet Baysal Üniversitesinde bulunan ve Şekil 2.7’de görülen elektron mikroskobuna ilave edilmiş olan Şekil 2.11’de görülen *EDS2006 Model 550i IXRF System* dedektör kullanılarak yapıldı.



Şekil 2.11. Enerji Ayırma Spektrometresi.

2.1.8. AC Manyetik Alınganlık Ölçümü

Bir süperiletken malzeme için en temel iki özelliğin sıfır direnç ve sıfır manyetik indüksiyon olduğu düşünülürse, bir malzemenin süperiletken olup

olmadığını belirlemek için yapılacak en uygun ölçümler, direnç ve manyetik alınganlık ölçümleri olacaktır.

Süperiletken malzemelerin manyetik alana karşı oldukça duyarlı olmalarının temel sebebi, tanecikli yapıları ve bu tanecikler arasındaki zayıf bağlardır.

Manyetik alınganlık ölçümleri, malzemelerin diyamanyetik geçişini gözleyebilmek için yapılır. Manyetik alınganlık χ ile gösterilmekte olup, malzemede oluşan M manyetizasyonunun, dışarıdan uygulanan H manyetik alana göre değişimini veren bir ifadedir.

Bir süperiletken malzeme Denklem 2.5’de verilen AC dış manyetik alan içerisine koyulduğunda;

$$H(t) = h_0 \sin Wt \quad (2.5)$$

malzemede meydana gelen manyetizasyon Denklem 2.6’da verildiği gibidir.

$$M(t) = h_0 \sum_{n=1}^{\infty} [\chi'_n \sin(nWt) - \chi''_n \cos(nWt)] \quad (2.6)$$

Burada χ' ifadesi harmonik alınganlığın faz içi bileşenini ve χ'' ifadesi ise faz dışı bileşenini ifade etmektedir.

Şayet dış manyetik alan DC olsaydı, süperiletken numunenin toplam manyetik momenti Denklem 2.7 ile verilen zamandan bağımsız ifade olurdu.

$$M = \chi H \quad (2.7)$$

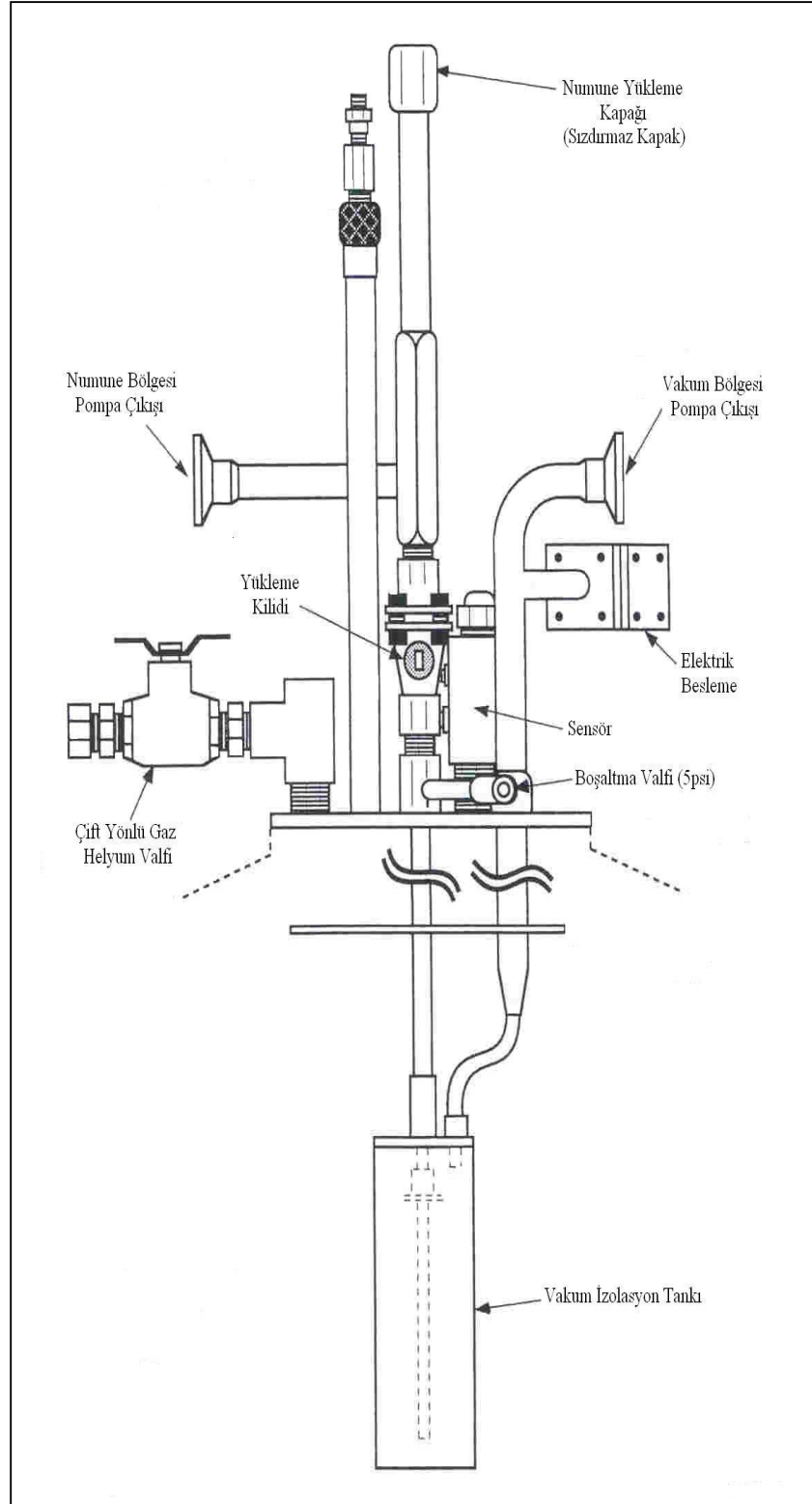
Manyetik alınganlık ölçümü malzemenin tamamı hakkında bilgi edinmemizi sağladığından oldukça önemlidir. Direnç ölçümü ise malzemenin tamamı hakkında bilgi vermeyebilir. Bunun sebebi, malzeme içerisinde az bir bölgede bile sıfır direnç gösteren bir alan varsa akımın bu alanı kullanmasıdır. Böylelikle de diğer bölgelerin özellikleri incelenememiş olur.

Manyetik alınganlık ölçümleri Ankara Üniversitesi Süperiletkenlik Laboratuvarında Şekil 3.12’de görülen kapalı devre *Lake Shore 7130 Kriyostat* sistemi ile yapıldı. Şekil 2.14’de temsili olarak parçaları gösterilmiştir. Bu sistemde numune Şekil 2.15’de görülen kısma koyulmaktadır. Yine Şekil 2.15’de numune probu ve numune tutucu kısım görülmektedir.

Şekil 2.13’de sistemin ana parçaları şematik olarak görülmektedir. Şekil 2.14’de ise numune tutucu yer almaktadır.



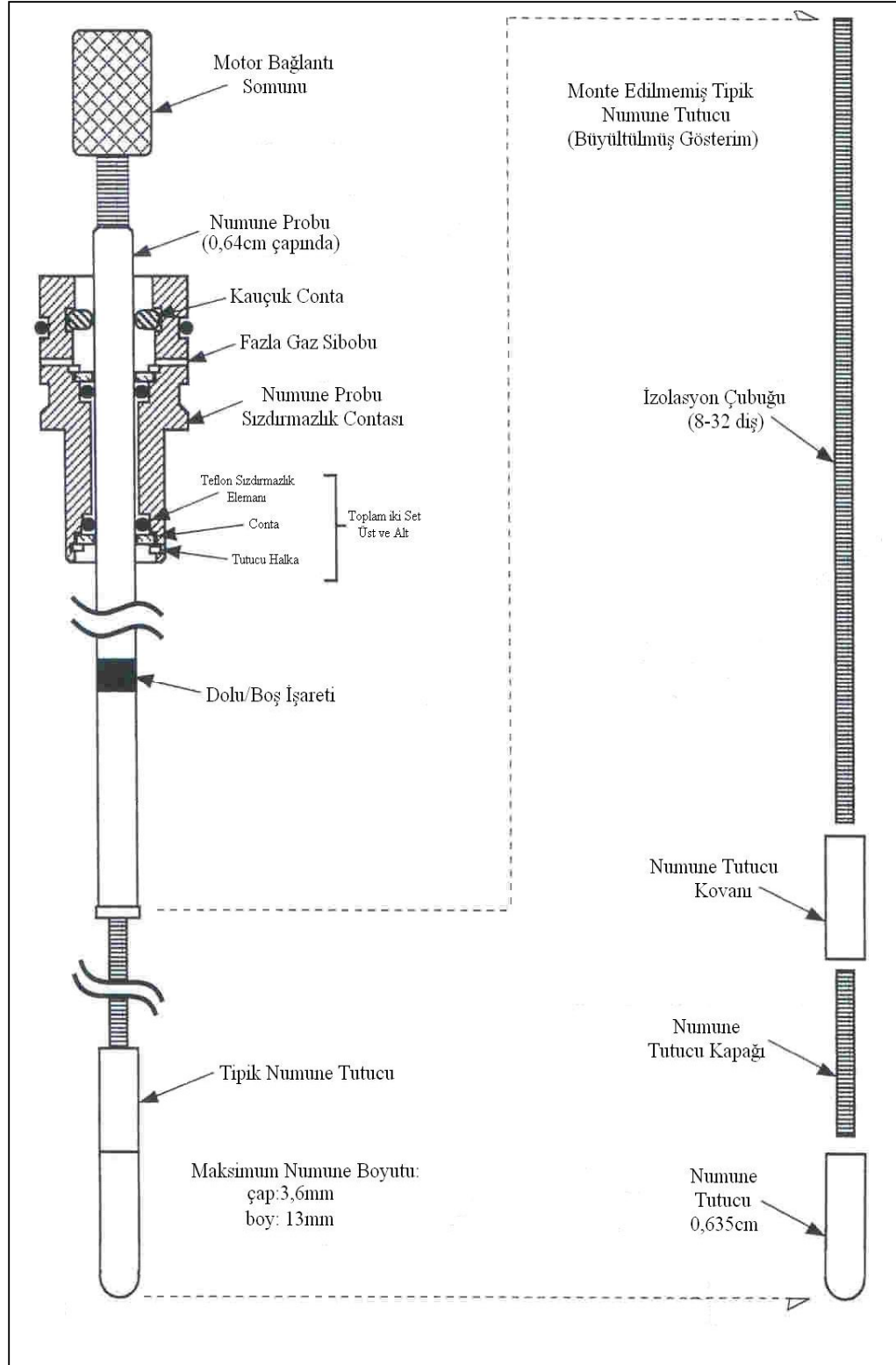
Şekil 2.12. Manyetik alınganlık ölçüm sistemi.



Şekil 2.13. Manyetik alınganlık ölçümünde kullanılan kapalı devre kriyostat sisteminin temsili gösterimi (49).

Şekil 2.12’de görülen manyetik alınganlık sistemi 15 K ile 325 K arasında değişen sıcaklık değerlerine $\pm 0,2$ K hassasiyetle ve $\pm 0,1$ K kararlılıkla ayarlanabilmektedir. Aynı şekilde, manyetik alan da 0,1 A/m (0,00125 Oe) ile 1600 A/m (20 Oe) arasındaki değerlere $\pm 0,05$ % hassasiyetle ayarlanabilmektedir. Ayrıca bu sistemde frekans ayarlanarak, frekansa bağlı ölçümler de yapılabilmektedir. Sistemin frekans ayarı; 1 Hz aralıklarla 1 Hz’den 1 kHz’e kadar ve 10 Hz aralıklarla 1 kHz’den 10 kHz’e kadar yapılabilmektedir (50).

Şekil 2.14’de görülen manyetik alınganlık sisteminde eş eksenli ve eşit sarım sayılı ikincil bobinler, birincil bobinlerin içerisine yerleştirilir. İncelenecek numune ise ikincil bobinlerden birisinin içerisinde yer alır. Birincil bobinler, bir AC akım kaynağı ile beslenir. Eşit ve zıt sarımlı bu bobinlerin uçlarında herhangi bir malzeme incelenmediği durumda potansiyel fark sıfır olacaktır. Alınganlığı olan malzeme incelenirken bobinler arasındaki potansiyel fark, sıfırdan farklı olacaktır ve gerilim sıfırdan farklı değerler alacaktır.

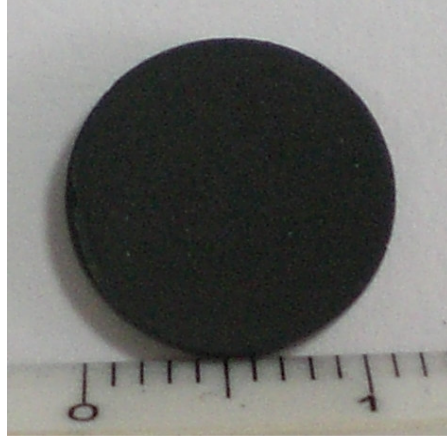


Şekil 2.14. Manyetik alınganlık ölçümünde kullanılan kriyostat sisteminde kullanılan numune probunun kesit görünüşü (51).

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

3.1. İdeal Fırınlama Şartları İçin Elde Edilen Sonuçlar

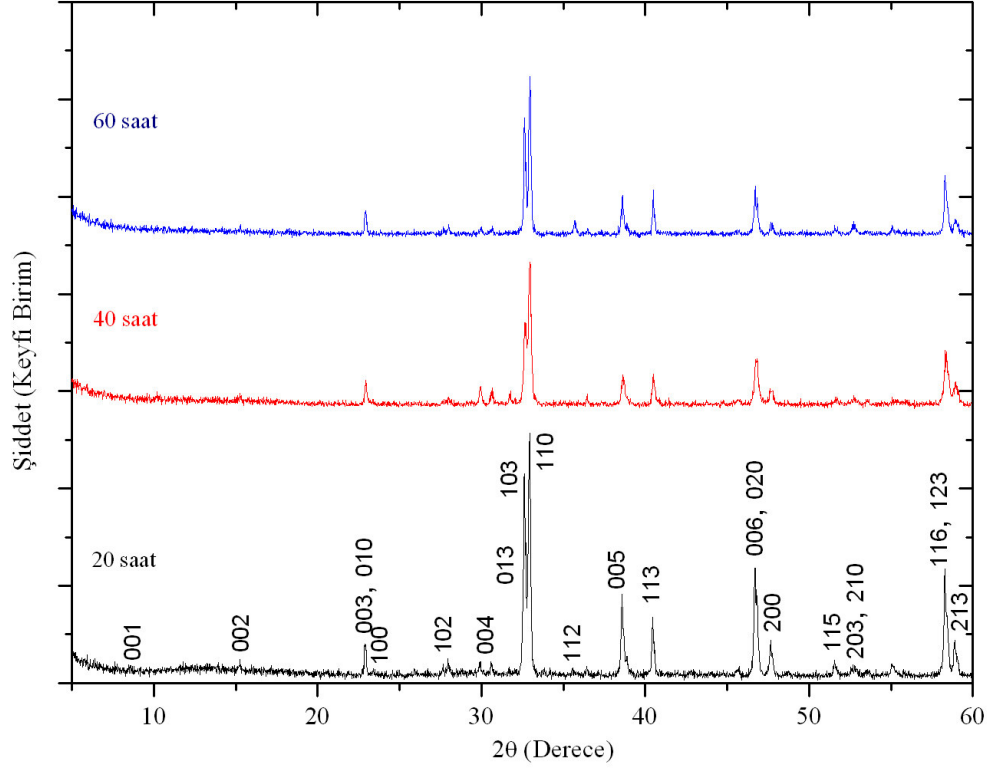
Üretilen katkısız numuneler değişik sıcaklıklarda sinterlenmiş ve en uygun sinterleme sıcaklığı 970 °C olarak tespit edilmiştir. 970 °C’de üretilen numuneler Şekil 3.1’de görüldüğü gibi sinterleme işleminden sonra bir miktar küçülmektedir.



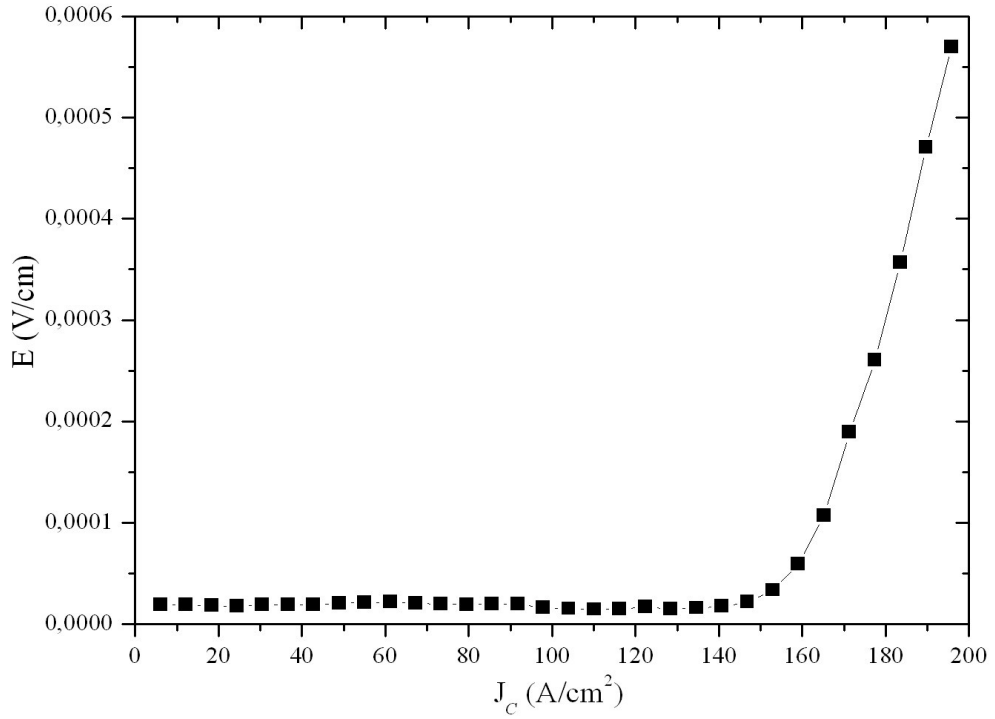
Şekil 3.1. 970°C’de üretilen YBCO numunesi.

Hazırlanan katkısız numunelerin, ideal fırınlama sıcaklıklarının belirlenmesinden sonra, ideal fırınlama sürelerinin belirlenmesi için, numunelerin XRD, öz direnç ve kritik akım yoğunluğu ölçümleri yapıldı. Buna göre en uygun sinterleme süresi 20 saat olarak belirlendi. Şekil 1.10’da Kikuchi ve arkadaşları tarafından yapılan X-ışını kırınım desenleri Şekil 3.3’de görülmektedir (42). Buna göre üretilen numunelerin kırınım desenleri ortorombik faz ile büyük bir uyum içindedir.

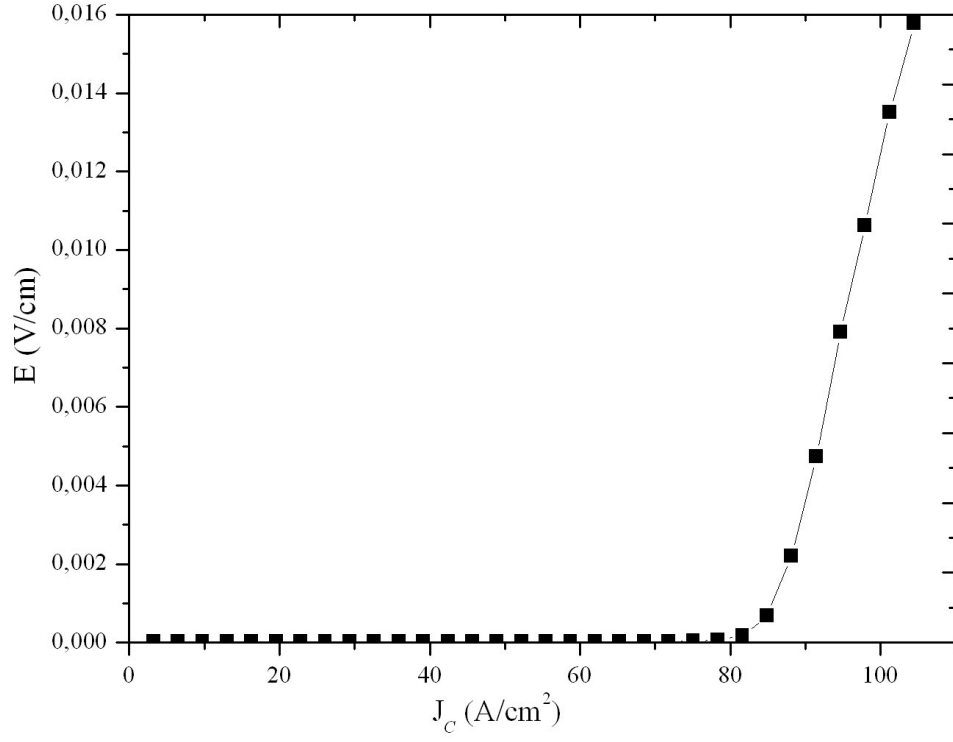
970 °C’de 20, 40 ve 60 saat süreyle ısıtıl işlem uygulanmış katkısız YBCO örneklerinin E – J_C grafikleri sırasıyla Şekil 3.3, 3.4 ve 3.5’de verilmiş olup Şekil 3.6’da ise bu grafikler ortak olarak çizilmiştir. Aynı numunelere ait öz direncin sıcaklıkla değişimi grafikleri ise Şekil 3.7 – 3.9’da görülmektedir.



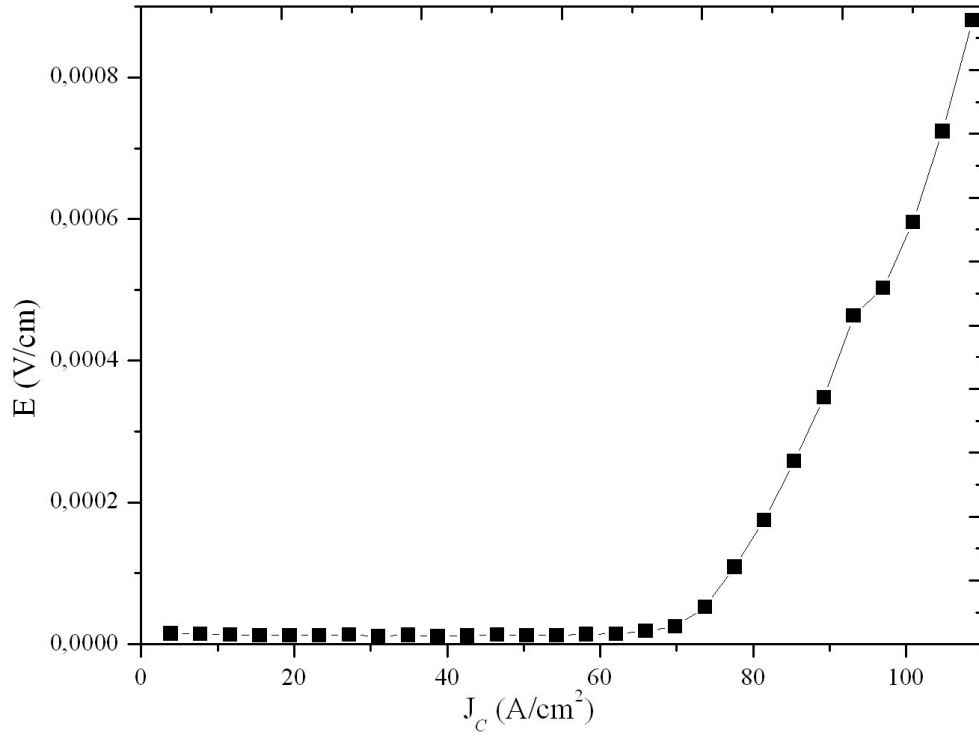
Şekil 3.2. 970°C’de farklı sürelerde ısıl işleme tabi tutulmuş katkısız YBCO numunelerinin XRD desenleri.



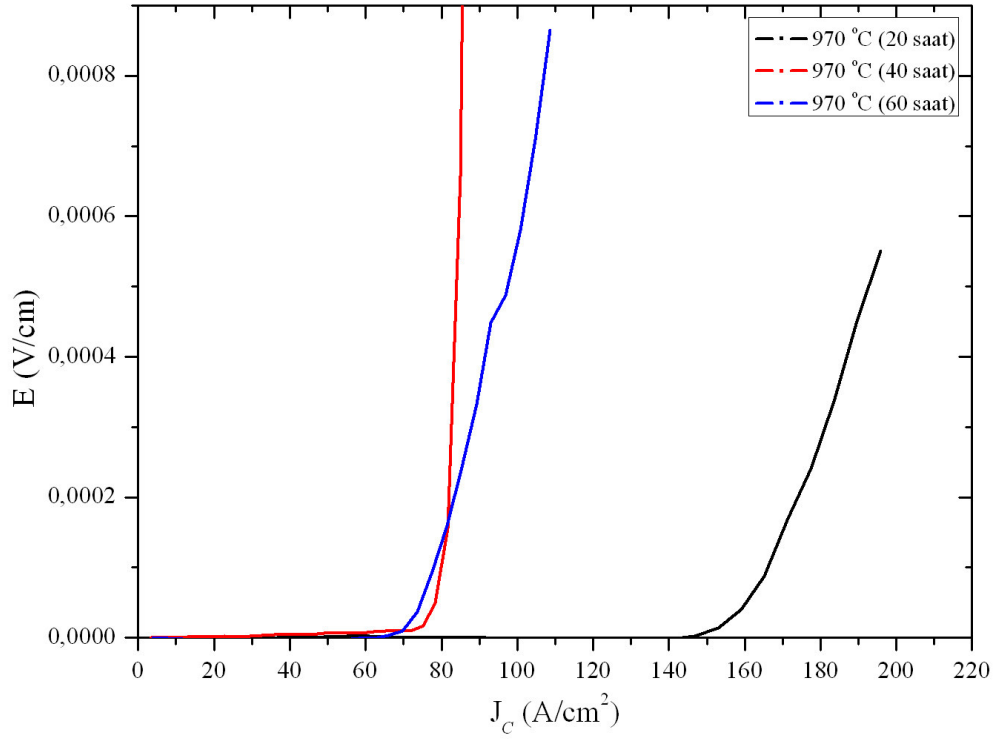
Şekil 3.3. 970 °C’de 20 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E- J_c grafiği.



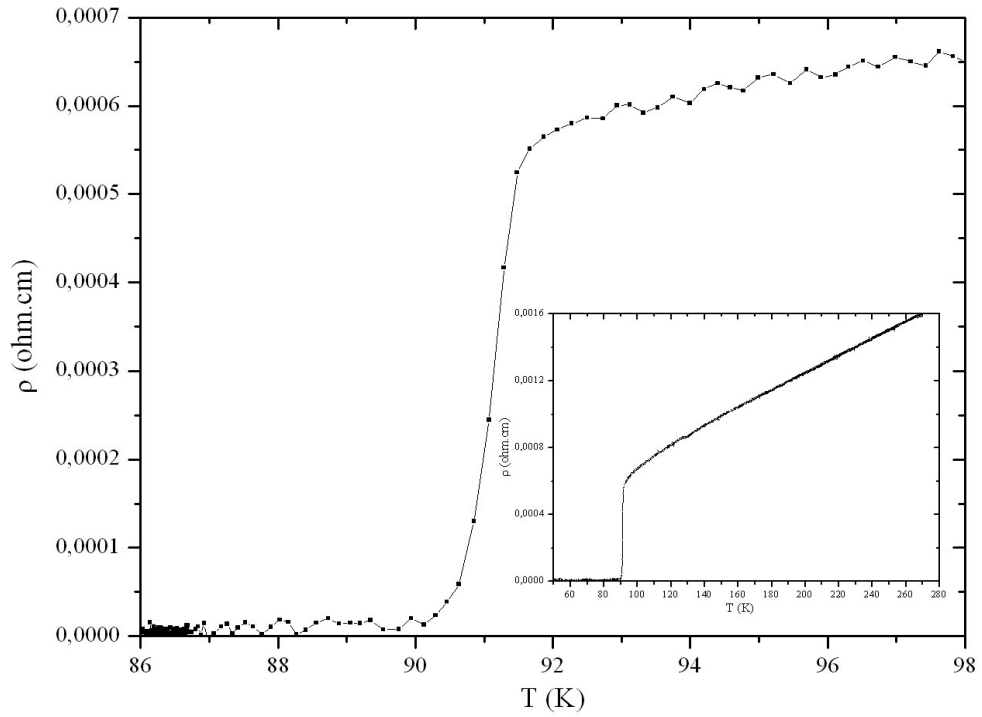
Şekil 3.4. 970 °C’de 40 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E - J_c grafiği.



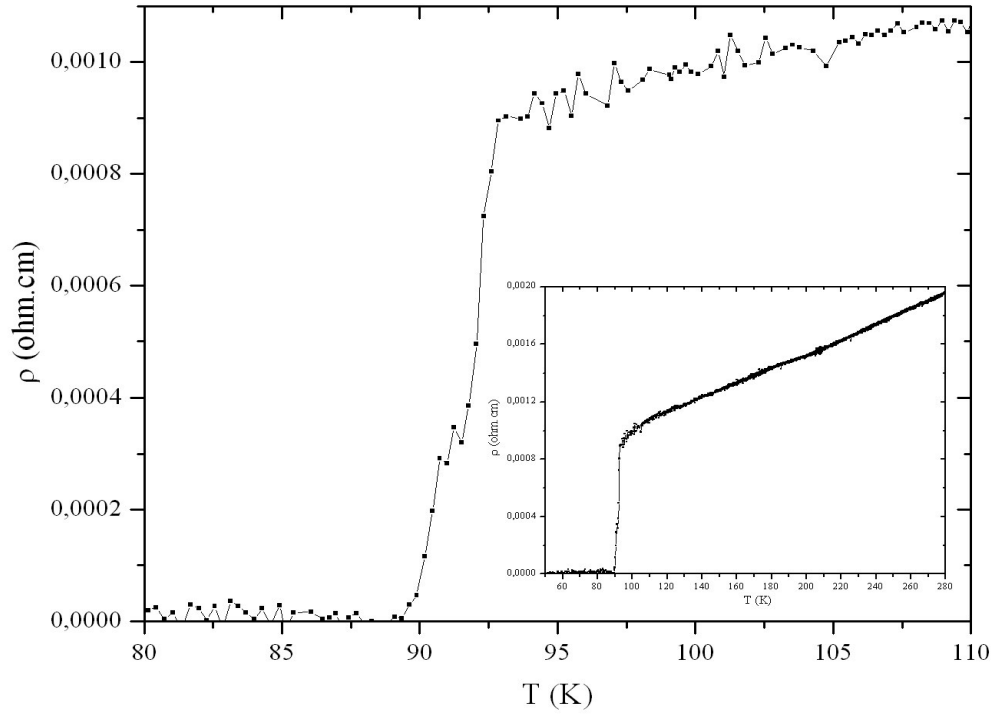
Şekil 3.5. 970 °C’de 60 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin E - J_c grafiği.



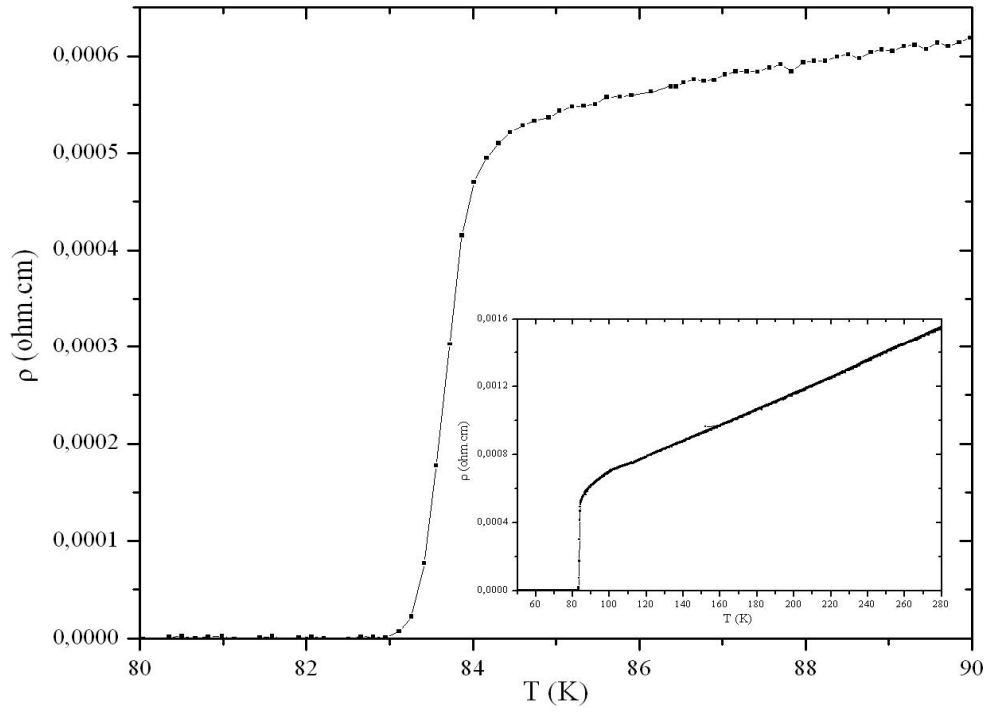
Şekil 3.6. 970 °C’de 20, 40 ve 60 saat ısıtıl işlem uygulanmış katkısız YBCO numunelerinin E - J_c grafikleri.



Şekil 3.7. 970 °C’de 20 saat sinterlenen YBCO numunesinin ρ - T grafiği.



Şekil 3.8. 970 °C’de 40 saat sinterlenen YBCO numunesinin ρ -T grafiği.



Şekil 3.9. 970 °C’de 60 saat sinterlenen katkısız YBCO numunesinin ρ -T grafiği.

Şekil 3.7'ye göre (110) pikinin (013) pikinden büyük olduğu böylece numunelerin ortorombik yapıda kristallendikleri anlaşılmaktadır.

Ayrıca 20 saat sinterlenen numuneye ait piklerin diğerlerine göre daha belirgin olduğu görülmektedir.

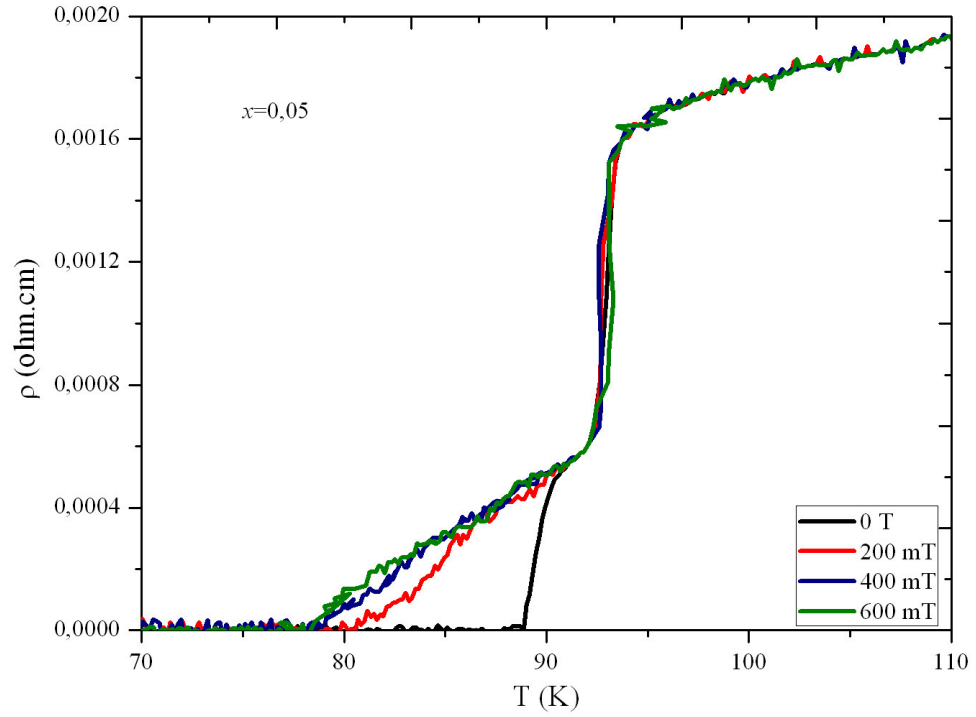
Üç numuneye ait $E-J_C$ grafikleri incelendiğinde (Şekil 3.6) 20 saat sinterlenen numunenin J_C değerinin 150 A/cm^2 olduğu görülmektedir. 40 saat sinterlenen numunenin J_C değerinin 80 A/cm^2 civarında ve 60 saat sinterlenen numunenin J_C değerinin de 70 A/cm^2 civarında olduğu görülmektedir. Bu verilerden de 20 saat sinterlenen numunenin J_C değerinin diğerlerinden oldukça iyi olduğu görülmektedir.

970°C 'de 20, 40 ve 60 saat sinterlenen numunelerin öz direnç değerlerinin sıcaklıkla değişimleri Şekil 3.7-3.9'da görülmektedir. Buna göre, oda sıcaklığına karşılık gelen öz direnç değerlerinde önemli bir değişiklik gözlenmezken, T_C değerlerinin, sinterleme sıcaklığının artması ile $90,5 \text{ K}$ 'den 83 K 'e azaldığı görülmektedir. Bu da uygun tavlama süresinin tespitinde önemli bir katkı sağlamıştır.

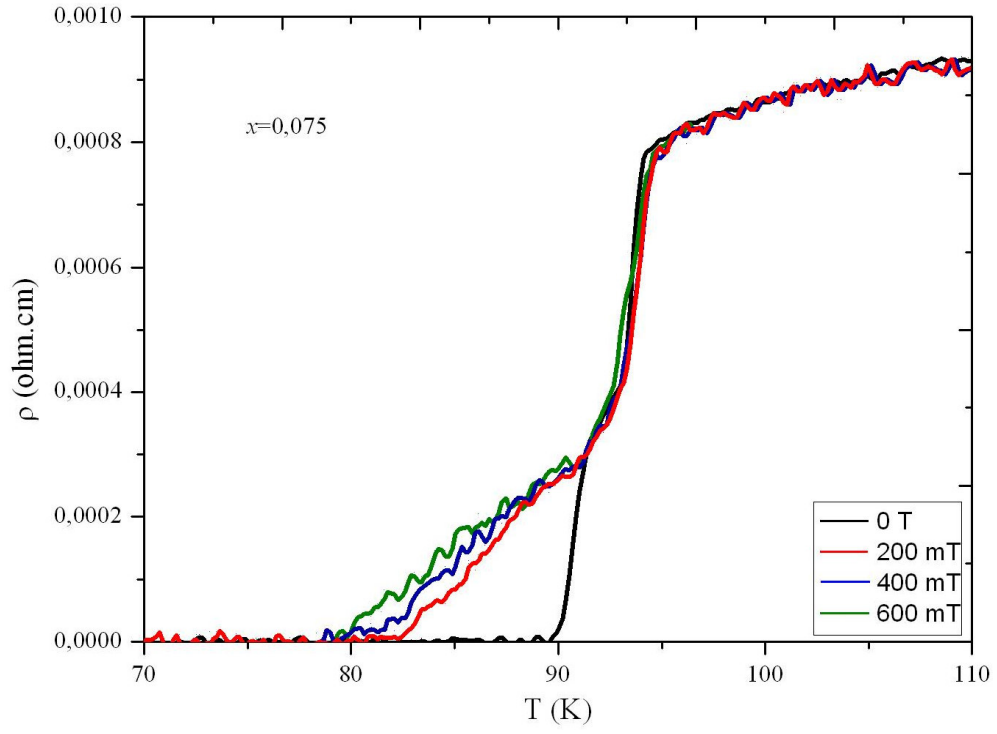
3.2. Lu Katkılı Numuneler İçin Yapılan Ölçümler

3.2.1. Özdirenç - Sıcaklık Ölçümleri

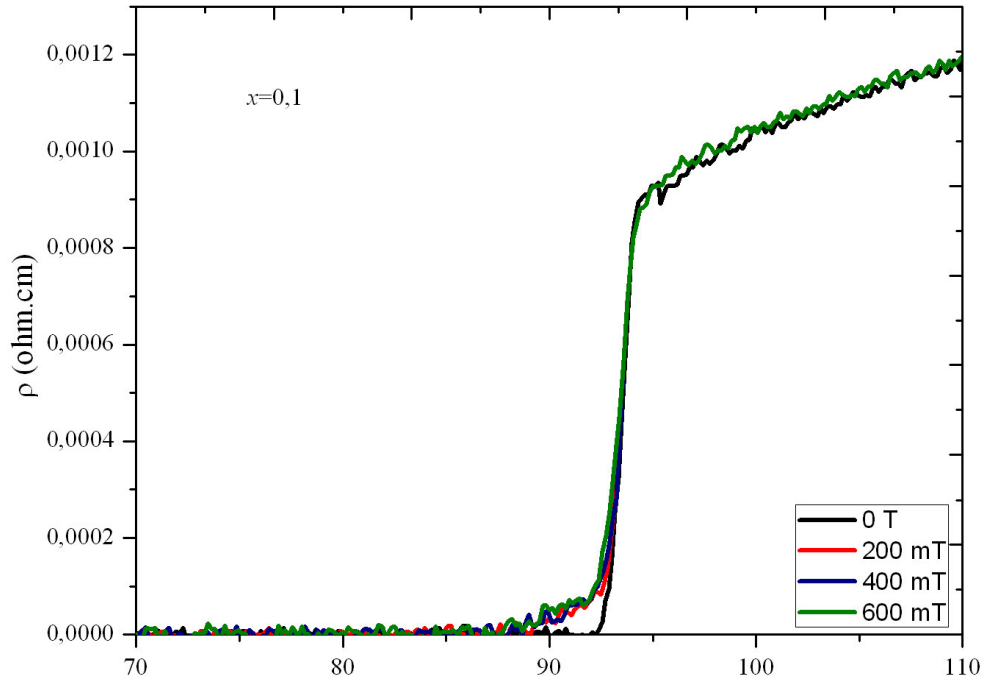
Şekil 3.10-3.20’de Lu katkılı numuneler için elektriksel özdirencin sıcaklıkla değişim (ρ -T) grafikleri görülmektedir. Ölçümler, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Süperiletkenlik Uygulama ve Araştırma Laboratuvarında bulunan ve Şekil 2.7’de gösterilen Oxford marka kapalı devre sıvı helyum kriyostat sistemi ile dış manyetik alan uygulanmadan ve daha sonra 200, 400 ve 600 mT dış manyetik alan uygulanarak yapıldı. Şekillerden görülebileceği gibi uygulanan manyetik alanın artması ile kritik sıcaklık değerleri belirgin bir şekilde düşmektedir.



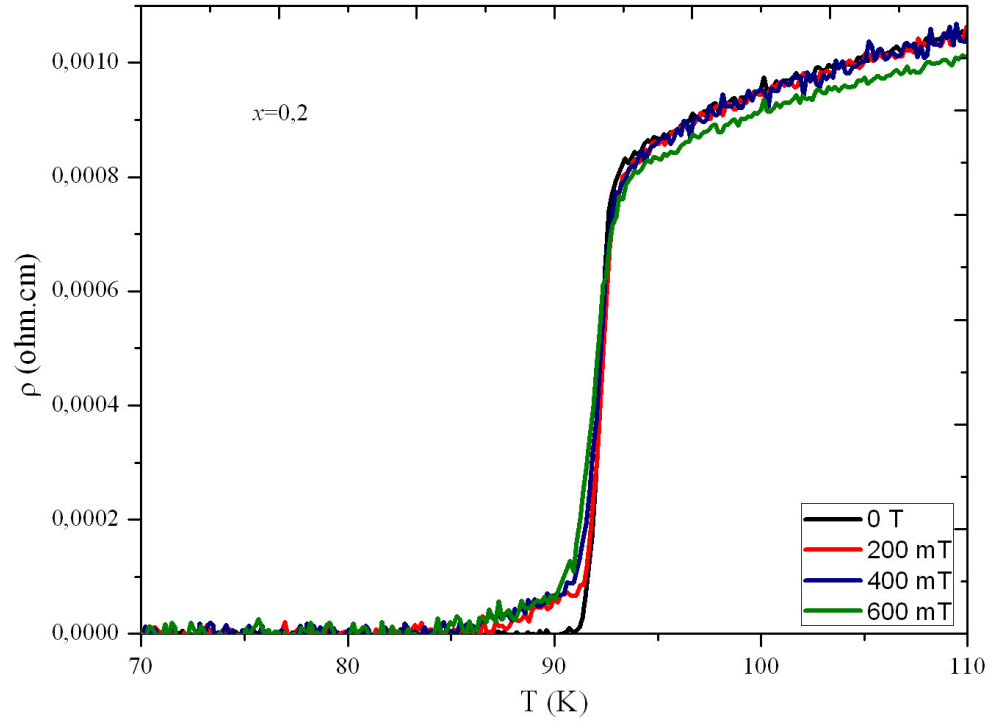
Şekil 3.10. $x=0,05$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



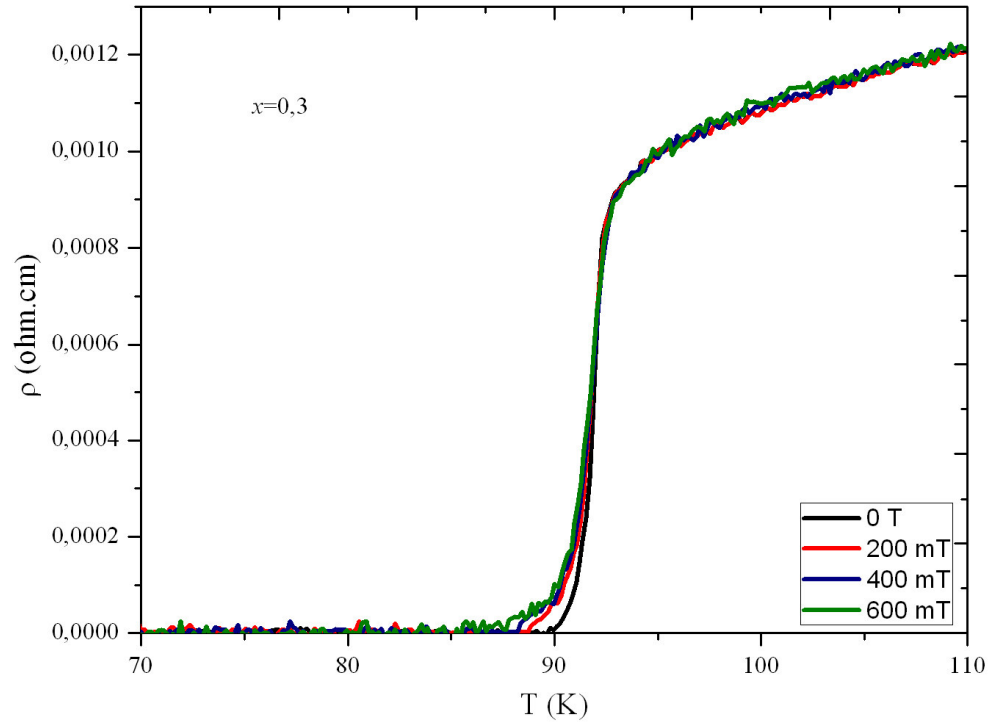
Şekil 3.11. $x=0,075$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



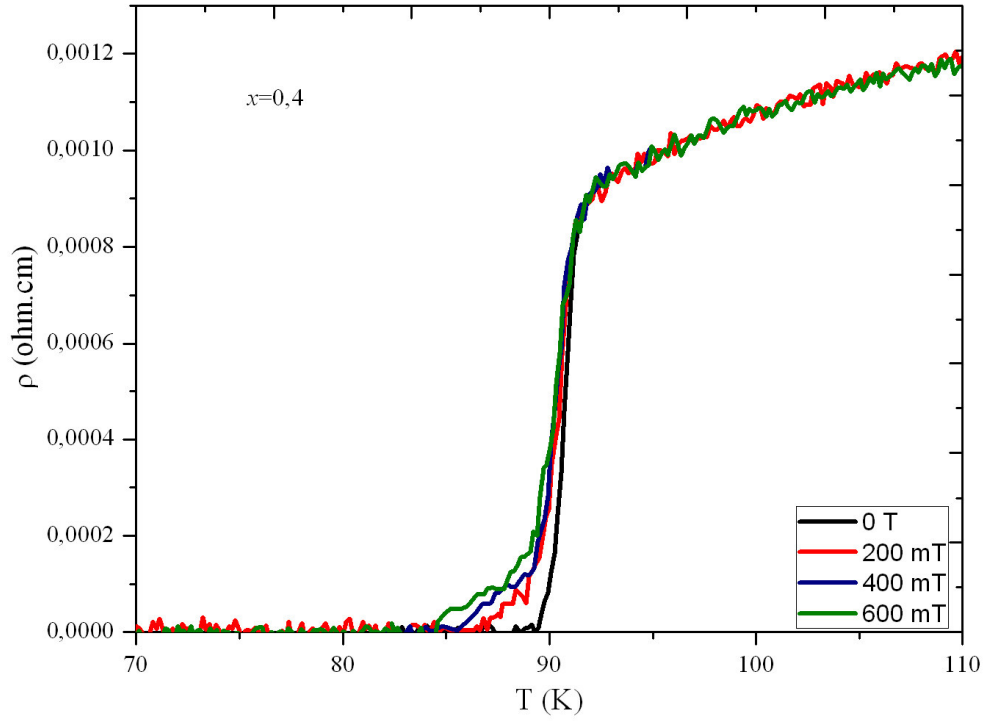
Şekil 3.12. $x=0,1$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



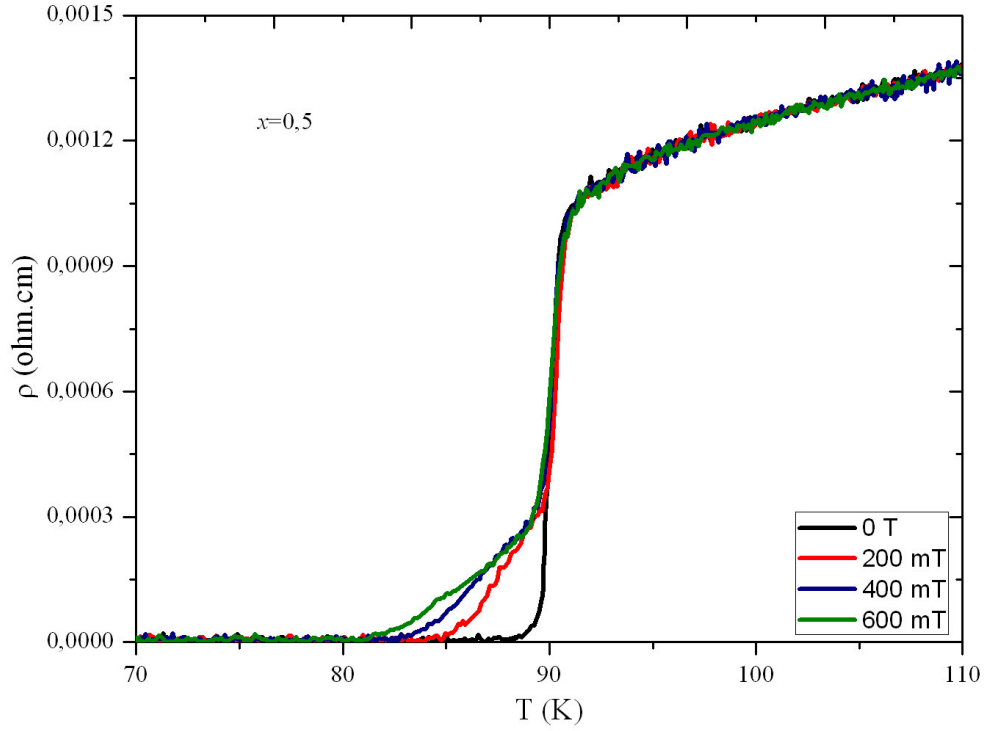
Şekil 3.13. $x=0,2$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



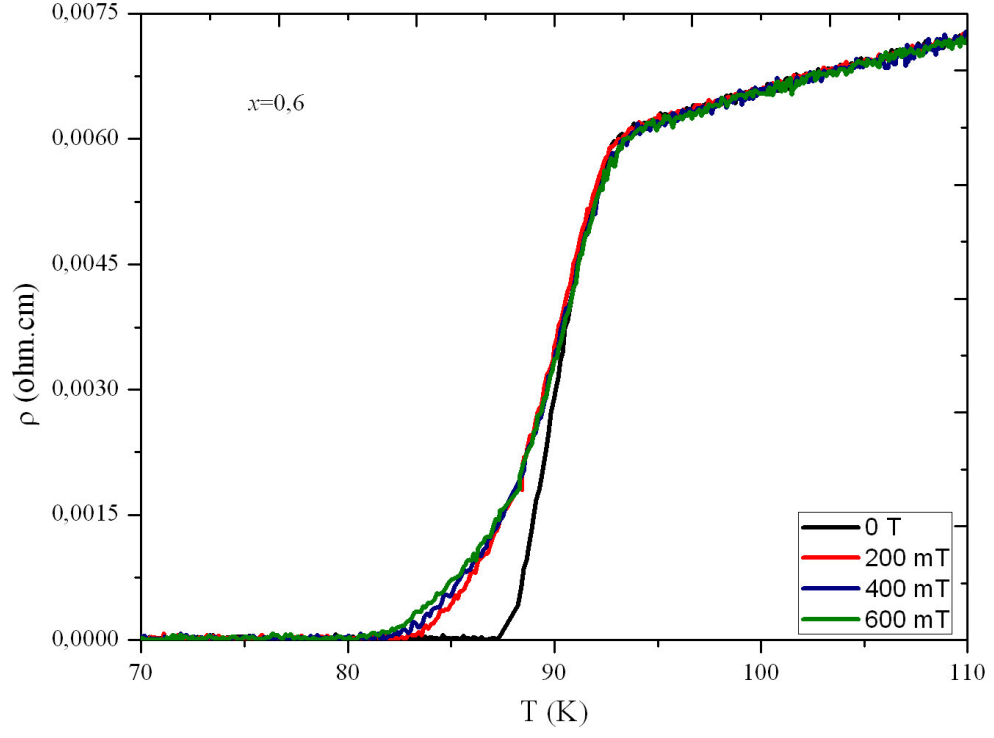
Şekil 3.14. $x=0,3$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



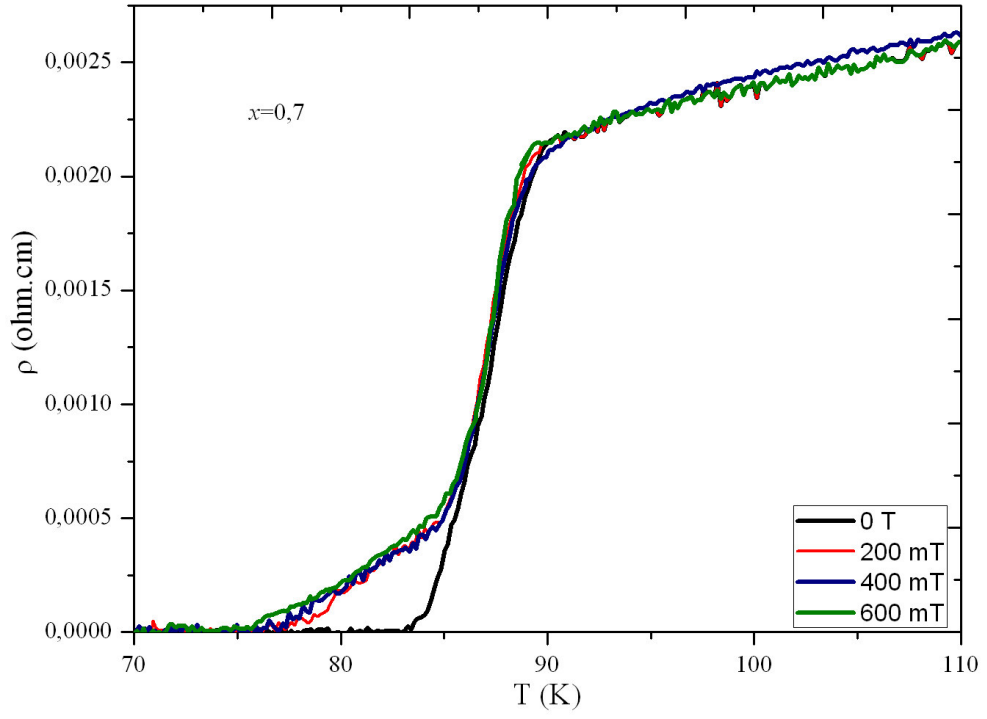
Şekil 3.15. $x=0,4$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



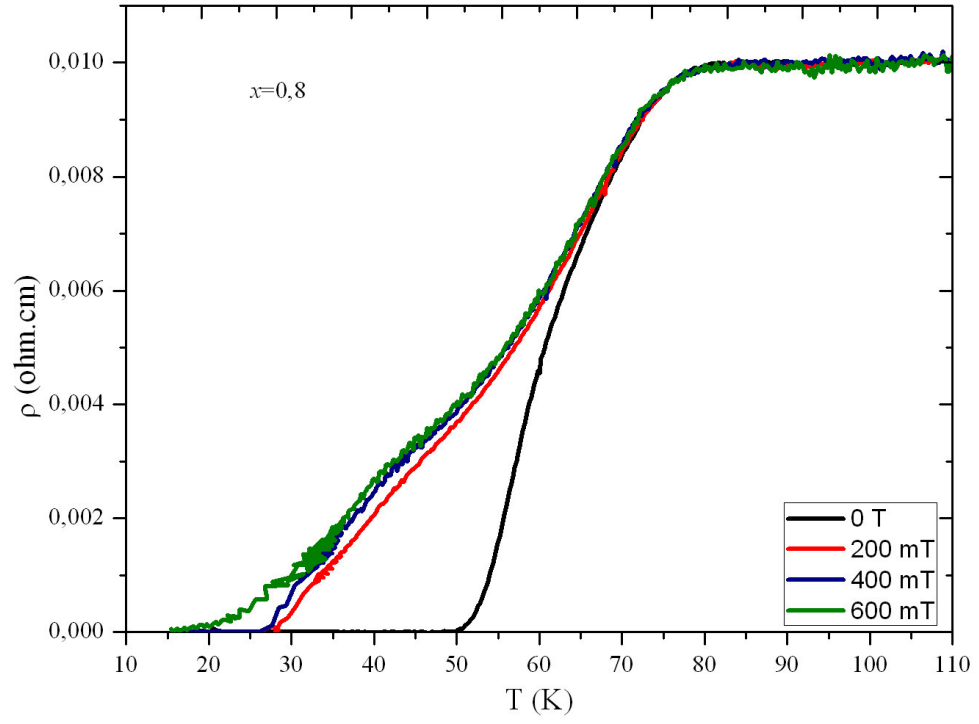
Şekil 3.16. $x=0,5$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



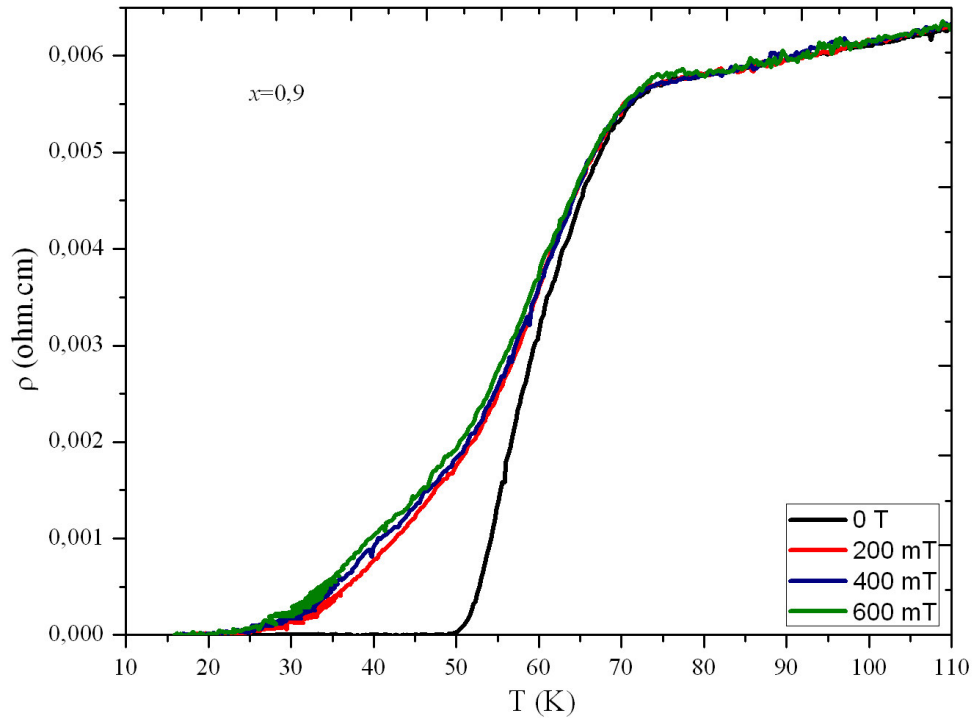
Şekil 3.17. $x=0,6$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



Şekil 3.18. $x=0,7$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.



Şekil 3.19. $x=0,8$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.

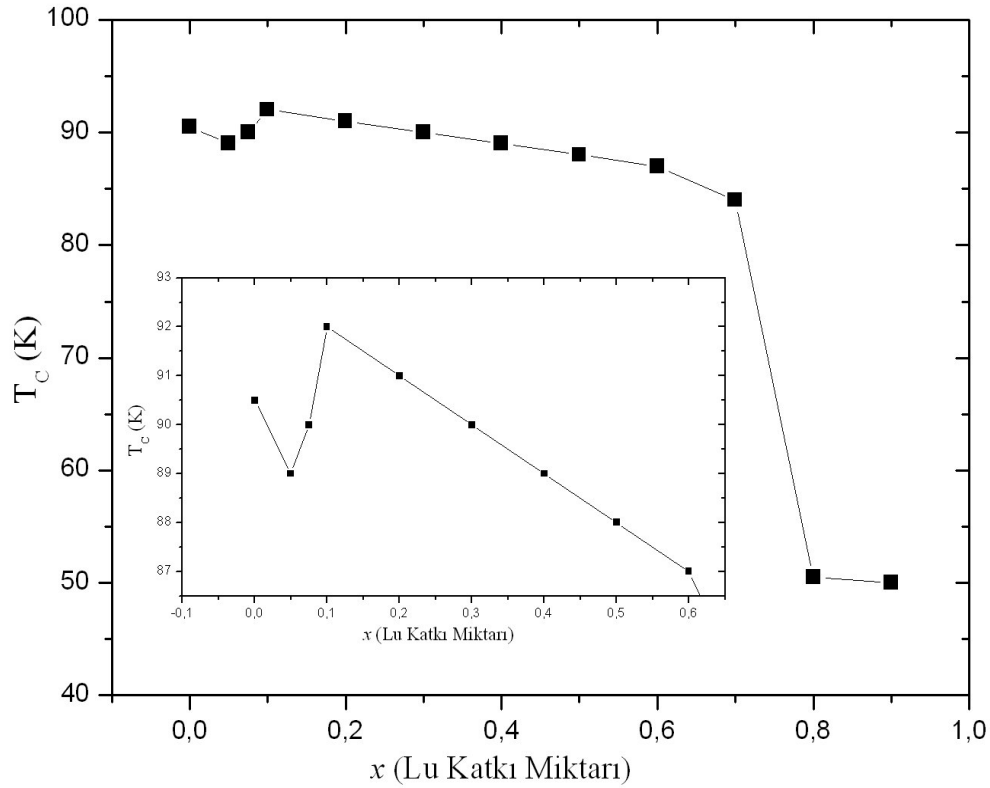


Şekil 3.20. $x=0,9$ Lu katkılı numunenin ρ -T grafiği.

Şekil 3.21’de Lu katkı miktarının artışına bağlı olarak kritik geçiş sıcaklığının değişimi görülmektedir. Buna göre katkı miktarının artması ile düşük sıcaklık bölgesine doğru bir kayma gözlenmektedir. Az miktarlardaki katkılarda ($x=0,05$ ve $0,075$) özdirencin değişiminde ΔT_C bölgesinde bir çıkıntı gözlenmekte, $x=0,1$ değerinde ise T_C en büyük değerine ($T_C = 92,5$ K) ulaşmaktadır. Bundan sonraki katkılar ($x=0,7$ değerine kadar) T_C değerini orantılı bir şekilde azaltmaktadır. $x=0,8$ ve $0,9$ değerlerinde ise çok keskin bir düşüş gözlenmektedir.

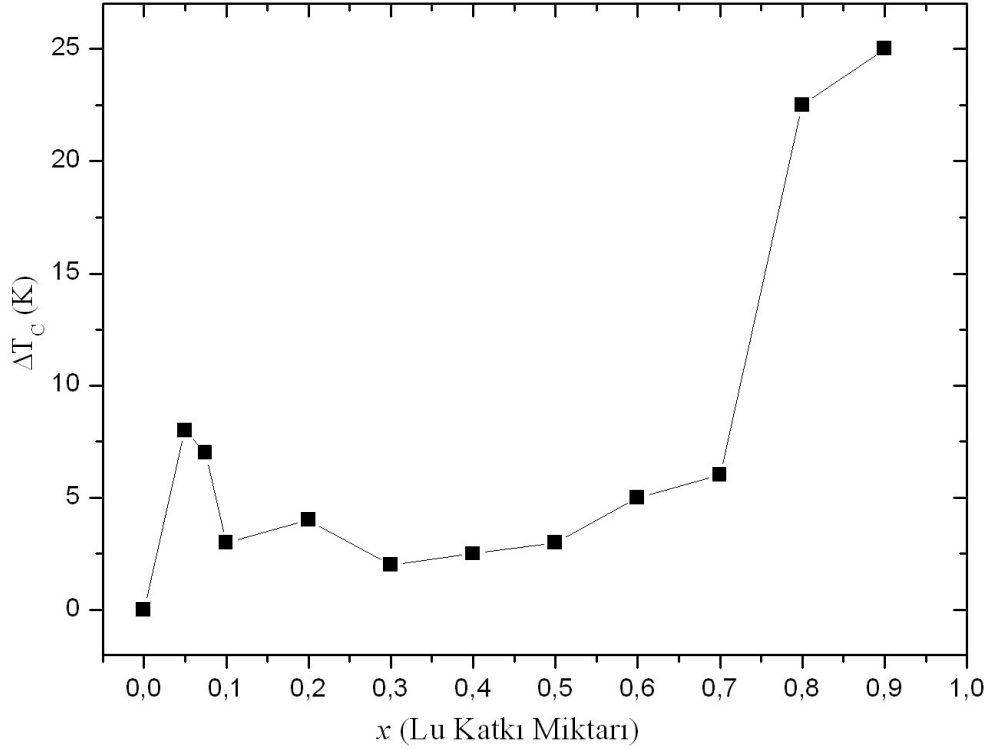
Numunelere daha sonra 200, 400 ve 600 mT’lık alan uygulanmış ve manyetik alandaki bu artışın, düşük sıcaklık bölgesine kaymayı 4-20 K kadar artırdığı gözlenmiştir.

Lu katkısı $x=0,5$ ’in üzerine çıktığında, ΔT_C artmakta ve uygulanan dış manyetik alanlar sonucunda meydana gelen düşük sıcaklık bölgesine doğru kayma $H_a=600$ mT için 20 K civarında olmaktadır. Ayrıca $x=0,8$ ve $0,9$ katkılarında ise ayrılmanın T_C^{on} değerinden itibaren başladığı gözlenmektedir.



Şekil 3.21. Katkı miktarı ile T_C değerlerinin değişimi.

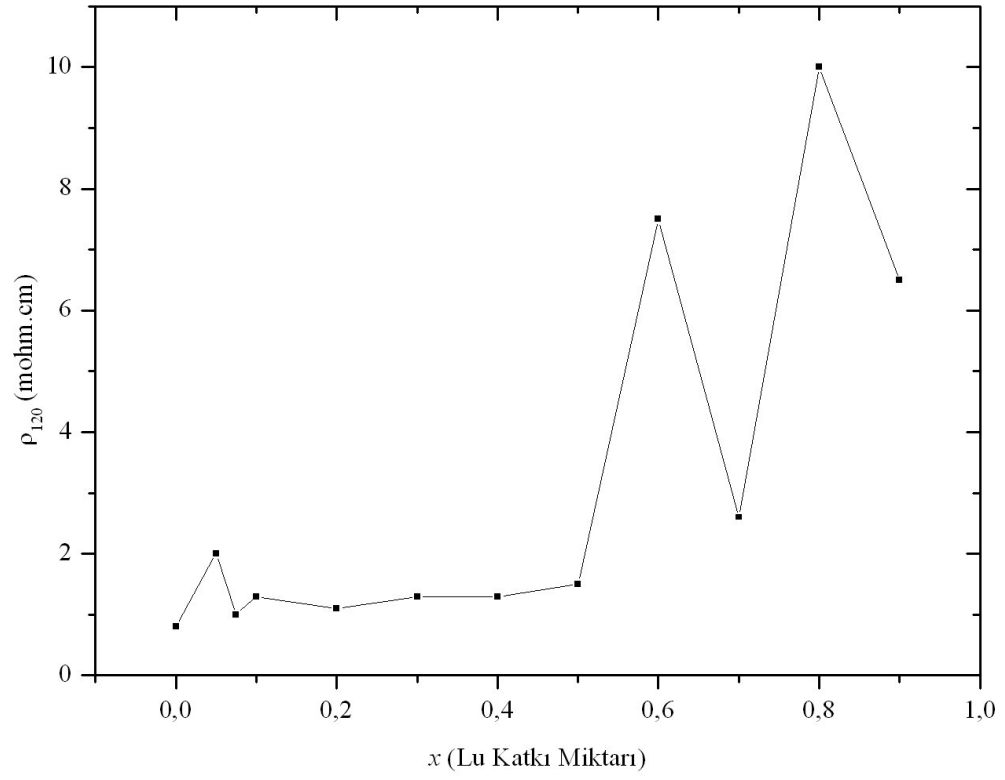
Şekil 3.22’de uygulanan alan $H_a = 200$ mT iken ölçülen T_C değeri (T_C^{200}) ile alan uygulanmadan ölçülen T_C değeri (T_C^0) arasındaki farkın, katkı miktarına göre değişimi görülmektedir.



Şekil 3.22. T_C^{200} ile T_C^0 arasındaki farkın katkı miktarına göre değişimi.

Buna göre, düşük katkı miktarlarında ($x = 0,05$ ve $0,075$) fark yaklaşık olarak 8 K iken, $x = 0,1 - 0,5$ arasında yaklaşık 2-3 K kadar gözlenmektedir. Katkı miktarı $x = 0,8$ 'e ulaştıktan sonra ise fark anormal bir şekilde artmakta ve yaklaşık 20-25 K kadar olmaktadır.

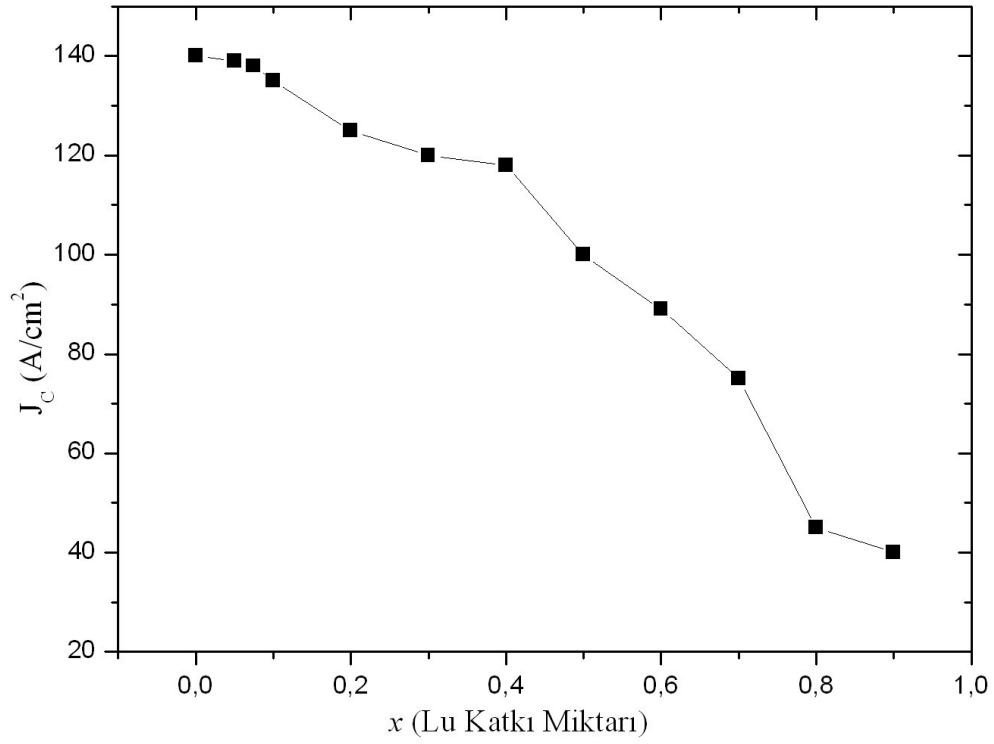
Şekil 3.23’de Lu katkı miktarı x ’e karşı 120 K’deki öz direnç değerlerinin değişimi görülmektedir.



Şekil 3.23. Katkı miktarı ile 120 K'deki öz dirençlerin karşılaştırılması.

3.2.2. E – J_C Grafikleri

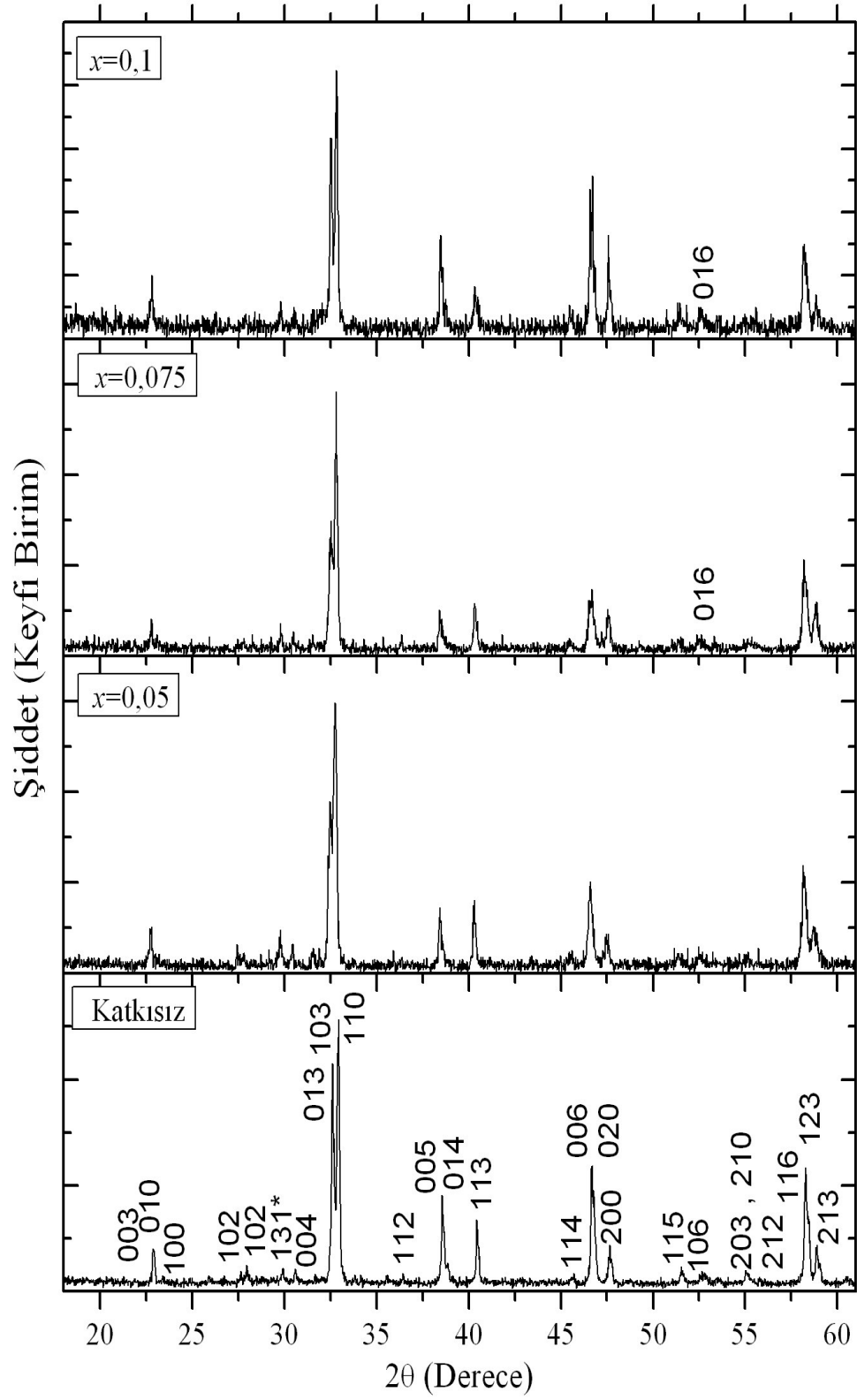
Şekil 3.24’de Lu’un katkı miktarı x ’e göre kritik akım yoğunluğunun değişimi görülmektedir. Katkı yapılmamış numunede 150 A/cm^2 olan J_C değeri, katkı miktarının artışı ile giderek azalmakta ve $x=0,9$ katkısında yaklaşık 40 A/cm^2 değerine düşmektedir. Ancak düşük katkıları için öz direnç ölçümlerinde gözlenen anormallik bu ölçümlerde ortaya çıkmamaktadır.



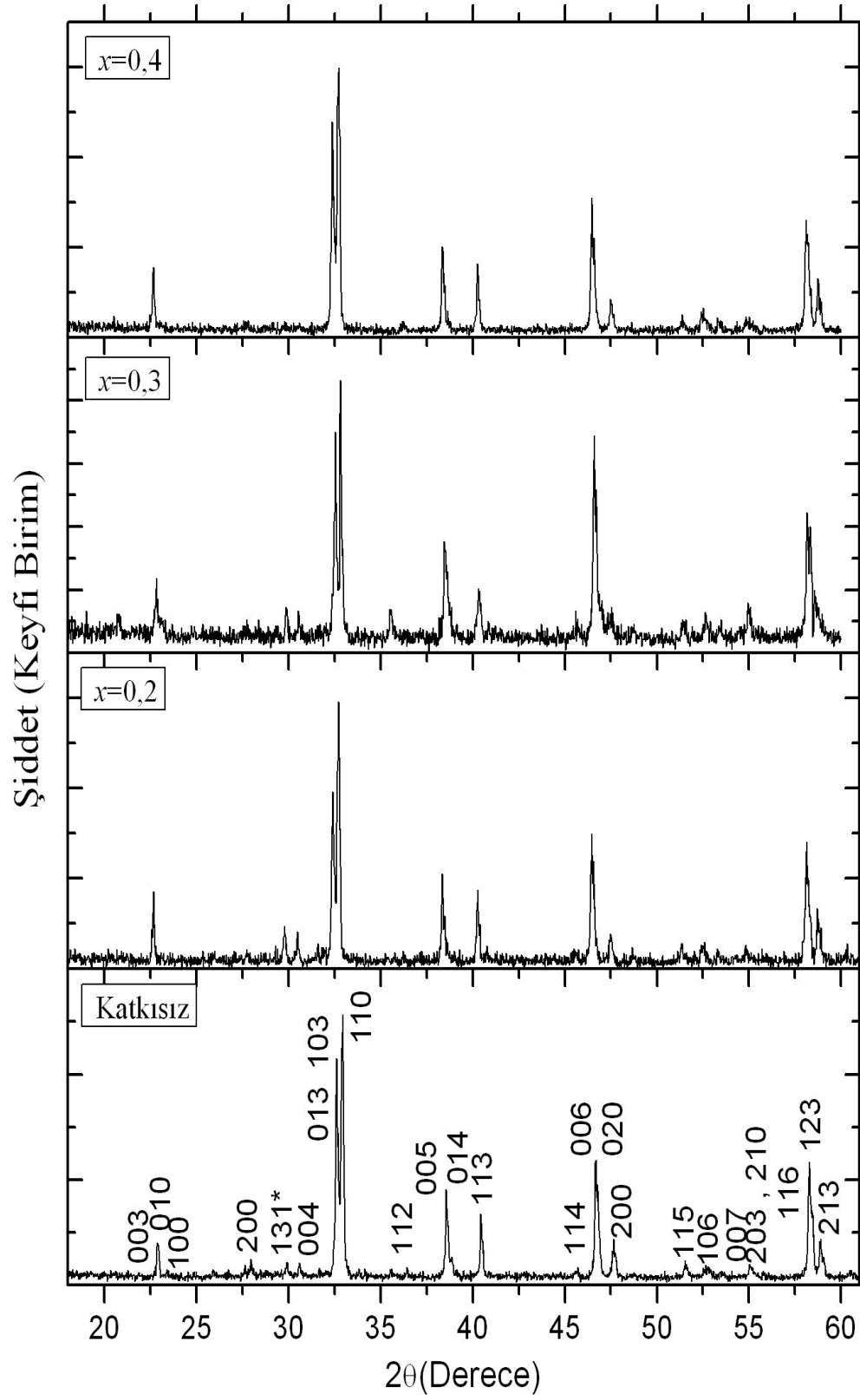
Şekil 3.24. Katkı miktarı ile J_C değerlerinin değişimi.

3.2.3. XRD Grafikleri

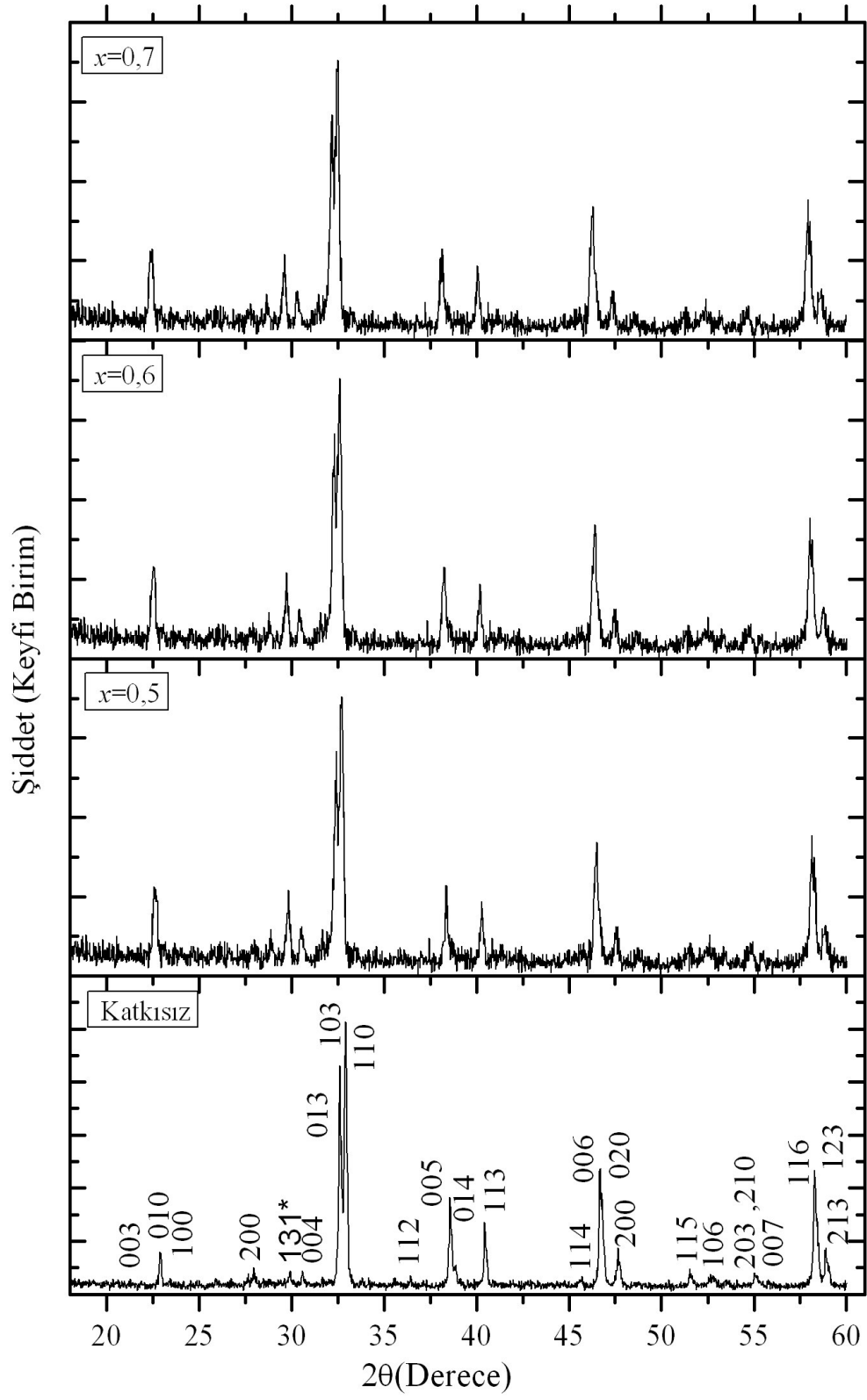
Şekil 3.25 - 3.28’de Lu katkılı numunelerin X-ışınları kırınım desenleri görülmektedir. Katkı miktarının $x=0,05$ değeri için başlangıçta $2\theta\approx 33^\circ$ ’de gözlenen (110) pikinin şiddetinin $2\theta\approx 32,6^\circ$ ’de gözlenen (013) pikinin şiddetinden büyük olduğu görülmektedir. $x= 0,8$ ve $0,9$ katkılarında ise ortorombik faza ait olan (110) piki ortadan kaybolmaktadır.



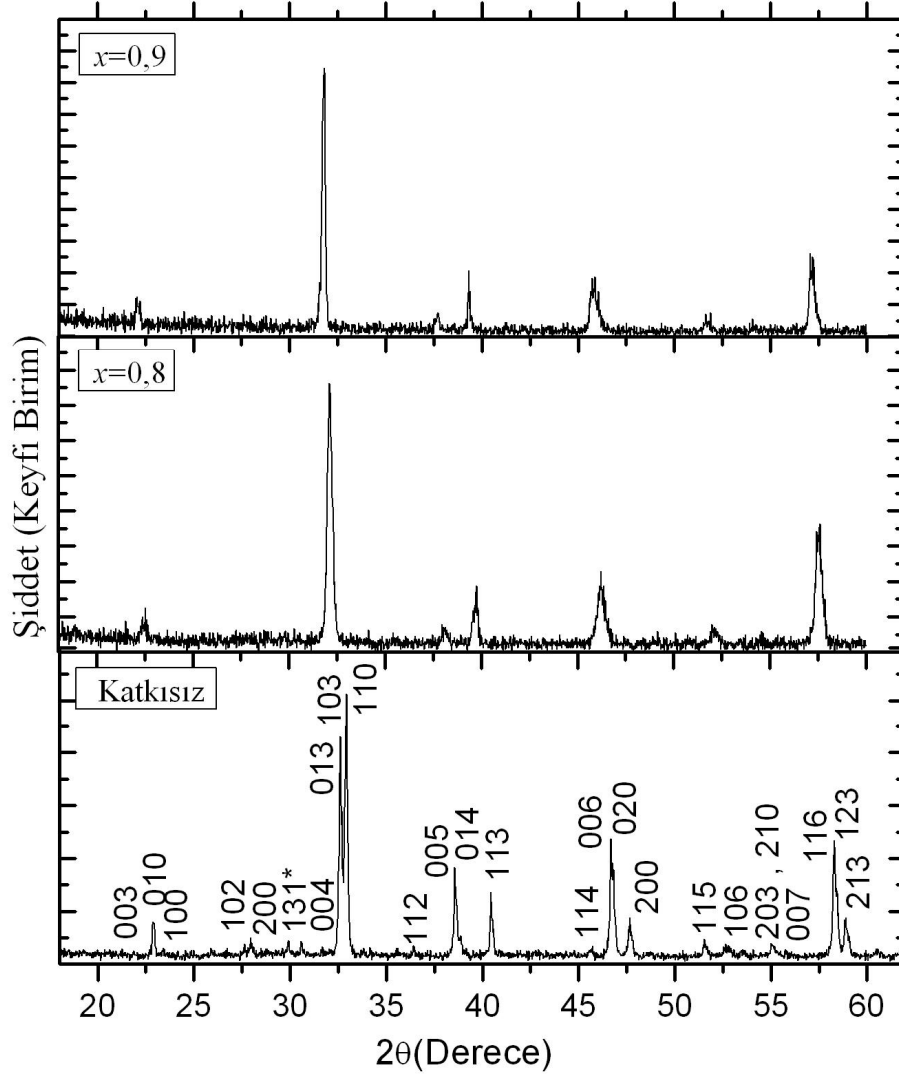
Şekil 3.25. Katkısız ve $x=0,05$, $0,075$, $0,1$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.



Şekil 3.26. Katkısız ve $x=0,2, 0,3, 0,4$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.



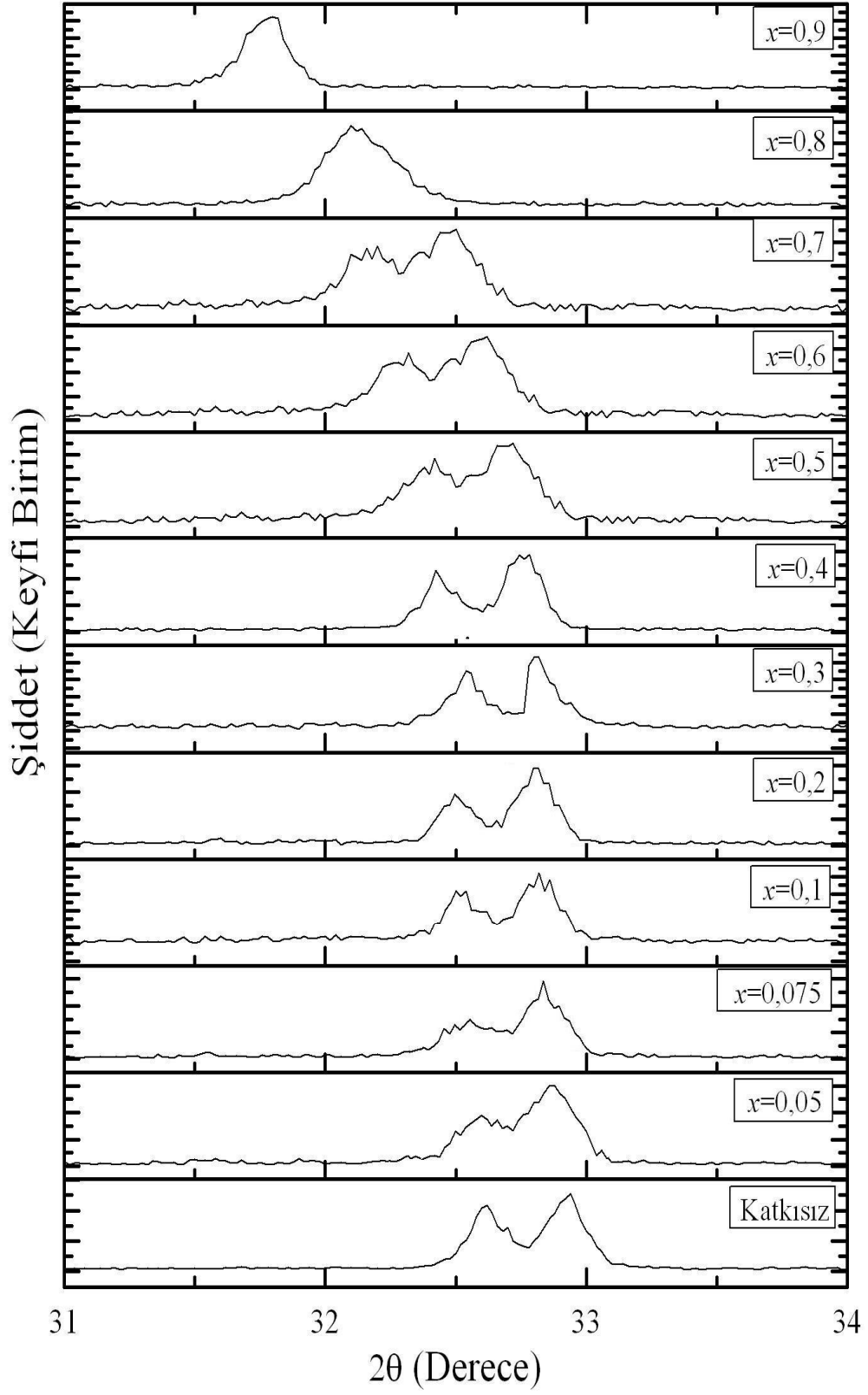
Şekil 3.27. Katkısız ve $x=0.5$, 0.6 , 0.7 Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.



Şekil 3.28. Katkısız ve $x=0,8$, $0,9$ Lu katkılı numunelerin XRD grafiği.

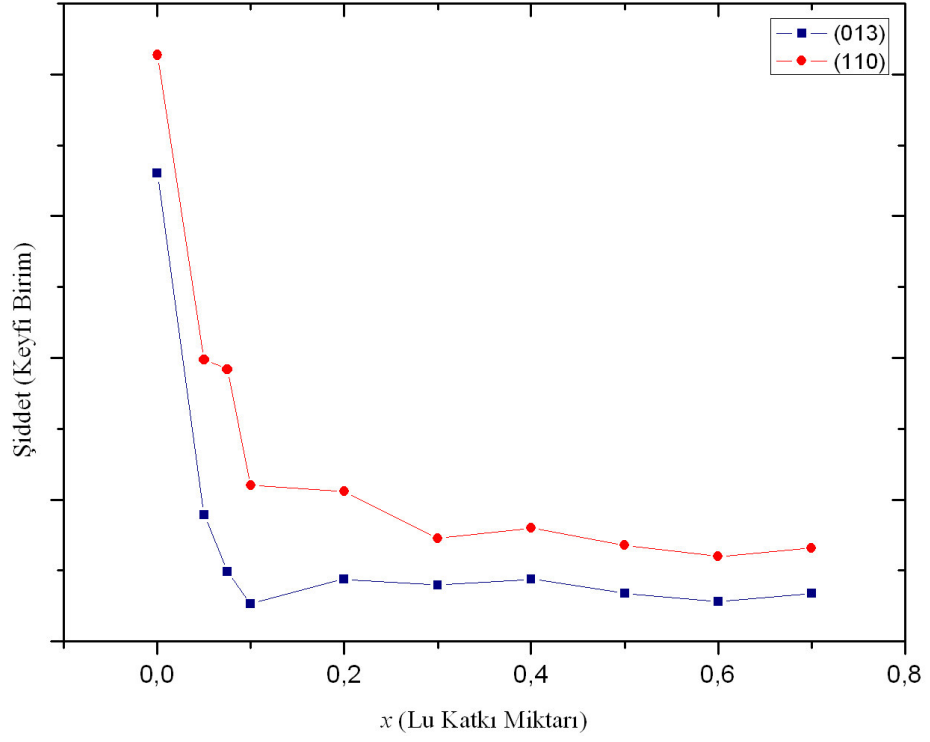
Şekil 3.29’da görülen $31^{\circ} \leq 2\theta \leq 34^{\circ}$ aralığındaki XRD desenlerinin karşılaştırılması sonucunda katkı miktarının artması ile birlikte XRD desenlerinin küçük açılara doğru kaydığı gözlemlendi.

XRD desenlerinin incelenmesi sonucunda ağırlıklı fazın Y123 fazı olduğu fakat azda olsa * ile belirtilen Y211 fazının da olduğu görüldü.



Şekil 3.29. Lu katkılı numunelerin $2\theta=31-34^\circ$ arasında ölçülen XRD desenleri.

Şekil 3.30'da (110) ve (013) piklerinin tepe değerlerinin, Lu katkısı ile değişimleri görülmektedir.



Şekil 3.30. Lu katkısı ile (110) ve (013) piklerinin tepe değerlerinin değişimi.

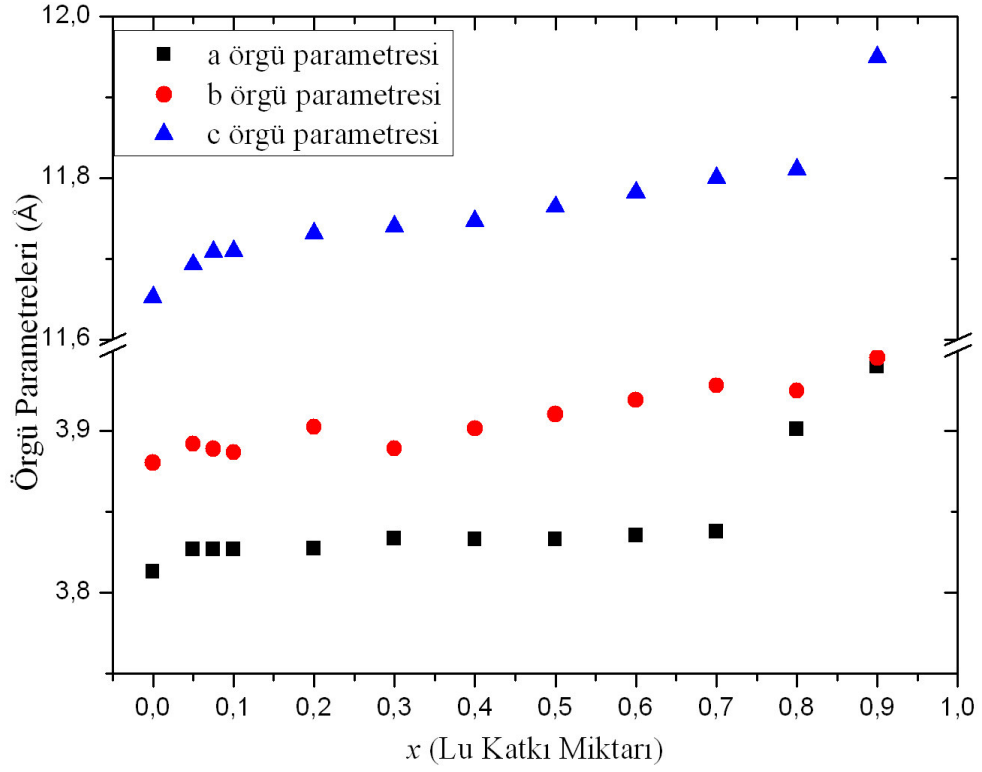
3.2.4. Örgü Parametreleri

Çizelge 3.1’de Lu katkı miktarı x ile a , b , c örgü parametreleri arasındaki ilişki ve bu parametrelerden yararlanarak hesaplanan birim hücre hacimleri görülmektedir. Ayrıca birim hücre hacimlerinin katkısız numuneye göre değişimleri de verildi. Buna göre katkı miktarı $x=0,5$ ’den itibaren birim hücre hacminde hissedilir bir değişim ortaya çıkmaktadır. Bu değişim büyük katkılarda V_x-V_0 iyice belli olmaktadır.

Çizelge 3.1. Katkı miktarı ile örgü parametreler arasındaki ilişki.

Katkı Miktarı (x)	Örgü Parametreleri			$V (\text{\AA}^3)$	$V_x-V_0 (\text{\AA}^3)$
	$a (\text{\AA})$	$b (\text{\AA})$	$c (\text{\AA})$		
0	3,813	3,880	11,652	172,40	-
0,05	3,827	3,892	11,693	174,15	1,75
0,075	3,827	3,889	11,708	174,24	1,84
0,1	3,827	3,887	11,709	174,16	1,76
0,2	3,827	3,903	11,731	175,23	2,83
0,3	3,833	3,889	11,740	175,00	2,60
0,4	3,833	3,901	11,746	175,66	1,89
0,5	3,833	3,910	11,764	176,33	3,26
0,6	3,835	3,919	11,782	177,10	3,93
0,7	3,838	3,928	11,800	177,90	4,70
0,8	3,901	3,925	11,810	180,84	5,50
0,9	3,940	3,946	11,950	185,78	13,38

Şekil 3.31’de XRD desenlerinden hesaplanan a , b , c örgü parametrelerinin katkı miktarı ile değişimi görülmektedir.

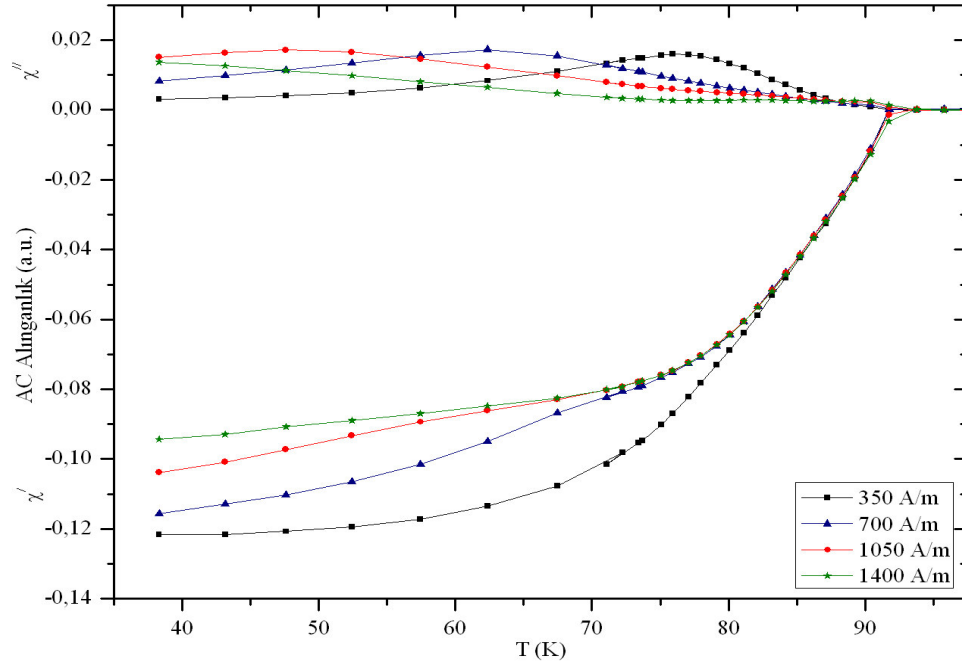


Şekil 3.31. Hesaplanan a , b , c örgü parametrelerinin katkı miktarına göre değişimi.

A. Öztürk ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmanın (2) aksine, katkı oranındaki artışla örgü parametrelerinin ve birim hücre hacminin arttığı gözlemlendi. Buna, üretim yöntemindeki farklılığın neden olduğu düşünülmektedir.

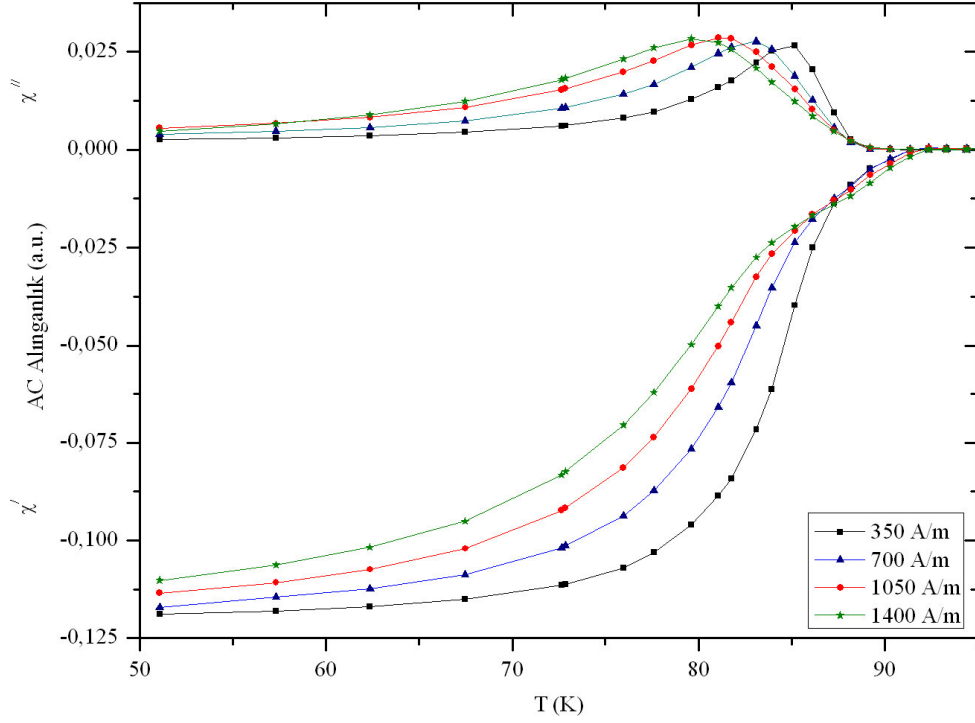
3.2.5. AC Alınganlık Ölçümleri

Şekil 3.32’de nitratlı bileşikler kullanılarak 970 °C’de 20 saat sinterlenerek üretilen $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ süperiletken bileşiğinin sabit 1 kHz’lik frekansta 350, 700, 1050 ve 1400 A/m’lik manyetik alan altında ölçülmüş manyetik alınganlığın gerçel ve sanal kısımları görülmektedir. Beklendiği gibi alanın şiddetinin artışı ile tane sınırlarındaki histeresiz kayıplarından (veya karışık halde bulunan süperiletkenlerde AC kayıplarından kaynaklanan) sanal kısmın tepe değeri düşük sıcaklıklara doğru kaymaktadır (42, 52). Şekil 3.32’ye göre $T_C = 91$ K’de süperiletkenliğe geçiş göstermektedir.



Şekil 3.32. Katkısız $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ numunesinin farklı alanlar için AC manyetik alınganlık ölçümleri.

Şekil 3.32-3.43’de sabit 350, 700, 1050 ve 1400 A/m’lik manyetik alanlar altında Lu katkılı $(\text{Y}_{1-x}\text{Lu}_x)\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($x = 0,05 - 0,9$) numunelerinin manyetik alınganlık ölçümleri görülmektedir. Uygulanan alanın şiddetine bağlı olarak T_p değerleri elektriksel öz direnç ölçümlerinde olduğu gibi düşük sıcaklık bölgesine doğru kaymaktadır.



Şekil 3.33. $x=0,05$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.

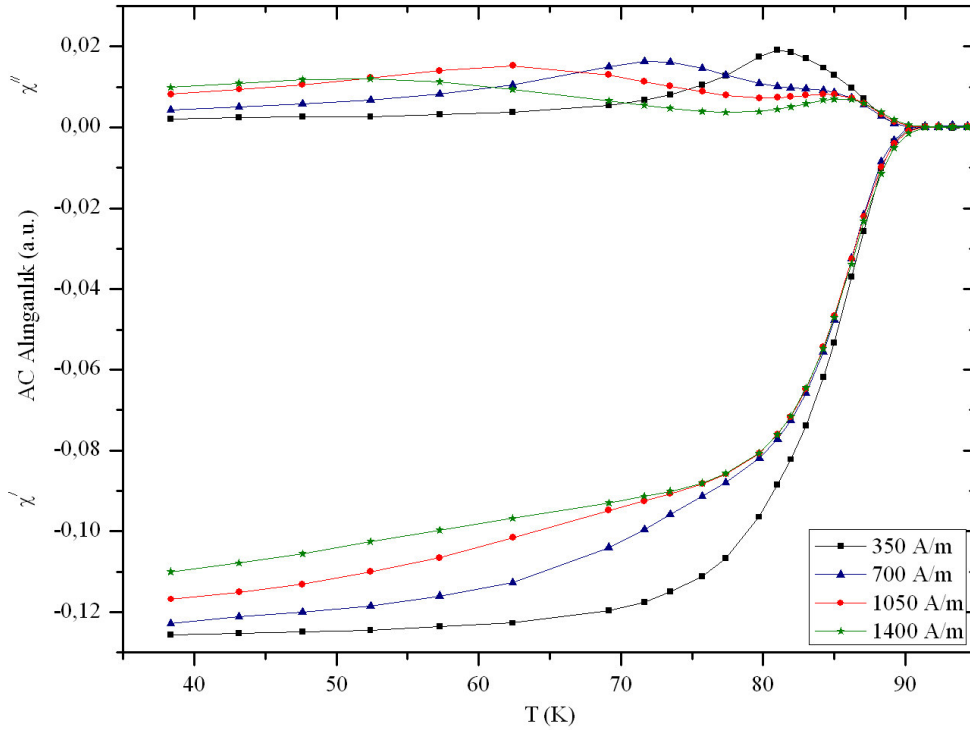
Goldfarb ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmaya göre manyetik alınganlığın sanal kısmında kritik geçiş sıcaklığının hemen altında, şiddeti çiftlenim kayıplarınınkinden daha düşük olan kendinden (intrinsic) kaynaklanan kayıplar gözlenmektedir. H_{c1} 'den daha büyük alanlar uygulandığında bu pikler ortaya çıkmaktadır (52). Alan yeterince büyük değilse tane içinde Meissner etkisi olacak ve bu soğurma piki gözlenmeyecektir. Numunelere uygulanan manyetik alanın şiddetinin 350 A/m'den 1400 A/m'ye doğru artışı sırasında sözkonusu kayıplar belirgin hale gelmektedir.

$x=0,05$ katkılı numunede ise 1400 A/m'lik manyetik alanda bile kayıplar gözlenmemektedir. Bu da uygulanan alanın, bu numunenin H_{c1} değerinden düşük olduğuna işaret etmektedir.

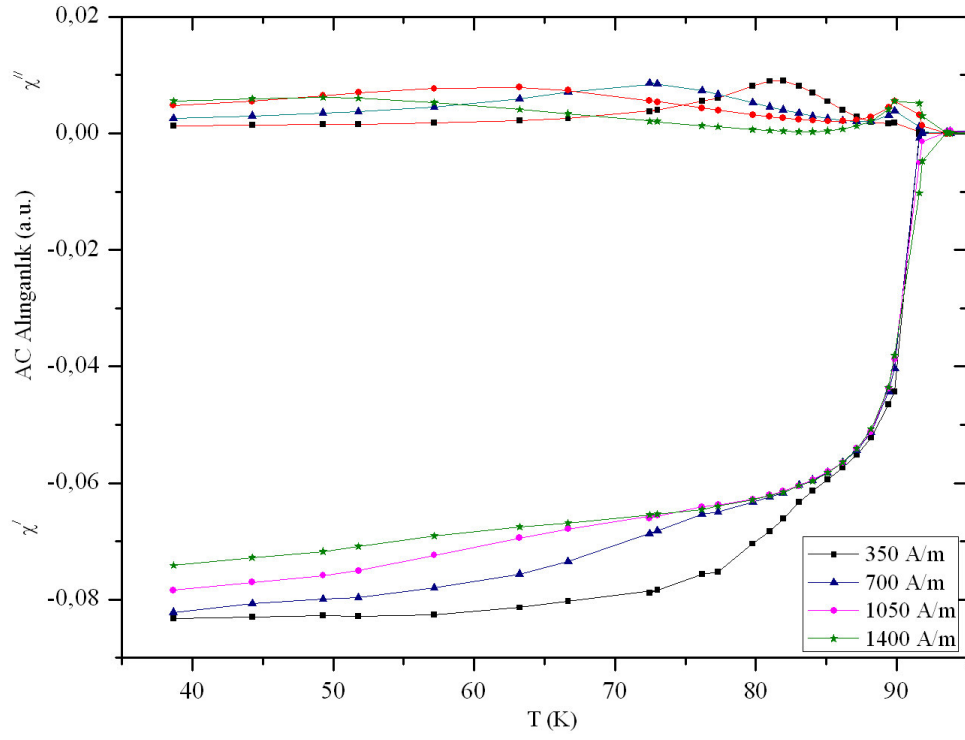
Ikeda ve arkadaşları (53) ile Mazaki ve arkadaşları (54) yaptıkları çalışmalarda toz haline getirilen numunelerde, çiftlenim diamanyetik perdelemenin gözlenmediğini ortaya koydular.

$x=0,075$ katkısından itibaren tanelerden kaynaklanan etki giderek kendini belirgin bir şekilde hissettirmekte ve $x=0,1$ katkısı için bu değer maksimuma ulaşmaktadır. Daha sonra katkı miktarı arttıkça bu etki yavaş yavaş ortadan kalkmaya başlamıştır. $x=0,8$ ve $0,9$ katkılarında ise bu etki gözlenmemektedir. Buna göre katkı miktarının artması ile H_{c1} değerinde arttığı tahmin edilmektedir.

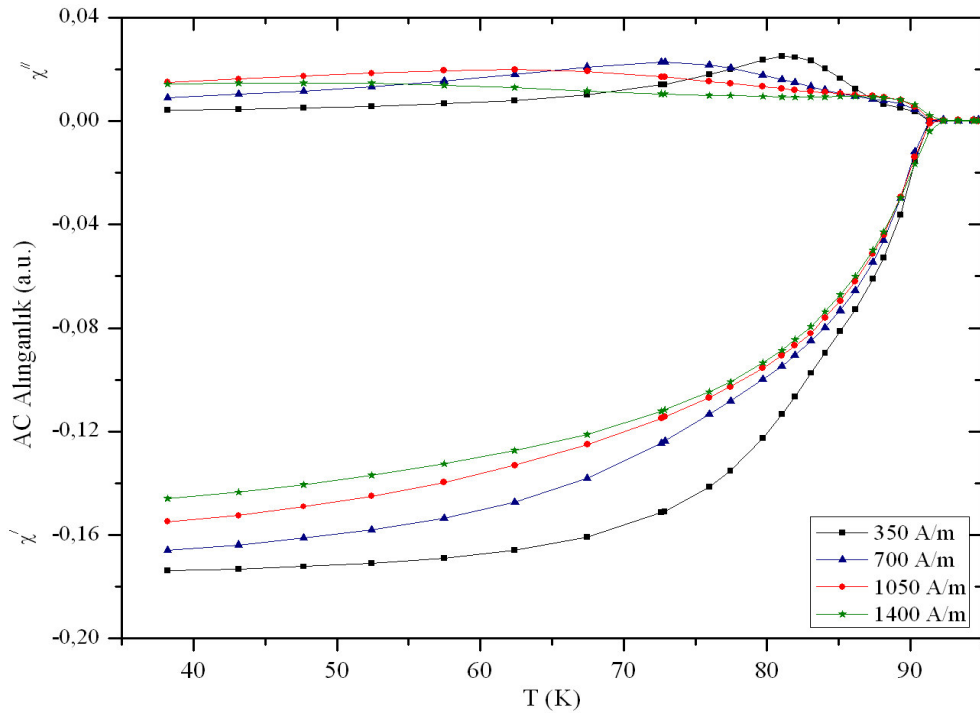
Numunelerin manyetik alınganlık ölçümlerinin gerçek kısımları incelendiğinde çiftlenim diamanyetik perdelemenin $x=0,075 - 0,2$ katkıları için diğerlerine göre daha az olduğu, $x=0,3$ değerinden sonra ise giderek etkinliğini arttırdığı gözlenmektedir.



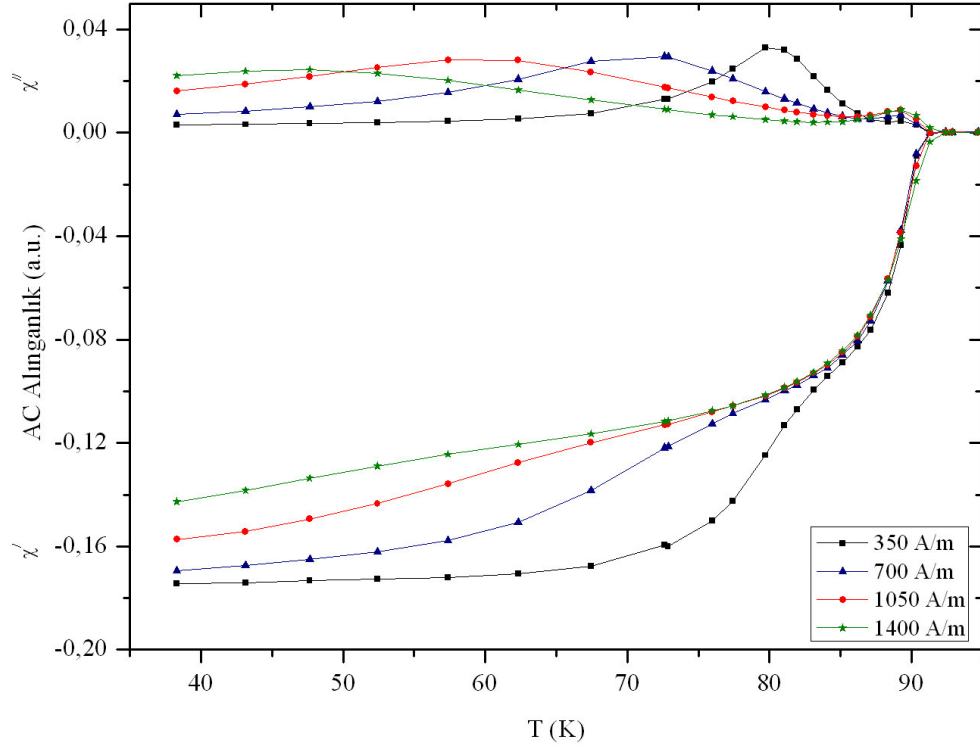
Şekil 3.34. $x=0,075$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



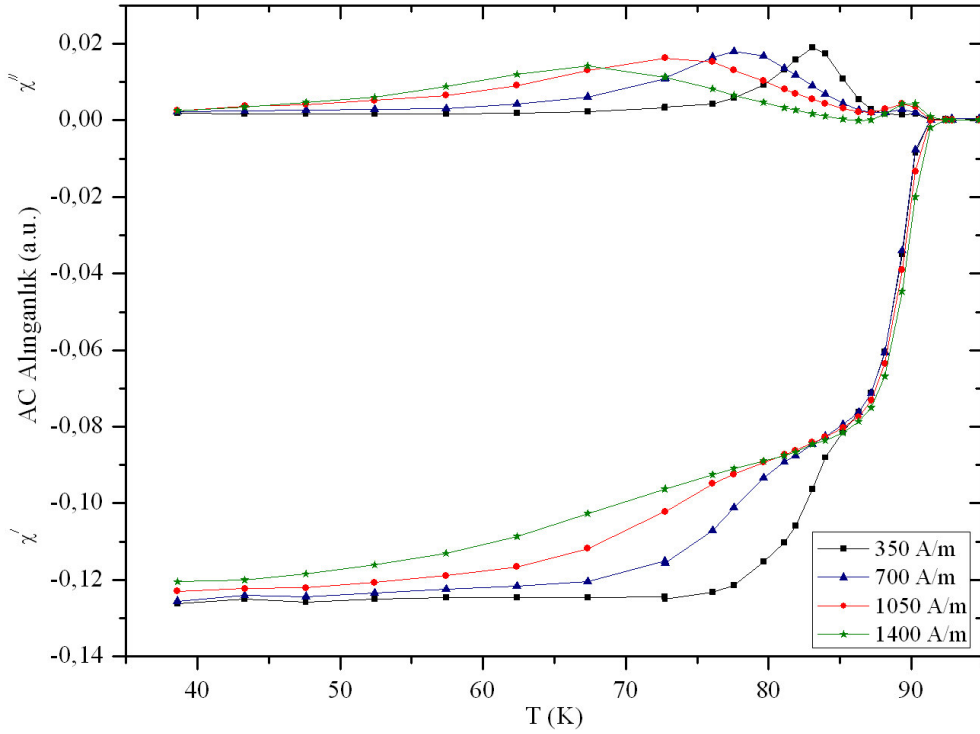
Şekil 3.35. $x=0,1$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



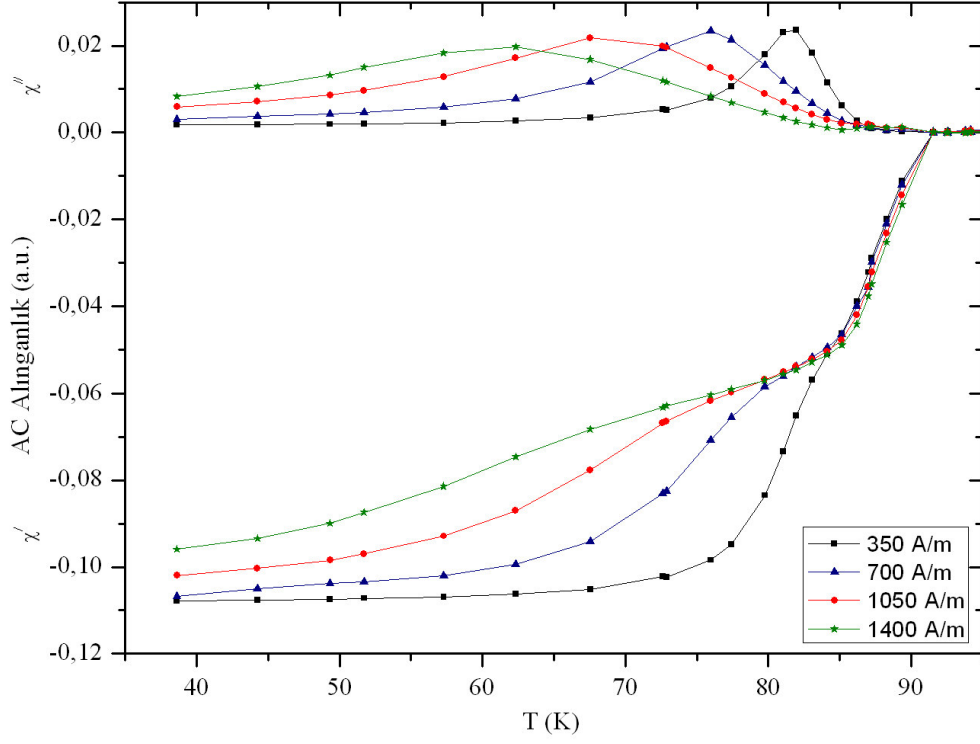
Şekil 3.36. $x=0,2$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



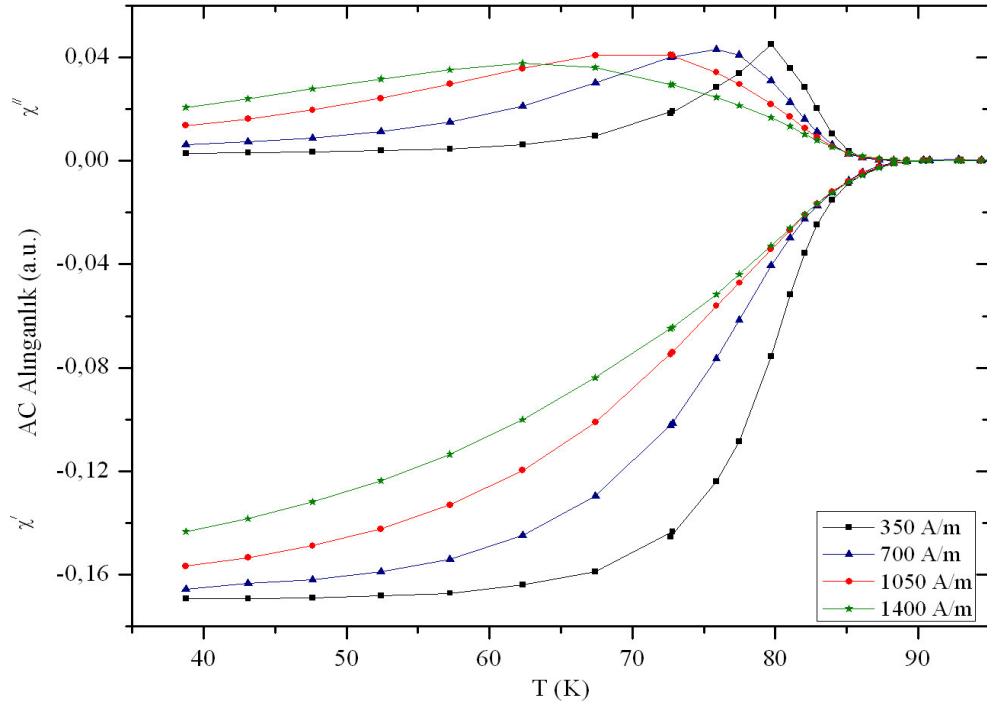
Şekil 3.37. $x=0,3$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



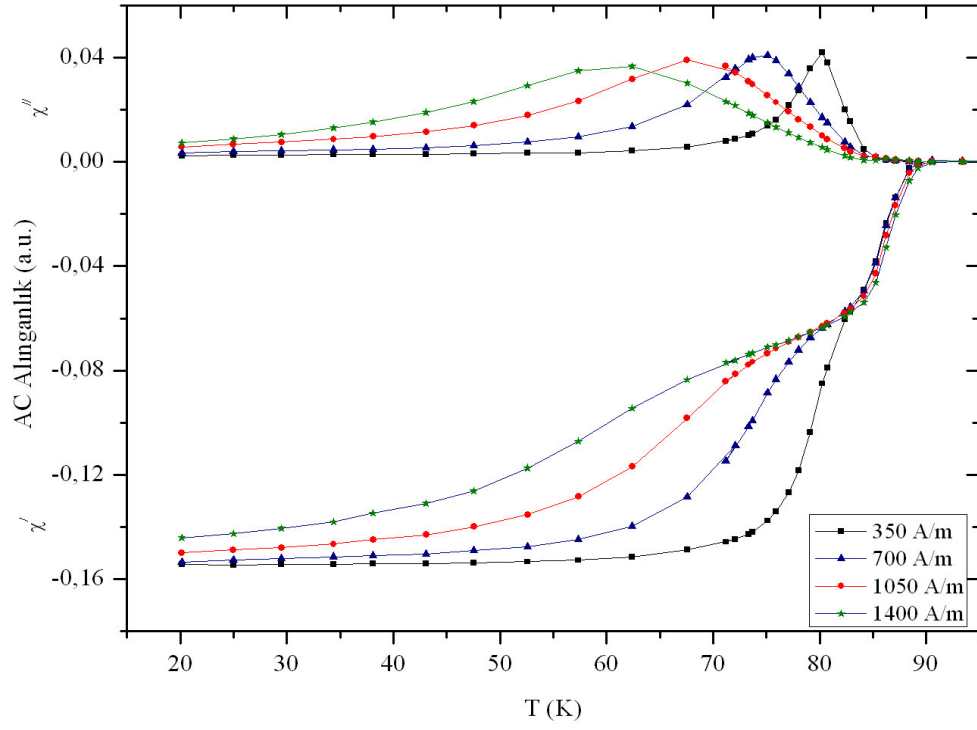
Şekil 3.38. $x=0,4$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



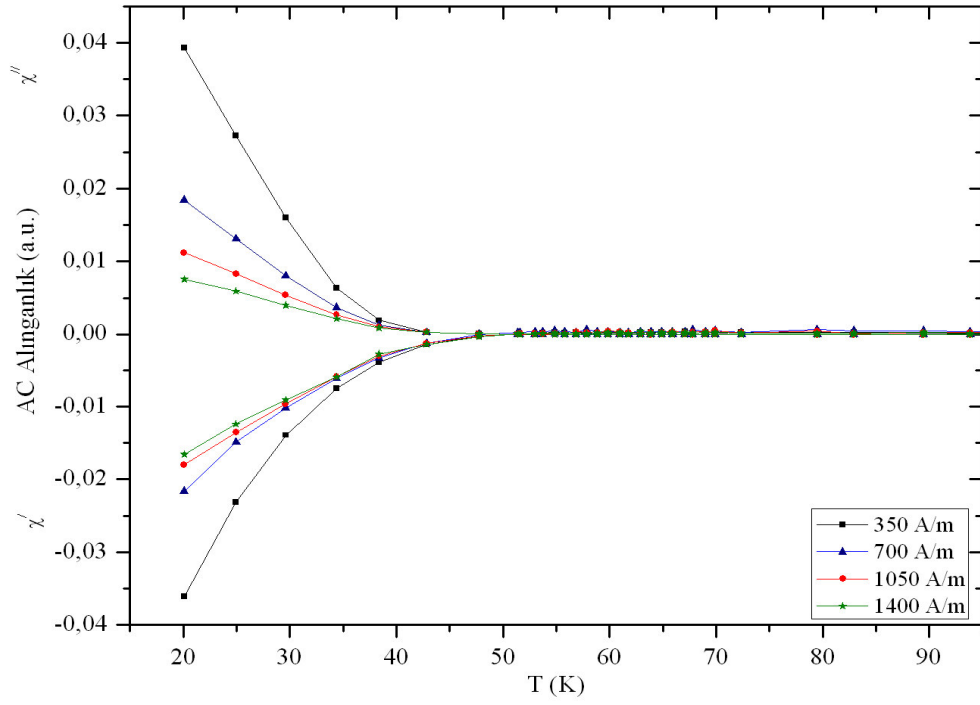
Şekil 3.39. $x=0,5$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



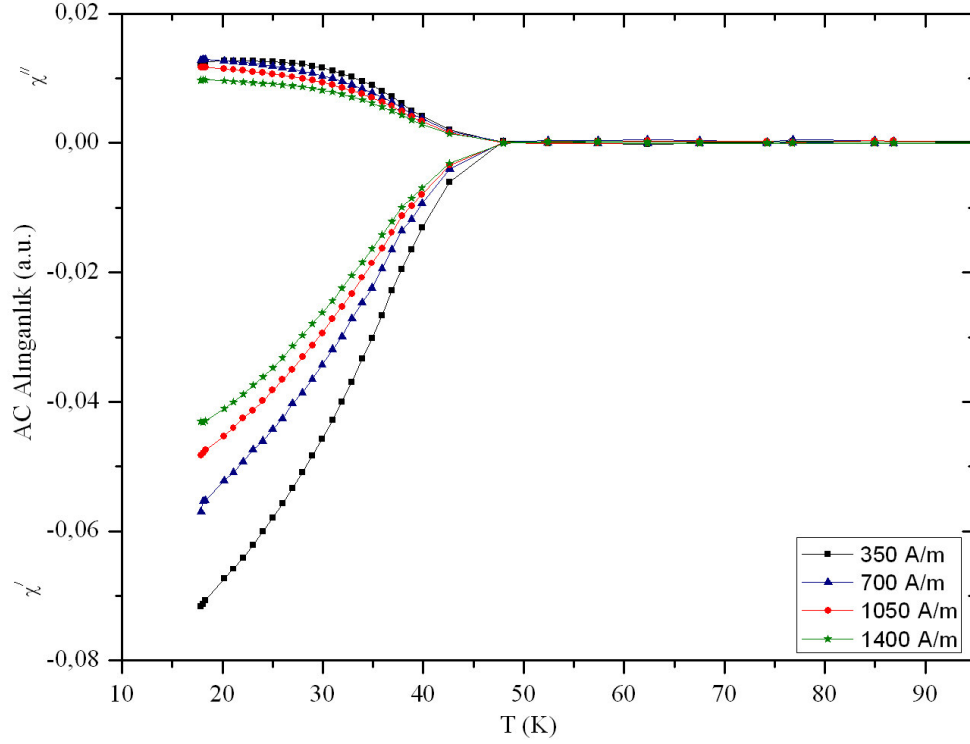
Şekil 3.40. $x=0,6$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



Şekil 3.41. $x=0,7$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



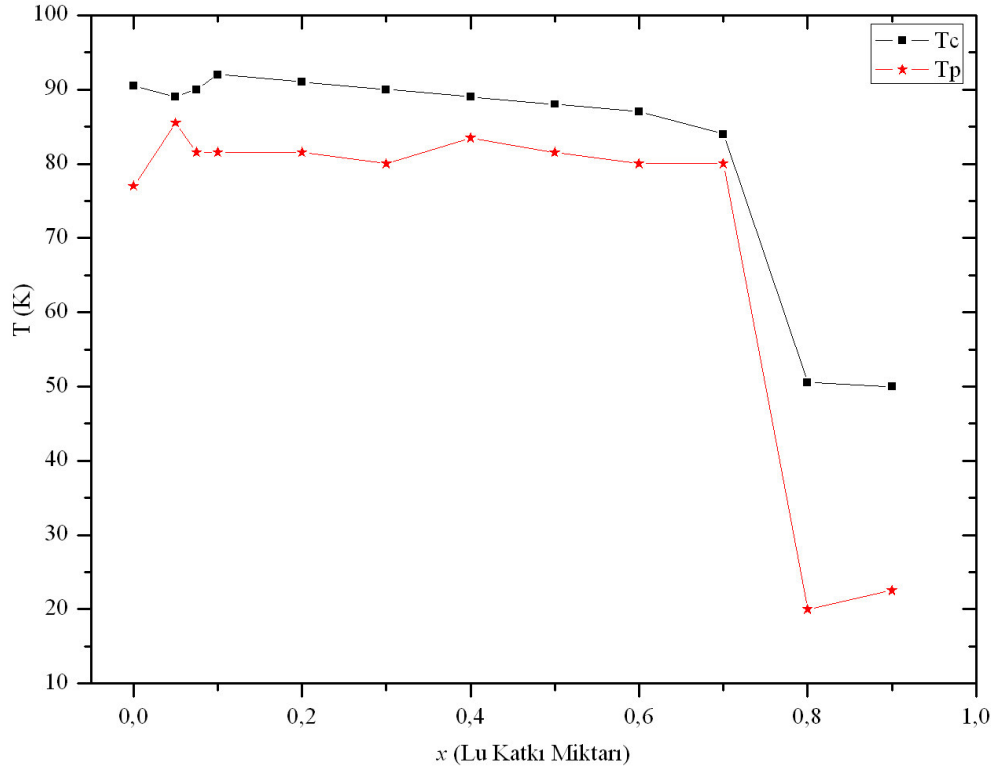
Şekil 3.42. $x=0,8$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.



Şekil 3.43. $x=0,9$ için AC manyetik alınganlık ölçümlerinin karşılaştırılması.

Numunelere sabit 1 kHz frekansta 350 A/m’lik manyetik alan uygulandığında, manyetik alınganlığın sanal kısmında ortaya çıkan tepe değerine karşılık gelen pik sıcaklıkları T_p ile T_c değerlerinin Lu katkı miktarı x ile değişimleri Şekil 3.44’de görülmektedir.

Katkısız numune için kayma miktarı yaklaşık 13 K civarında iken, Lu’un $x=0,05$ değeri için bu fark katkılı diğer numunelerde çok az sayılabilecek 3,5 K gibi bir değere düşmektedir. T_p ile T_c değerleri arasındaki fark, katkı miktarının artışı ile önce bir miktar artmakta ve $x=0,1$ için 10 K kadar olmaktadır. Bu fark, $x=0,7$ değerine kadar yavaş yavaş azalmakta ve $x=0,7$ katkı miktarında yaklaşık olarak 4 K olmaktadır. Bundan sonraki katkılarda ise aniden büyük bir fark ortaya çıkmakta ve yaklaşık 30 K olarak gözlenmektedir.

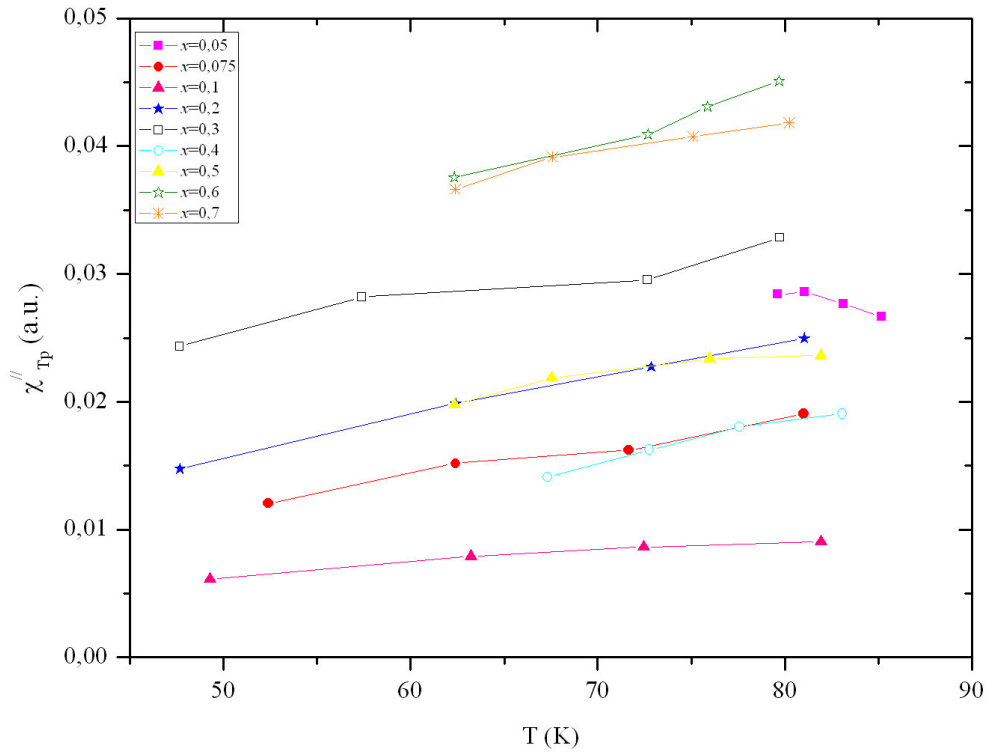


Şekil 3.44. Lu katkı miktarı x ile T_p ve T_c değerlerinin değişimi.

3.2.6. Histeresiz Kayıpları

AC alınganlık ölçümleri yardımıyla, AC kayıplarının ana mekanizmasını oluşturan, histeresiz kayıpları incelenebilir.

Şekil 3.45’de AC kayıplarının en önemli sebeplerinden olan histeresiz kayıpları için bulunan sonuçlar görülmektedir. Bu histeresiz kayıpları 350, 700, 1050 ve 1400 A/m olarak uygulanan manyetik alan değerleri için bulunmuştur.



Şekil 3.45. Hazırlanan numuneler için histeresiz kayıpları.

Sabit bir AC alan genliği ile DC alan arttıkça, AC alınganlığın sanal kısmı olan χ'' nün hem onset sıcaklıkları ve hem de T_p ile ifade edilen pik sıcaklıkları düşük sıcaklık bölgesine doğru kaymaktadır. Bu davranış yüksek sıcaklık süperiletkenler de bilinen tipik bir davranış olup girdapların çivileme (pinning) mekanizması ile ilişkilidir.

Sabit frekansta (1 kHz) ve sabit DC manyetik alanda, pik sıcaklıklarının alan bağımlılığının, farklı AC alan genliklerinde değişimi incelenirse; $\chi''(T)$ 'deki pikler alan genliğinin artması ile düşük sıcaklıklara doğru kaymaktadır.

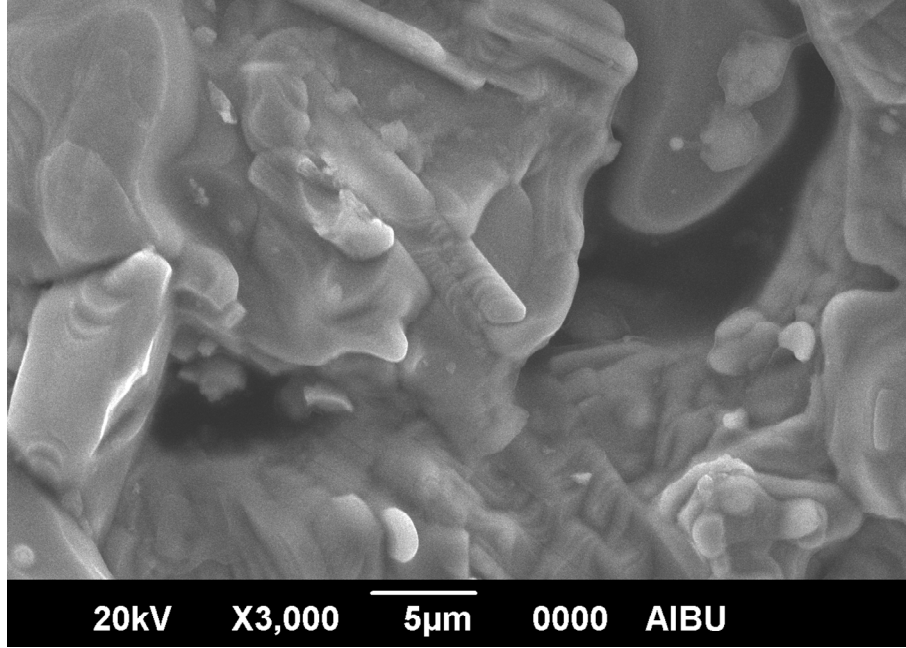
AC kayıp mekanizmaları,

- Histeresiz kayıpları
- Eddy akım kayıpları
- Çiftlenim kayıpları

olarak üç başlık altında toplanabilir. Bununla birlikte düşük frekanslarda ölçülen AC kayıpları büyük ölçüde histeresiz kayıplarından kaynaklanmaktadır.

3.2.7. SEM Görüntüleri

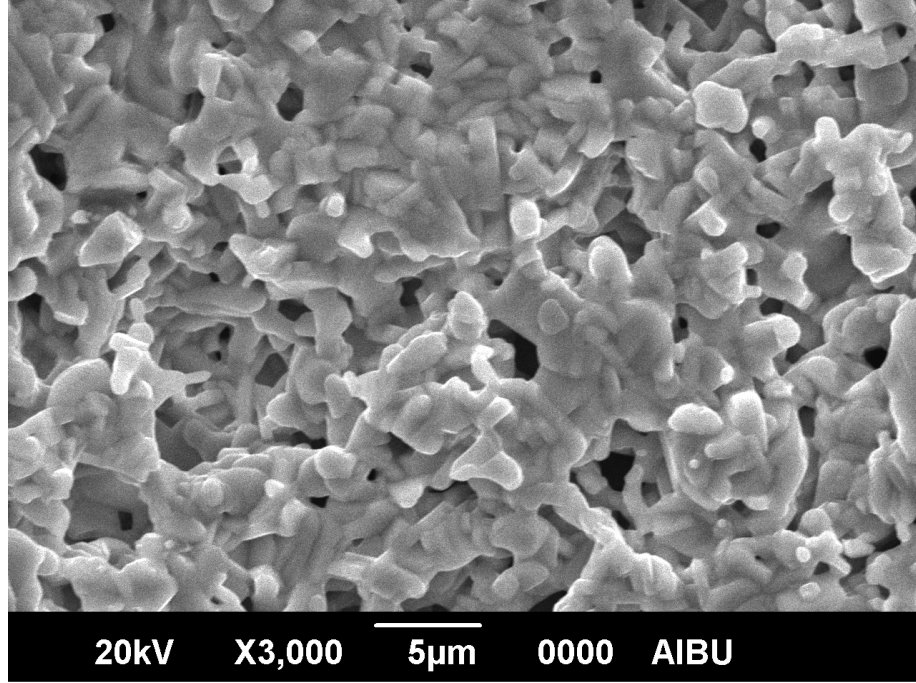
Şekil 3.46-3.57’de hazırlanan süperiletken numuneler için Abant İzzet Baysal Üniversitesinde 20 kV’luk hızlandırma potansiyeli altında elde edilen SEM görüntüleri bulunmaktadır. Şekil 3.46’de görülen katkısız numunenin, homojen olmayan büyüklükteki çoğunluğu iri tanelerden oluştuğu görülmektedir.



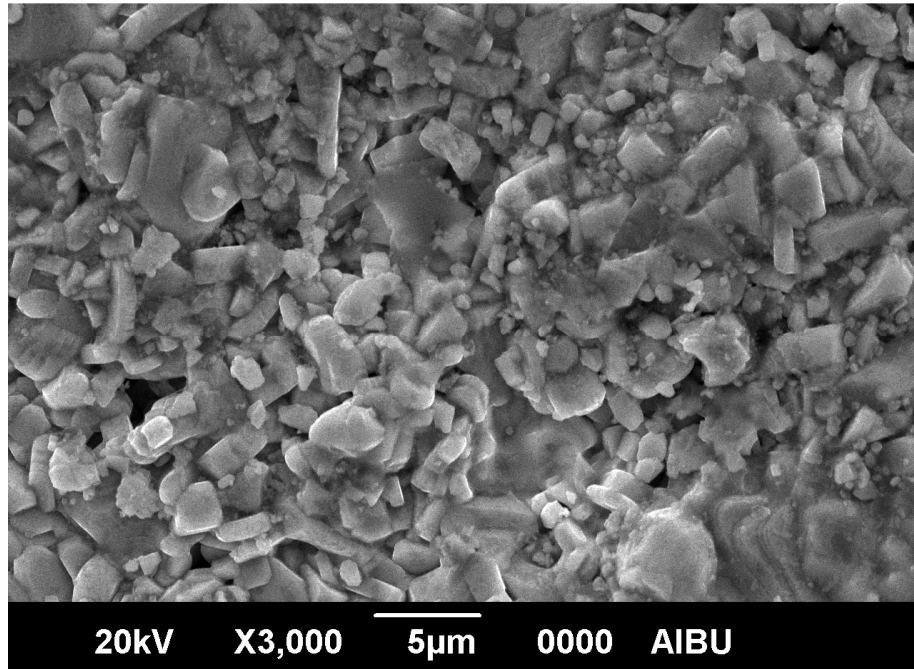
Şekil 3.46. Katkısız numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.

Lu’un $x=0,05$ ve $x=0,075$ gibi nisbeten az miktarlarda kullanıldığı numunelerde ise (Şekil 3.47 ve 3.48) ortalama tane büyüklüğünün sadece birkaç μm civarında olduğu görülmektedir.

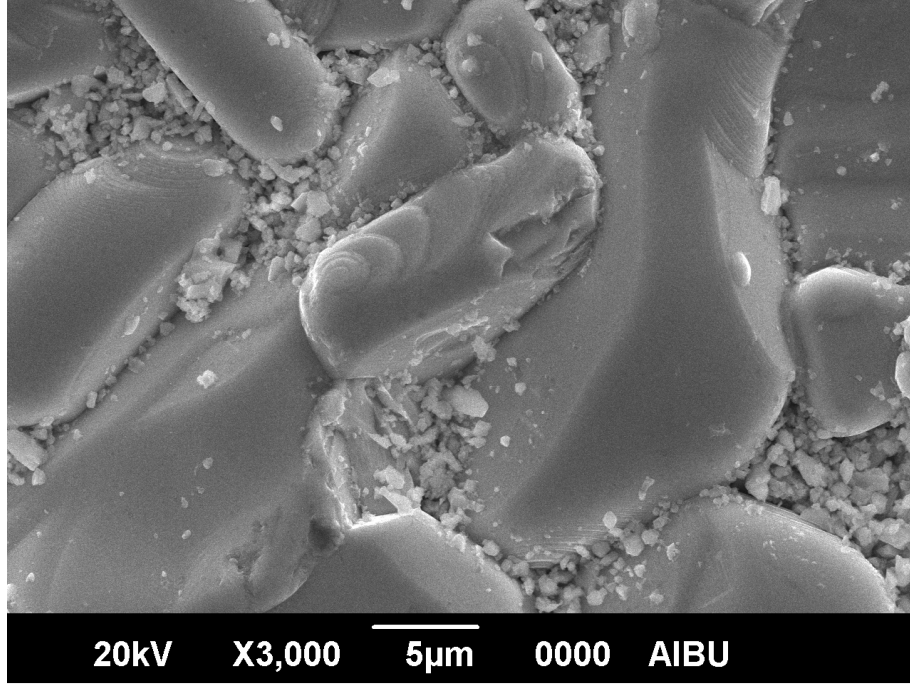
$x=0,1-0,4$ değerinde numunelerde sıvı fazdan kaynaklandığı tahmin edilen anormal bir tane büyüklüğü gözlenmektedir. Bundan sonraki katkı değerlerinde ise ($x=0,5-0,9$) tane büyüklükleri bir miktar azalmakta ve katkıyla pek fazla değişmemektedir.



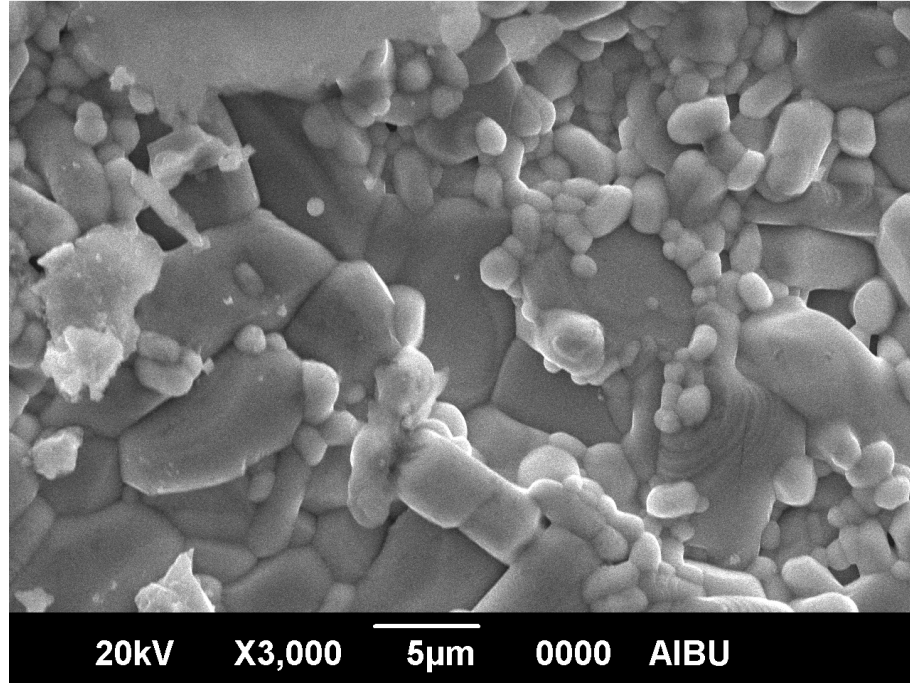
Şekil 3.47. $x=0,05$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



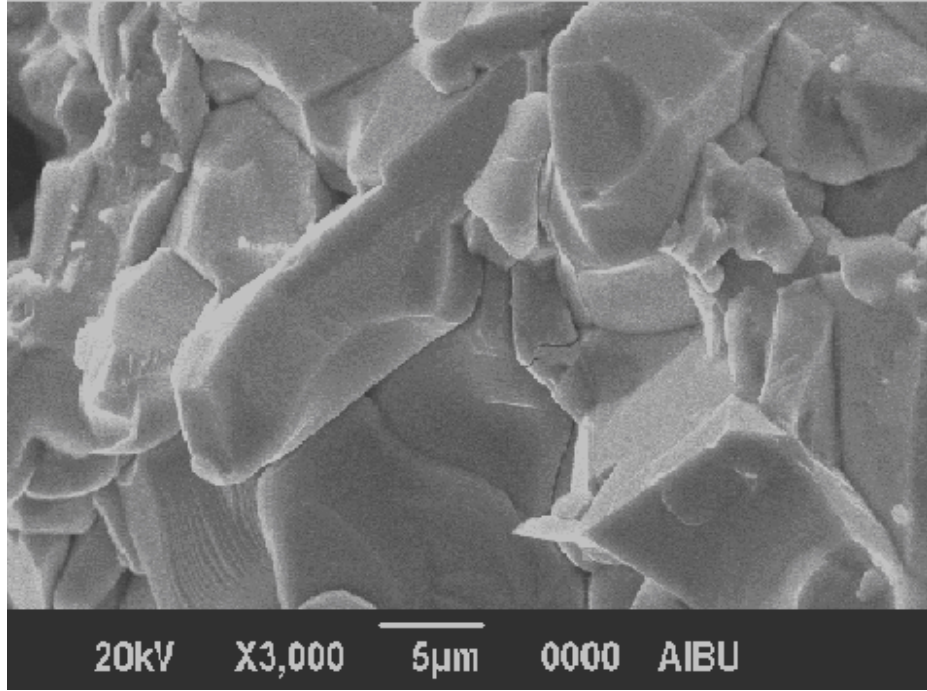
Şekil 3.48. $x=0,075$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



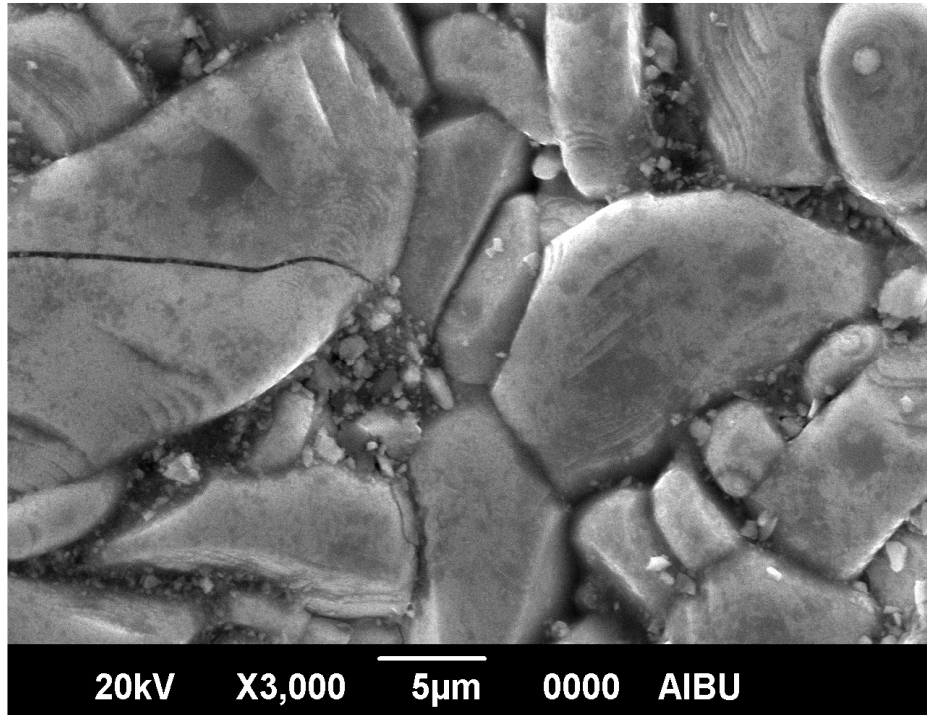
Şekil 3.49. $x=0,1$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



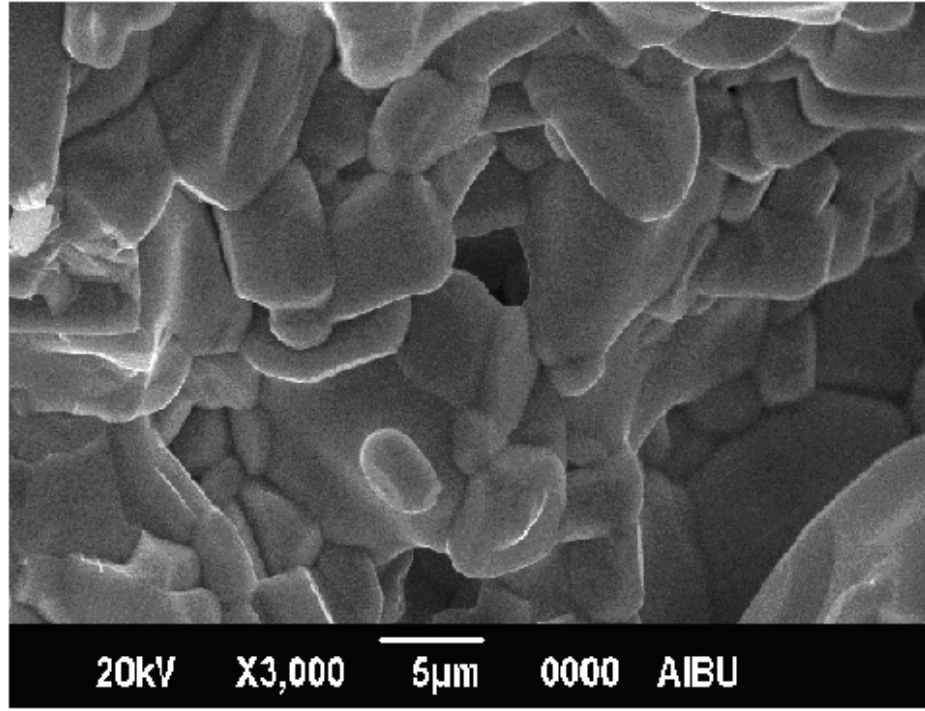
Şekil 3.50. $x=0,2$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



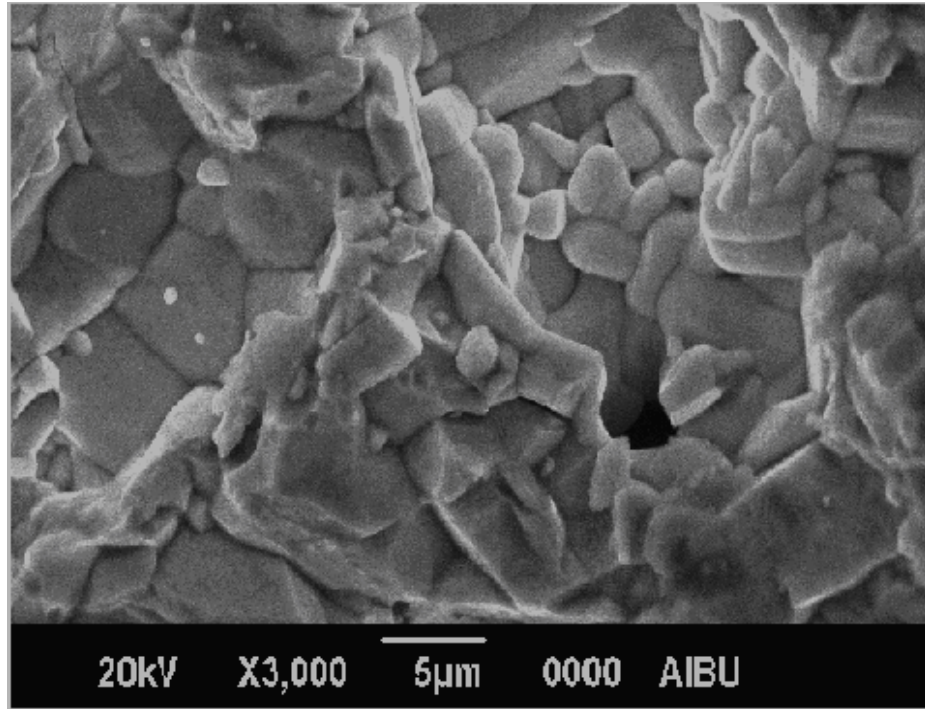
Şekil 3.51. $x=0,3$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



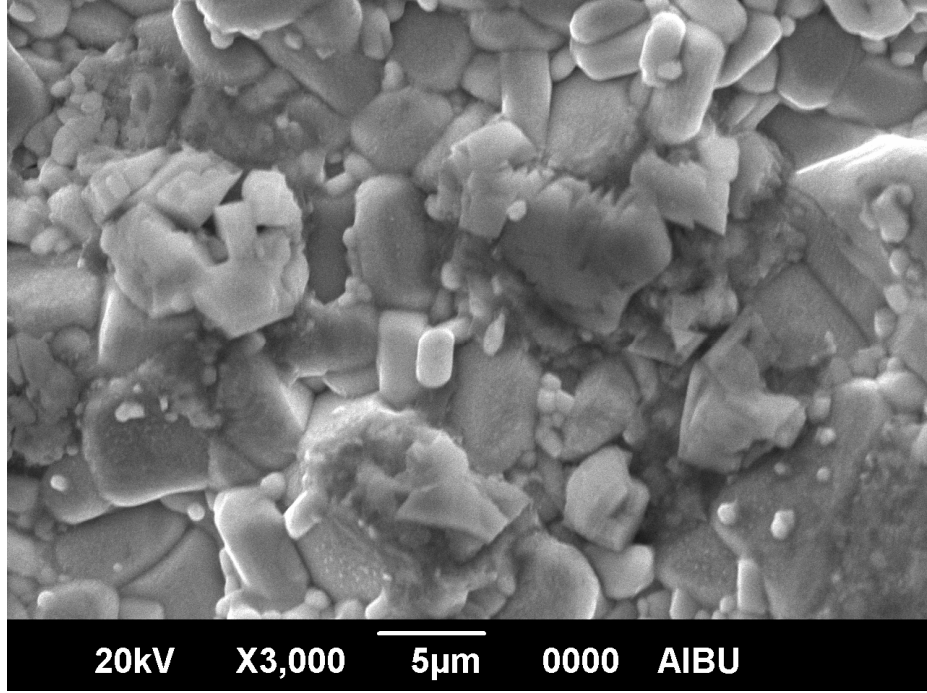
Şekil 3.52. $x=0,4$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



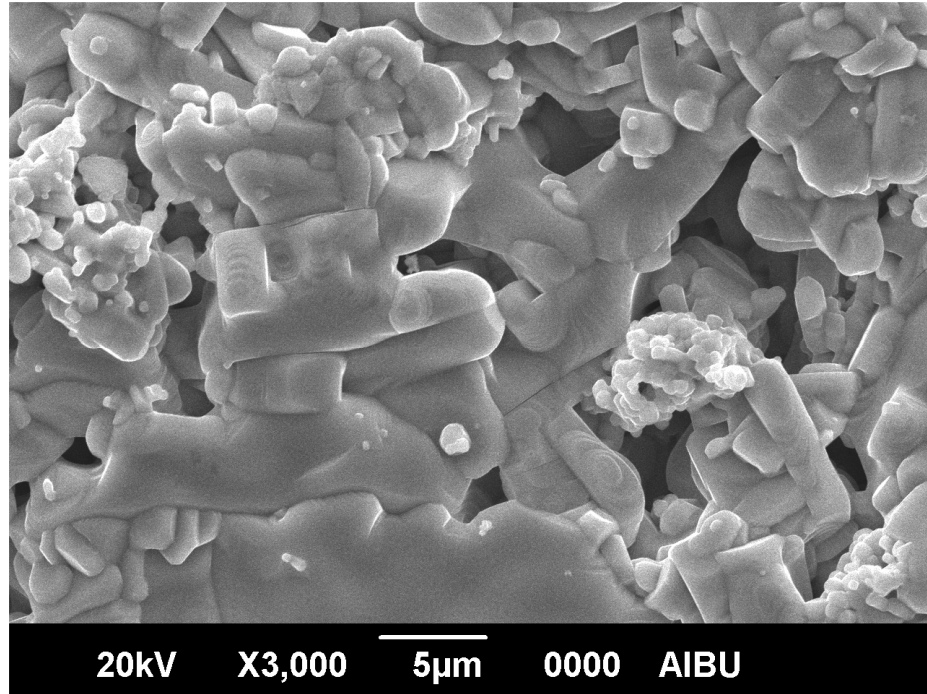
Şekil 3.53. $x=0.5$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



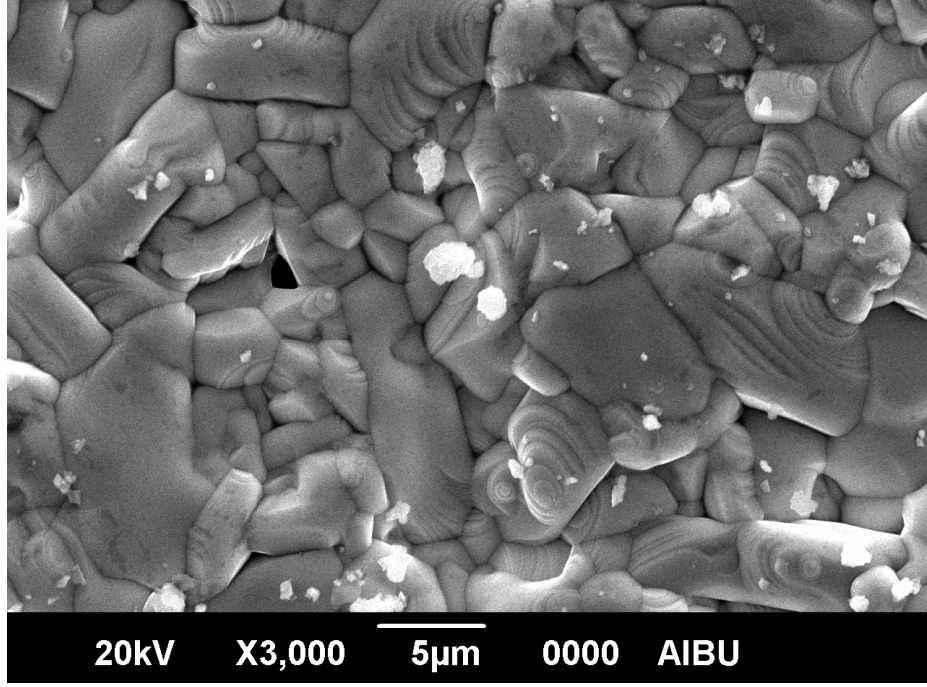
Şekil 3.54. $x=0.6$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



Şekil 3.55. $x=0,7$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.



Şekil 3.56. $x=0,8$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.

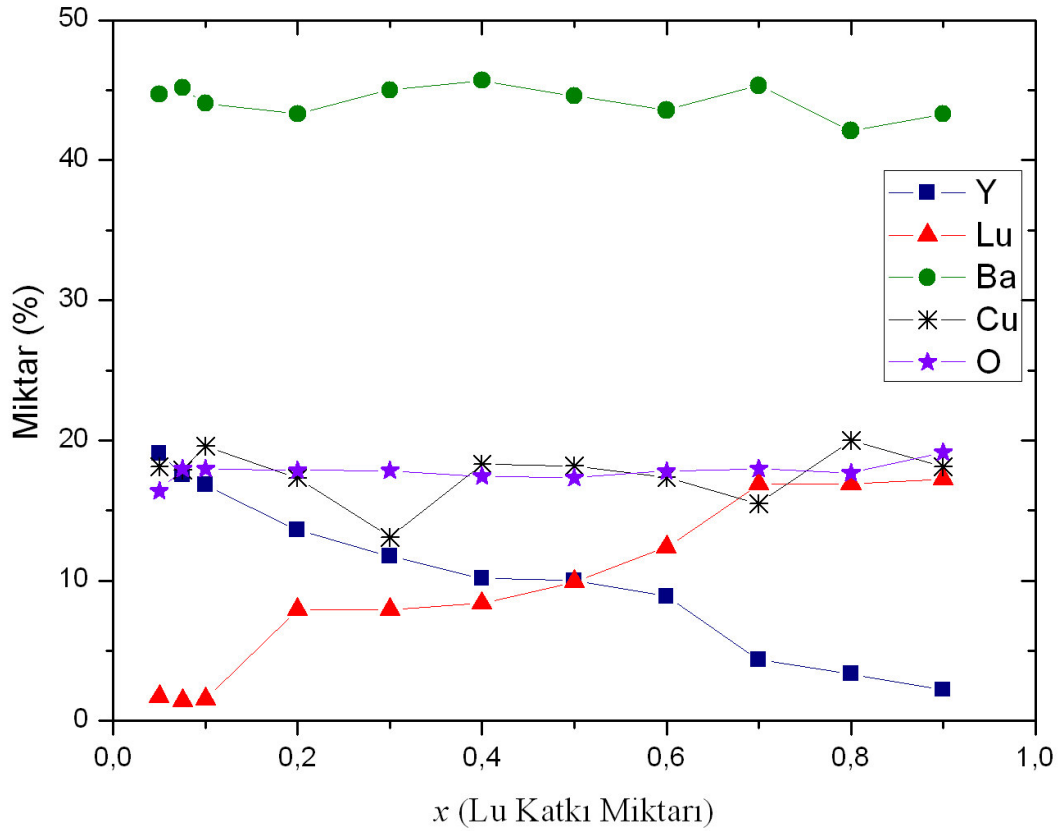


Şekil 3.57. $x=0,9$ Lu katkılı numunenin 3000 büyütmede SEM görüntüsü.

3.2.8. EDS Sonuçları

Şekil 3.58’de $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken bileşiklerinin x katkı miktarlarına karşılık atomik yüzdeleri gösteren EDS analizleri görülmektedir. Numuneler, Ba, Cu ve O miktarları sabit tutularak, Y yerine Lu katkılanması ile hazırlanmıştır. Bu durum, Şekil 3.58’de ortalama olarak sabit gibi davranan Ba ve O’ye ait eğrilerde kendini açıkça göstermektedir. Daha da önemlisi Y yüzdesi katkı miktarının artışı ile azalırken Lu yüzdesi düzgün bir şekilde artmaktadır.

Bu analizler SEM görüntüleri ile birlikte değerlendirildiğinde, $x=0,2$ değerinden itibaren tanelerin anormal büyüklüklerinin sebebi anlaşılabilir. O halde bu büyümeye Lu’un neden olduğu söylenebilir.



Şekil 3.58. Katkı oranına göre karşılaştırmalı EDS grafiği.

4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

$(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ süperiletken sistemine uygun olacak şekilde, nitratlı bileşikler kullanılarak başlangıç karışımı hazırlandı. Öncelikle katkısız olarak hazırlanan karışım 970 °C’de 20, 40 ve 60 saatlik farklı sürelerde sinterlendi. Bu numunelerin, kritik akım yoğunlukları, elektriksel özdirençleri ve X-ışını kırınım desenleri ölçüldü. Yapılan ölçümler sonucunda 20 saat sinterlenen numunelerin yaklaşık 150 A/cm²’lik, 40 saat sinterlenenlerin 82 A/cm²’lik ve 60 saat sinterlenenlerin de yaklaşık olarak 70 A/cm²’lik kritik akım yoğunluğuna sahip oldukları anlaşıldı. Aynı numunelerin T_C ($\rho = 0$) değerleri sırasıyla 90,5, 89 ve 83 K olarak ölçüldü. Normal direnç bölgelerinde ise önemli bir değişiklik gözlenmedi. X-ışınları kırınım desenlerinin incelenmesi sonucunda 20 saat sinterlenen numunelere ait piklerin, diğerlerinden belirgin bir şekilde daha şiddetli ve yarı-maksimum genişliklerinin daha dar oldukları görüldü. Böylece ideal sinterleme süresi 20 saat olarak kabul edildi.

Y yerine Lu katmak için katkı değeri, $x = 0,05, 0,075, 0,1 - 0,9$ olacak şekilde seçildi ve toplam 11 adet katkılı numune oksijen ortamında 20 saat sinterlenerek üretildi. Üretilen numunelerin X-ışını kırınım desenleri elde edildi. SEM ile yüzey görüntüleri alındı ve EDS analizleri yapıldı. Manyetik alan altında elektriksel özdirençleri, kritik akım yoğunlukları ve manyetik alınganlıkları ölçüldü.

Elektriksel özdirenç ölçümleri incelendiğinde, $x=0,05$ katkısında ΔT_C bölgesinde bir tümsek ortaya çıkmakta ve 92 K civarında sıfıra düşmesi beklenen özdirenç değerinin yaklaşık 90 K’de sıfıra düşmesine neden olmaktadır. Benzer durum $x=0,075$ katkısı için de gözlenmekte ve bu kez yaklaşık 91 K’de sıfıra düşmesi beklenen değer, yaklaşık 89,5 K’de gözlenmektedir. $x=0,1$ değerinde ise bu anormallik hemen hemen ortadan kalmakta ve T_C yaklaşık olarak 92 K olarak ölçülmektedir. Bu durum, manyetik alınganlık ölçümlerinde de bariz olarak görülmektedir.

Katkı miktarı 0,1 ile 0,7 arasında iken T_C değeri yavaş yavaş azalarak 83 K’e düşmektedir. Bundan sonra ise ($x=0,8, 0,9$) çok hızlı bir düşüş yaşanmakta ve $T_C=50$ K civarında olmaktadır.

Manyetik alan altında öz direnç ölçümleri incelendiğinde $x = 0,05$ ve $x = 0,075$ katkıları için manyetik alanın etkisi ile T_C değeri yaklaşık 8 K kadar azalırken, $x=0,1-0,4$ katkıları için bu fark sadece 2-3 K kadar olmaktadır. Budan sonra fark yavaş yavaş artmakta ve $x=0,7$ için yaklaşık 5 K olarak gözlenmektedir. $x = 0,8, 0,9$ katkılarında ise fark, alan uygulanmadan yapılan ölçümlerde olduğu gibi çok hızlı bir şekilde açılmakta ve yaklaşık 22-25 K kadar olmaktadır.

Özdirencin sıcaklıkla değişim eğrilerinden yararlanarak, normal direnç bölgesinde 120 K'de ölçülen değerler karşılaştırıldığında, katkısız numune için yaklaşık olarak $\rho_{120}=1 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ olan öz direnç değeri, Lu'nun $x=0,05$ değerinde kullanıldığı numunede $2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 'ye arttığı görüldü. $x=0,1-0,5$ katkıları için bu değer $1-1,5 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ arasında olmaktadır. Katkı değeri, $x=0,6-0,9$ arasında ise öz direncin hızla arttığı görülmektedir. $x=0,8$ katkılı numunede 120 K'deki öz direncin yüksek oluşunun nedeni, diğerlerine göre biraz daha fazla gözenekli yapıda oluşuna bağlanmaktadır.

$2\theta=20-60^\circ$ arasında ölçülen X-ışını kırınım desenleri incelendiğinde düşük katkıları için elde edilen desenlerin, literatürle büyük bir uyum içinde olduğu anlaşılmaktadır. $2\theta=33^\circ$ 'de gözlenen (110) pikinin, $2\theta=32,6^\circ$ 'de gözlenen (013) pikinden daha büyük olması, üretilen numunelerin ortorombik yapıda olduğunu göstermektedir. Katkı miktarı $x=0,3$ değerinden sonra piklerin gözlemlendiği açılar, katkı ile orantılı bir şekilde düşük açılara doğru kaymaktadır. Bu da düzlemler arası mesafe d 'nin, dolayısı ile örgü parametrelerinin artışına işaret etmektedir. $x=0,7$ 'yi aştıktan sonra ise söz konusu iki pik çakışık hale gelmektedir. Bu durum, öz direnç ölçümlerini desteklemektedir.

X-ışını kırınım desenleri yardımıyla hesaplanan örgü parametreleri incelendiğinde, Lu katıldıktan sonra bütün değerlerin arttığı anlaşılmaktadır. a örgü parametresinde, beklendiği gibi $x=0,7$ değerine kadar hemen hemen hiç değişiklik olmamaktadır. Oksijen eksikliğinin gözlemlendiği y -ekseninde ise katkı miktarına bağlı olarak b örgü parametresi yavaş yavaş artmaktadır. c örgü parametresi de buna paralel olarak değişmektedir. Bu artışa, Y'nin yerine Lu iyonlarının geçmesinin neden olduğu tahmin edilmektedir.

Kristal örgüde z -ekseninin yarısında bilindiği gibi Y yer almakta ve bu xy -düzlemi boyunca Y atomlarının yanlarında oksijen bulunmamaktadır. Y düzleminin altında ve üstünde ise birer CuO_2 düzlemi vardır. Bu düzlemdeki $\text{Cu}(2)$ atomlarının

her biri, beşer oksijenle piramit şeklinde bir bağ yaparlar. Bu durum, z -ekseni boyunca atomik bağın, xy -düzlemi boyunca olan atomik bağdan daha zayıf olacağı anlamına gelir. Benzer şekilde oksijen eksikliğinin gözleendiği O(5) yerlerinden dolayı, Cu-O zincirlerinin olduğı bu y -ekseni boyunca bağ da bir miktar zayıf olacaktır.

Y iyonlarının yerlerine, bir miktar daha küçük yarıçapa sahip olan Lu iyonları yerleştirilmeye çalışılmaktadır. Ancak, Y'un bıraktığı boşlukları, Lu tam olarak doldurmayacaktır. Bu düzlemde oksijen atomu olmadığından ve z -ekseni boyunca da aynı cins atomlar karşılıklı yerleştiklerinden, bu atomların birbirlerini itmeleri ve böyle c -örgü parametresinin artması beklenir.

Numunelerin manyetik alınganlıkları, sabit 1 kHz'lik frekanslı dört farklı manyetik alan altında ölçüldü. Katkısız $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ numunesinde alanın şiddeti arttıkça tane sınırlarındaki histeresiz kayıplarından veya AC kayıplarından dolayı sanal kısımlardaki piklerin tepe değerleri düşük sıcaklıklara doğru kaymaktadır. Uygulanan alanın şiddeti arttıkça özden diyamanyetik perdelemeye ait nispeten daha küçük ikinci bir pik belirtmeye başlamaktadır. Bu pikin varlığı, H_C değerinin aşıldığına işaret etmektedir.

$(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ numuneleri de aynı manyetik alanlara tabi tutularak, manyetik alınganlıkları ölçüldü. Katkısız numunede gözlenen özden diyamanyetik perdeleme, $x=0,05$ Lu katkılı numunede $H_a=1400$ A/m'lik manyetik alan altında bile gözlenmedi. $x=0,75$ değerinden sonra ise tanelerden kaynaklanan etki kendini hissettirmektedir.

Manyetik alınganlık ölçümlerinden elde edilen T_p değerleri ile kritik geçiş sıcaklığı arasındaki ilişki incelendiğinde, katkısız numune için $H_a = 350$ A/m alanı altında yaklaşık 13 K'lik bir fark gözlenirken, $x=0,05$ alınan katkılı numunede bu fark sadece 3,5 K kadar ortaya çıkmaktadır. $x=0,1$ alınan numunede bu fark 10 K civarlarına kadar artmakta, bundan sonraki katkılarda ise yavaş yavaş azalmaktadır. $x=0,7$ olan Lu katkılı numunede bu fark 4 K kadardır. Bundan sonra ise hem kritik geçiş sıcaklığı hem de T_p sıcaklığı anormal bir şekilde düşmektedir. Buna, katılan Lu'un artık sadece örgüye değil kusurlar oluşturacak şekilde örgüler arası boşluklara da yerleşmesinin neden olduğı tahmin edilmektedir.

Taramalı elektron mikroskobu kullanılarak numunelerin yüzeylerinden elde edilen görüntüler incelendiğinde katkısız numunenin özdeş olmayan büyüklükte

tanelerden ve kısmi boşluklardan oluştuğu görülmektedir. Lu katkı miktarı $x=0,05$ ve $x=0,075$ olan numuneler ise sadece birkaç μm 'lik tanelere sahiptirler. Bu taneler, $x=0,05$ olan numunede birbirlerini daha iyi temas etmektedirler. $x=0,1-0,4$ numunelerinde ise çok daha büyük taneler ortaya çıkmaktadır. Bu duruma, Lu'un bu katkı miktarlarının, $(Y_{1-x}Lu_x)Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiğinde sıvı fazı artırmasının neden olduğu tahmin edilmektedir. Bundan sonraki katkı değerlerinde ise, katkı ile boyutları değişmeyen, tane boyları ise nisbeten bir miktar daha küçük olan yapı görülmektedir.

EDS analizleri sonucunda katkı miktarının artması ile Y yüzdesinin azaldığı, buna karşın Lu yüzdesinin de aynı oranda arttığı açıkça görülmektedir.

Sonuç olarak, bu katkı oranları değerlendirildiğinde, Lu'un $x=0,05$ olarak alındığında kritik geçiş sıcaklığının 2 K kadar, kritik akım yoğunluğunun ise yaklaşık % 10 kadar azalmasına karşın numune 1400 A/m'lik alanda bile diyamanyetik perdeleme göstermemektedir. Yani büyük bir H_{c1} değerine sahip olduğu düşünülmektedir.

Diğer yandan, katkı miktarı $x=0,1$ olduğunda numunede tane sınırları çok belirgin olan oldukça iri taneler gözlenmektedir. Uygun deney şartları belirlenerek bunlardan, tane büyütmesi yapılabilir.

KAYNAKLAR

- (1) R.D. Shannon, Revised Effective Ionic Radii and Systematic Studies of Interatomic Distances in Halides and Chalcogenides, *Acta Crystallographica A* 32, 751–767, 1976.
- (2) A. Öztürk, İ. Düzgün, S. Çelebi, The Effect of partial Lu Doping on Magnetic Behaviour of YBCO (123) Superconductors, *Journal of Alloys and Compounds*, 495, 104–107, 2010.
- (3) C.W. Luo, Observation of Vortex-Like Excitations in Pr-doped YBCO Thin Films From Femtosecond Spectroscopy, *Physica C* 470, 176–177, 2009.
- (4) Ş. Çelik, K. Öztürk, E. Yanmaz, Dependency of c-lattice parameter, activation energy and its power constant on x in $Y_{1-x}Yb_{x/2}Gd_{x/2}Ba_2Cu_3O_{7-y}$ superconductors, *Journal of Alloys and Compounds* 458, 30–36, 2008.
- (5) K. Öztürk, Ş. Çelik, U. Çevik, E. Yanmaz, Investigation of some superconducting properties of ytterbium diffusion-doped $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductors, *Journal of Alloys and Compounds* 456, 34–39, 2008.
- (6) H. Sözeri, H. Özkan, N. Ghazanfari, Properties of YBCO superconductors prepared by ammonium nitrate melt and solid-state reaction methods, *Journal of Alloys and COMPOUNDS* 428, 1–7, 2007.
- (7) A.E. Carrillo, P. Rodriguez Jr., T. Puing, A. Plau, X. Obradors, H. Zeng, U. Welp, L. Chen, B. W. Veal, H. Claus, G.W. Crabtree, Growth and microstructure of MTG $REBa_2Cu_3O_7/RE_{1/2}BaCuO_5$ with heavy rare earth elements, *Physica C* 372-376, 119-1122, 2002.
- (8) L. Zhang, W. Zhang, H. Zhang, Subtle Structural Changes in Pr Doped YBCO. *Physica C* 364–365, 420-422, 2001.
- (9) A.G. Ivanov, L.T. Tsymbal, Ultrasonic study of thermal elasticity in granular RBCO (R=Y, Gd) compound, *Physics Letters A* 148, 131–133, 1990.
- (10) J.M.S. Skakle, Crystal chemical substitutions and doping of $YBa_2Cu_3O_x$ and related superconductors. *Materials Science and Engineering*, R 23, 1–40, 1998.
- (11) S. K. Misra and L. E. Misiak, EPR study of high- T_c superconductor $Y_{0.9}Ho_{0.1}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$, *Solid State Communications* 72, 351–357, 1989.

- (12) Y. Feng, A.K. Pradhan, Y. Zhao, Y. Wu, N. Koshizuka, L. Zhou, Influence of Ho substitution for Y on flux Pinning in melt- processed YBCO superconductors, *Physica C* 357–360, 799–802, 2001.
- (13) H. Takuya, Y. Katsukuni, The effect of Pr-doping on critical current density in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, *Physica C* 383, 48-54, 2002.
- (14) L. Shlyk, G. Krabbes, G. Fuchs, K. Nenkov, Melt-processed YBCO doped with Ca and Cd: Comparison of superconducting properties, *Physica C* 383, 175-182, 2002.
- (15) J.H. Hong, H.S. Ho, Y.H. Kim, Hall effect measurement of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ superconductors, *The Journal of the Korean Physic Society* 22, 223-226, 1989.
- (16) A. El Ali, K.A. Azezb, I.A. Al-Omaric, J. Shobakia, M.K. Hasan (Qaseer), B.A. Albissb, Kh. Khasawnieha, Kh.A. Ziqd, A.F. Salem, The paramagnetic contribution in the magnetization behavior of $\text{Y}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, *Physica B* 321, 320-323, 2002.
- (17) J. Yulei, X. Ling, R. Hongtao, Z. Minghui, Fabrication and properties of (Y, Gd)BCO superconductors, *Journal of Rare Earths* 22, 867-870, 2004.
- (18) R.L. Wang, H.C. Li, B. Yin, , J.W. X.S. LiRon, C. Dong, F. Wu, H. Chen, Z.X. Zhao, Critical current density and flux pinning in $\text{Gd}_{1-x}\text{Y}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ epitaxial thin films, *Physica C: Superconductors* 250, 55-58, 1995.
- (19) K. Öztürk, Ş. Çelik, U. Çevik, E. Yanmaz, The effect of Gd diffusion-doped on structural and superconducting properties of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ superconductors, *Journal of Alloys and Compounds* 433, 46-52, 2007.
- (20) H.K. Onnes, The resistance of pure mercury at helium temperature, *Leiden Community* No. 120b, 122b, 124c, 1911.
- (21) www.nobelpreis.org/turkish/physik/onnes.htm, (Erişim tarihi 15 Eylül 2010).
- (22) Raymond A. Serway, John W. Jewett, *Serway Physics, Third Edition* USA Chicago 1305 August 2007.
- (23) R. Hampshire, J. Suttan, M.T. Taylor, *Superconductors Critical Flux Density and Magnetical Effects*, Web 02: <http://teachers.web.cern.ch/teachers/>, 2003.
- (24) C. Deniz, M. Tepe ve D. Abukay, II. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu 23, 106–108, 2001.
- (25) W. Meissner and R. Ochsenfeld, A New Effect in Penetration of Superconductors, *Naturwissenschaften* 21, 787–788, 1993.

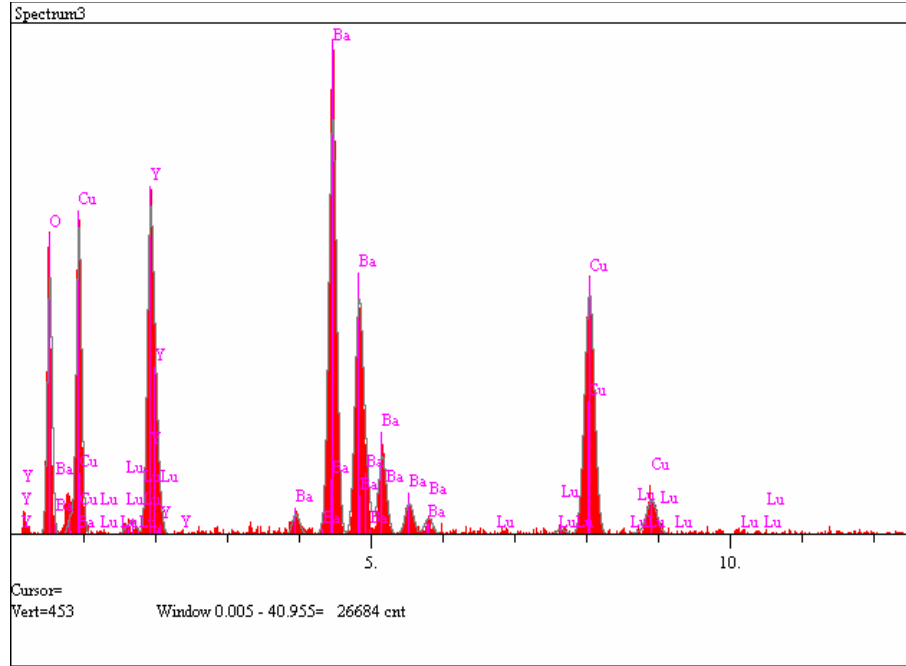
- (26) S.Q. Wang, R.A. Bigelow, R.S. Markiewicz, B.C. Giessen, Magnetic-alignment properties of $\text{REBa}_2\text{Cu}_4\text{O}_8$ (RE=Ho, Er), *Materials Letters* 57, 3449–3454, 2003.
- (27) G. Çimen, Bizmut Tabanlı Süperiletken Seramiklerde Katkı Atomları İle Yapı Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir, 2006.
- (28) A.C. Rose-Innes, E.H. Rhoderick, *Introduction to Superconductivity* Second Edition, Oxford Pergamon Press, Chapter: 2.21, p19, 1978.
- (29) F.J. Owners, C.P. Poole, Jr., *The new superconductors*, Plenum Press, New York, 34-36, 1996.
- (30) 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.
- (31) J.R. Clem, Granular And Superconducting-Glass Properties of the High-Temperature Superconductors, *Physica C* 50, 153–155, 1988.
- (32) J. Bardeen, L.N. Cooper, J.R. Schrieffer, Theory of superconductivity *Physical Review* 108, 1175–1204, 1957.
- (33) A. Raboutou, J. Rosenblatt and P. Peyral, Coherence and Disorder in Arrays of Point Contacts, *Physical Review Letters* 45, 1035–1039, 1980.
- (34) P. Chaudhari, J. Mannhart, D. Dimos, C.C. Tsuei Chi J, Direct measurement of the superconducting properties of single grain boundaries in $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ *Physical Review Letters* 60, 1653–1656, 1988.
- (35) K.K. Likharev, Superconducting weak links, *Reviews of Modern Physics* 51, 101–159, 1979.
- (36) J.G. Bednorz and K.A. Müller, Possible high T_c superconductivity in the Ba–La–Cu–O system, *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter* 64, 189–193, 1986.
- (37) C.H. Stoessel, R.F. Bunshah, S. Prakash, H.R. Fetterman, Thin-Film Processing of High- T_c Superconductors, *Journal of Superconductivity* 6, 1–17, 1993.
- (38) M.K. Wu, J.R. Ashborn, C.J. Torng, L. Gao, Z.J. Huang, Y.Q. Wang and C.W. Chu, Superconducting at 93 K in new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure, *Physics Review Letter* 58, 908–910, 1987.
- (39) H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutami, T. Asano, Bi-Sr-Ca-Cu-O superconductor formed by a Bi complex oxide having a layered structure is found to have a

- transition temperature higher than 100 K, Japan Journal Applied Physics Letter 27, 209–210, 1988.
- (40) Z.Z. Sheng, A.M. Hermann, Superconductivity in the rare-earth-free Tl-Ba-Cu-O system above liquid-nitrogen temperatures, Nature 332, 55–58, 1988.
 - (41) A. Schilling, M. Cantoni, Superconductivity above 130 K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system, Nature 363, 56–58, 1993.
 - (42) M. Kikuchi, Y. Syono, A. Tokiwa, K. Oh-ishi, H. Arai, K. Hiraga, N. Kobayashi, T. Sasaoka, Y. Muto, Thermal and X-ray analyses of high temperature superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.74}$, Japanese Journal of Applied Physics 26, 1066–1069, 1987.
 - (43) J.R. LaGraff, P.D. Han, D.A. Payne, Resistance measurement and oxygen out-diffusion near the orthorombic-tetragonal phase transformation in single-crystal $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, Physics Review B 43, 441–447, 1991.
 - (44) J.L. Tallon, D.M. Pooke, R.G. Buckley, M.R. Presland, F.J. Blunt, $\text{R}_2\text{Ba}_4\text{Cu}_7\text{O}_{15-\delta}$: A 92-K bulk superconductor. Physics Review B 41, 7220–7223, 1990.
 - (45) A.M. Wolsky, M. Alan, F. Robert Giese, and J. Edward Daniels, The New Superconductors: Prospects for Applications, Scientific American, 60–69, 1989.
 - (46) D. Dew-Hughes, Materials Matter 4, 741–745, 1988.
 - (47) M. Murakami, T. Oyama, H. Fujimoto, S. Gotoh, K. Yamaguchi, Y. Shiohara, N. Koshizvaka, and S. Tanaka, Melt processing of bulk high T_c superconductors and their application, IEEE Transactions – Magazine 27, 2, 1479–1486, 1991.
 - (48) A.C. Pierre, Introduction to Sol-Gel Processing, Kluwer Academic Publishers, Boston USA 1998.
 - (49) Lake Shore 7000 Series System User's Manual Description 3–2.
 - (50) Lake Shore 7000 Series System User's Manual Introduction 1–8.
 - (51) Lake Shore 7000 Series System User's Manual Description 3–3.
 - (52) R.B. Goldfarb, M. Lelental, C.A. Thompson, Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Spin Systems, Berkeley Springs, West Virginia, 1991.
 - (53) Y. Ikeda, M. Takano, Z. Hiroi, K. Oda, H. Kitaguchi, J. Takada, Y. Miura, Y. Takeda, O. Yamamoto, H. Mazaki, The high- T_c phase with a new modulation

mode in the Bi, Pb-Sr-Ca-Cu-O system, Japanese Journal of Applied Physics 27, 2067–2070, 1988.

- (54) H. Mazaki, M. Takano, J. Takada, K. Oda, H. Kitaguchi, Y. Miura, Y. Ikeda, Y. Tommi, T. Kubozoe, Complex susceptibility of Bi, Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors, Japanese Journal of Applied Physics 27, 1639–1641, 1988.
- (55) Keithley, Low Level Measurements, Precision DC Current, Voltage and Resistance Measurements, 5th Edition 1998.

EK

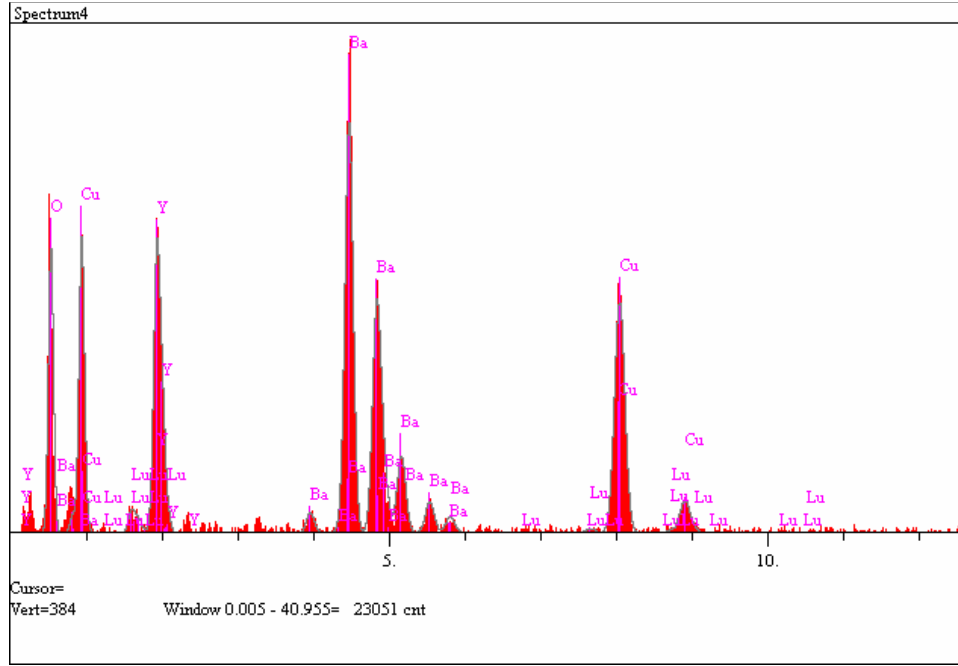


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	19.056	wt.%	
Lu	Calc	1.734	wt.%	
Ba	Calc	44.707	wt.%	
Cu	Calc	18.110	wt.%	
O	Calc	16.393	wt.%	
		100.000	wt.%	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	49.18	2.217	16.393	wt.%	
Cu	Ka	91.94	3.032	18.110	wt.%	
Y	La	69.27	2.632	19.056	wt.%	
Ba	La	126.40	3.555	44.707	wt.%	
Lu	La	2.22	0.471	1.734	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

20.0kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 1. $x=0,05$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

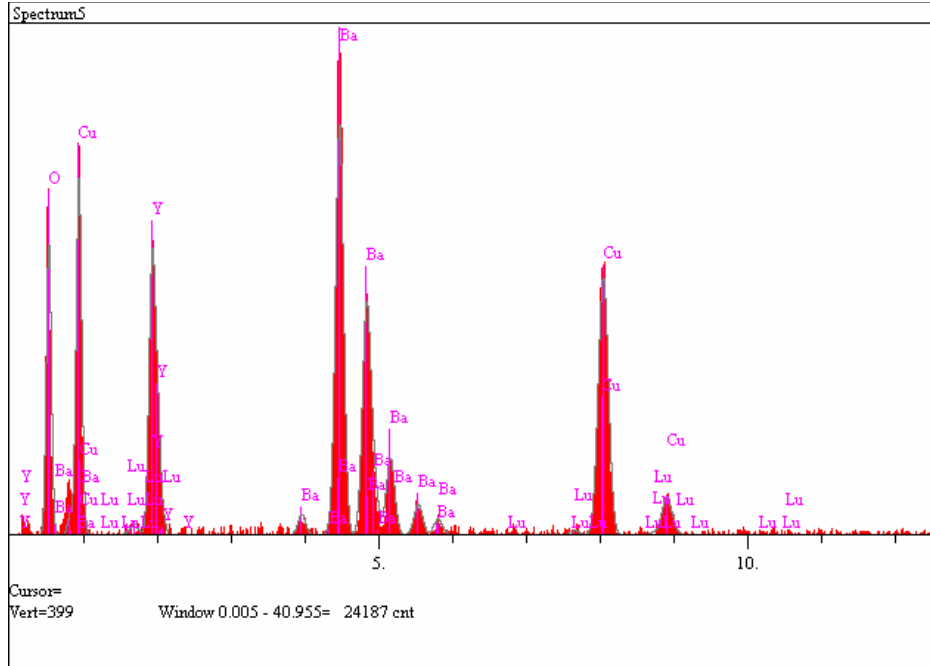


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	17.520	wt.%	
Lu	Calc	1.441	wt.%	
Ba	Calc	45.183	wt.%	
Cu	Calc	17.898	wt.%	
O	Calc	17.959	wt.%	
		100.000	wt.%	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	46.24	2.150	17.959	wt.%	
Cu	Ka	75.45	2.747	17.898	wt.%	
Y	La	52.89	2.300	17.520	wt.%	
Ba	La	106.55	3.264	45.183	wt.%	
Lu	La	1.53	0.391	1.441	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

20.0kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 2. $x=0,075$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

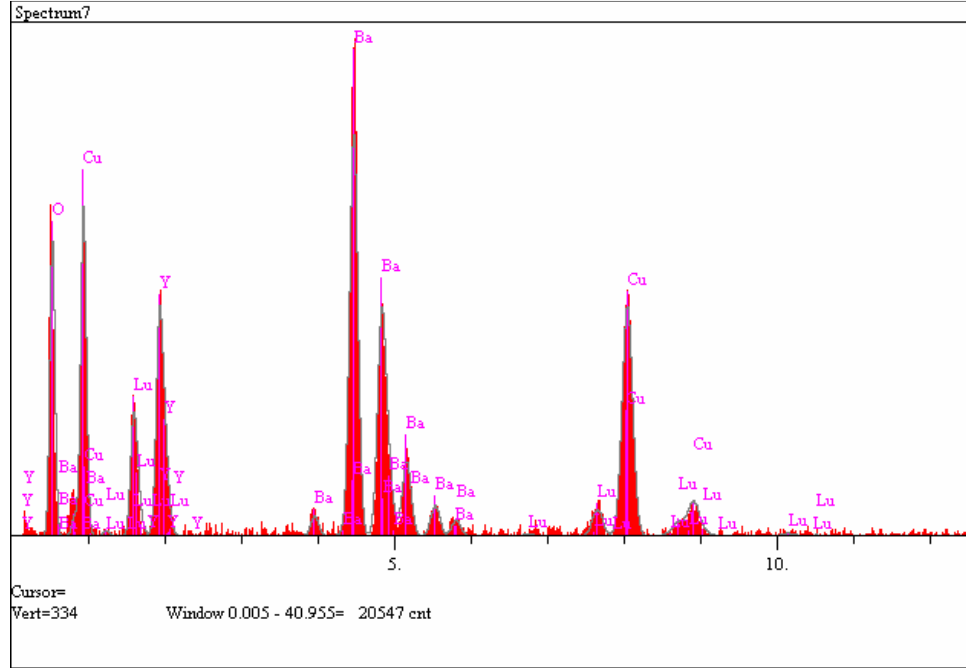


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	16.813	wt. %	
Lu	Calc	1.573	wt. %	
Ba	Calc	44.052	wt. %	
Cu	Calc	19.608	wt. %	
O	Calc	17.955	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	48.85	2.210	17.955	wt. %	
Cu	Ka	86.88	2.947	19.608	wt. %	
Y	La	53.18	2.306	16.813	wt. %	
Ba	La	110.03	3.317	44.052	wt. %	
Lu	La	1.76	0.419	1.573	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 3. $x=0,1$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

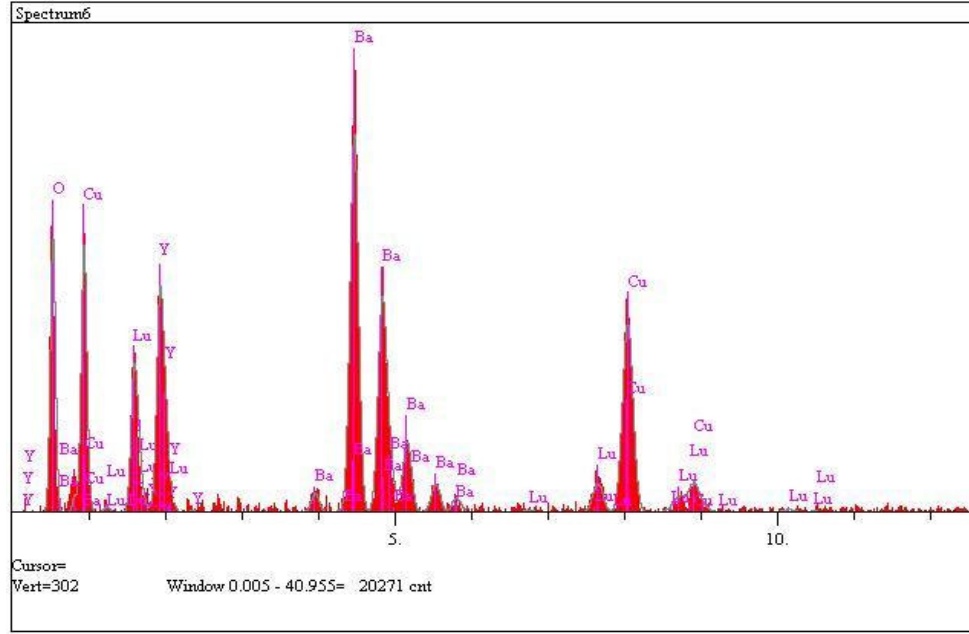


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	13.591	wt.%	
Lu	Calc	7.903	wt.%	
Ba	Calc	43.322	wt.%	
Cu	Calc	17.326	wt.%	
O	Calc	17.859	wt.%	
		100.000	wt.%	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	41.29	2.032	17.859	wt.%	
Cu	Ka	64.64	2.542	17.326	wt.%	
Y	La	35.54	1.885	13.591	wt.%	
Ba	La	89.72	2.995	43.322	wt.%	
Lu	La	7.43	0.862	7.903	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 4. $x=0,2$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

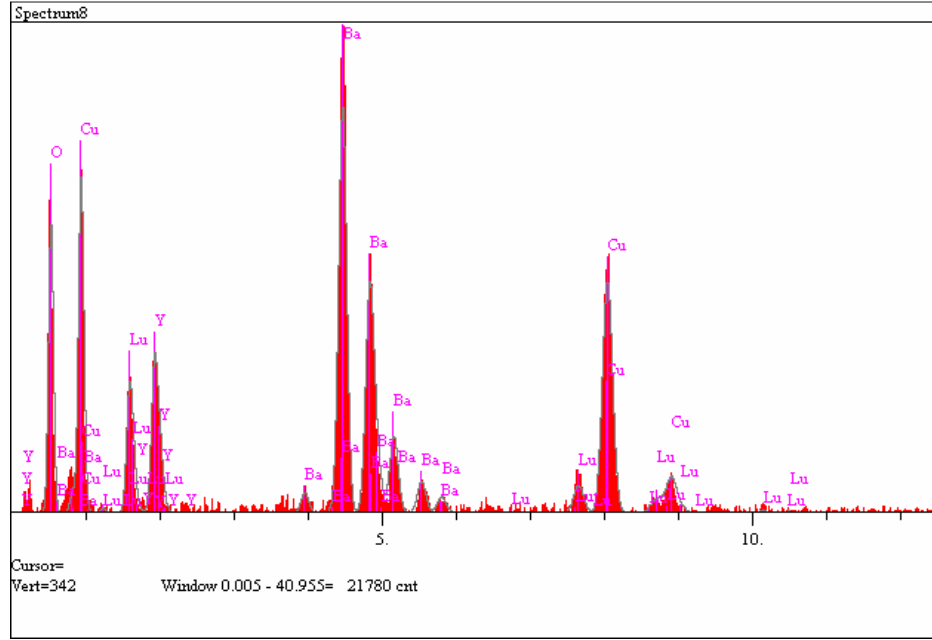


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	11.751	wt. %	
Lu	Calc	7.914	wt. %	
Ba	Calc	45.022	wt. %	
Cu	Calc	13.107	wt. %	
O	Calc	17.848	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	42.38	2.050	17.402	wt. %	
Cu	Ka	66.33	2.603	17.503	wt. %	
Y	La	30.48	2.719	12.361	wt. %	
Ba	La	94.32	3.034	44.621	wt. %	
Lu	La	7.77	0.875	8.113	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 5. $x=0,3$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

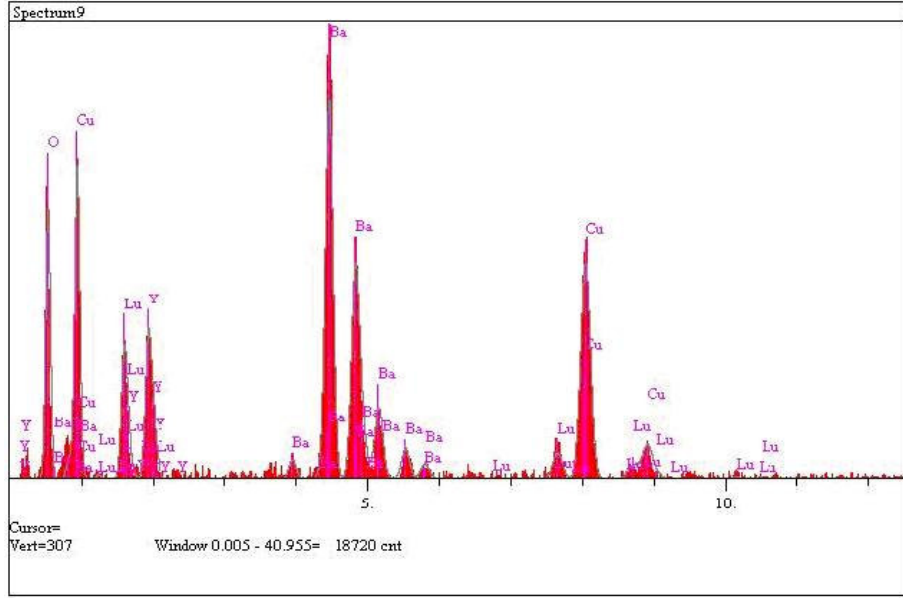


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	10.145	wt. %	
Lu	Calc	8.379	wt. %	
Ba	Calc	45.708	wt. %	
Cu	Calc	18.321	wt. %	
O	Calc	17.447	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	43.28	2.080	17.447	wt. %	
Cu	Ka	69.75	2.641	18.321	wt. %	
Y	La	26.54	1.629	10.145	wt. %	
Ba	La	97.44	3.122	45.708	wt. %	
Lu	La	8.03	0.896	8.379	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 6. $x=0,4$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

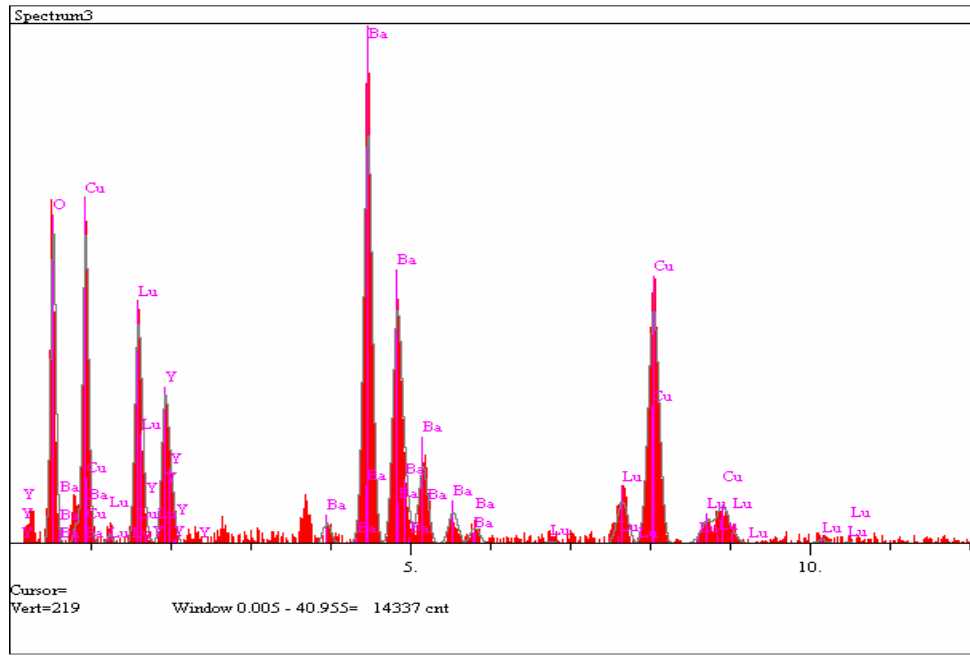


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	10.005	wt. %	
Lu	Calc	9.906	wt. %	
Ba	Calc	44.582	wt. %	
Cu	Calc	18.167	wt. %	
O	Calc	17.340	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	43.02	2.174	17.640	wt. %	
Cu	Ka	65.75	2.691	18.157	wt. %	
Y	La	21.11	1.619	10.395	wt. %	
Ba	La	82.95	3.180	44.742	wt. %	
Lu	La	9.06	0.986	9.066	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 40.0 dk

Şekil 7. $x=0,5$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

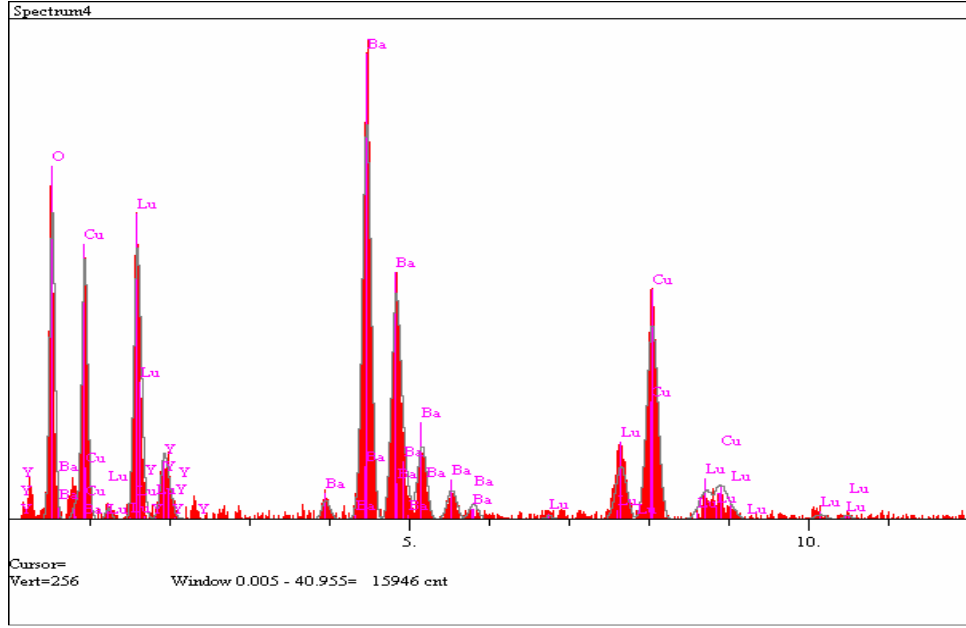


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	8.874	wt. %	
Ba	Calc	43.579	wt. %	
Cu	Calc	17.384	wt. %	
O	Calc	17.799	wt. %	
Lu	Calc	12.365	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	37.55	2.238	17.799	wt. %	
Cu	Ka	56.74	2.750	17.384	wt. %	
Y	La	19.80	1.625	8.874	wt. %	
Ba	La	78.97	3.245	43.579	wt. %	
Lu	La	10.16	1.164	12.365	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 30.0 dk

Şekil 8. $x=0,6$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

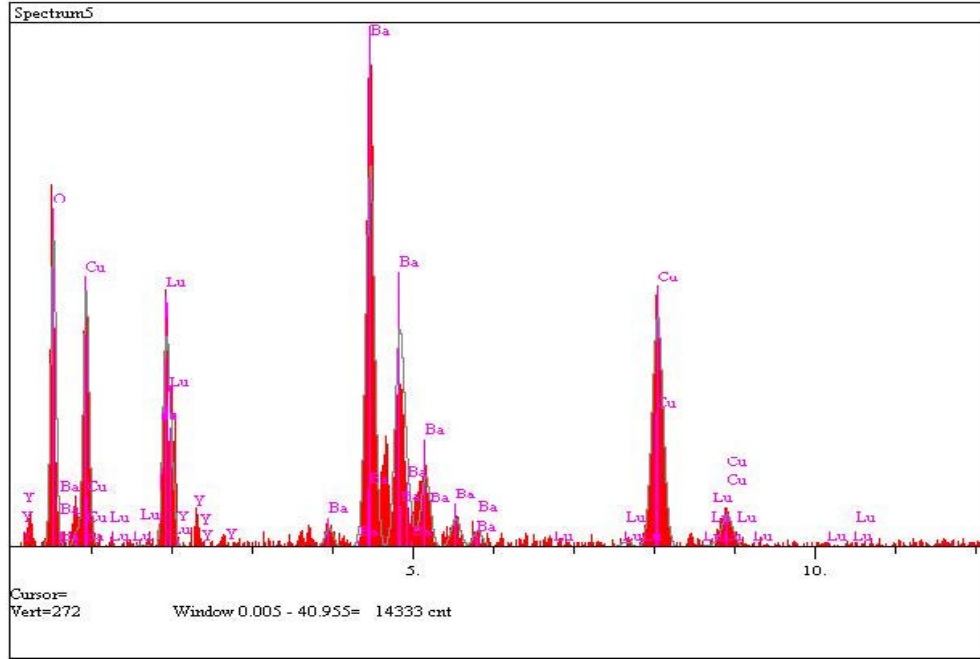


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	4.332	wt. %	
Ba	Calc	45.332	wt. %	
Cu	Calc	15.501	wt. %	
O	Calc	17.964	wt. %	
Lu	Calc	16.871	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	45.11	2.452	17.964	wt. %	
Cu	Ka	57.51	2.769	15.501	wt. %	
Y	La	10.74	1.197	4.332	wt. %	
Ba	La	92.65	3.515	45.332	wt. %	
Lu	La	15.73	1.448	16.871	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0 kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 30.0 dk

Şekil 9. $x=0,7$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

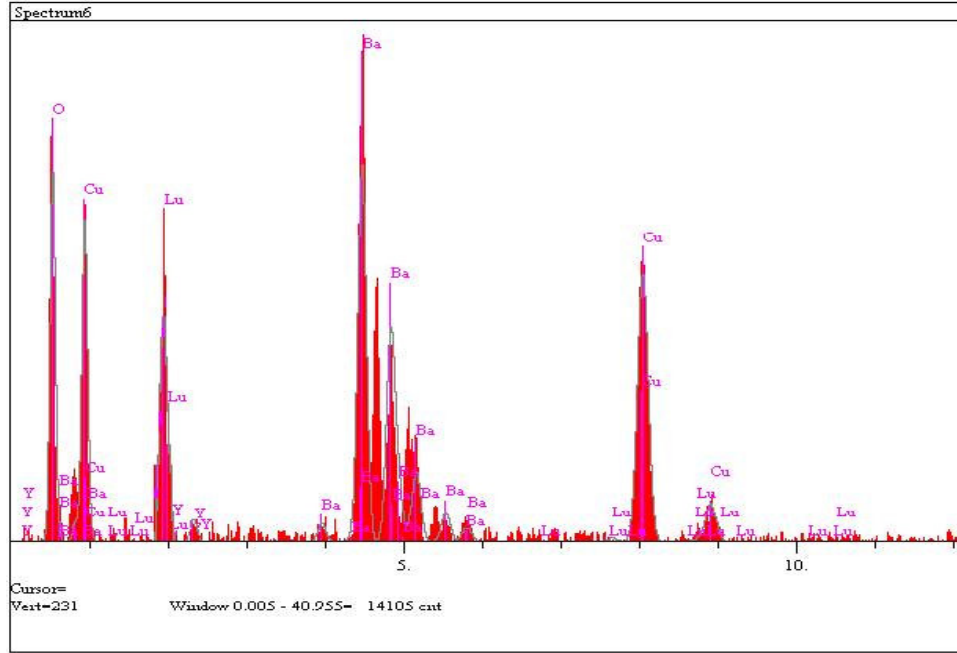


Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	3.357	wt. %	
Ba	Calc	42.101	wt. %	
Cu	Calc	19.973	wt. %	
O	Calc	17.680	wt. %	
Lu	Calc	16.889	wt. %	
		100.000	wt. %	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	45.41	2.460	19.780	wt. %	
Cu	Ka	58.13	3.014	14.973	wt. %	
Y	La	8.69	1.945	3.967	wt. %	
Ba	La	83.61	3.475	44.691	wt. %	
Lu	La	17.41	1.483	16.589	wt. %	
				100.000	wt. %	Total

20.0kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 30.0 dk

Şekil 10. $x=0,8$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.



Component	Type	Conc.	Units	
Y	Calc	2.214	wt.%	
Ba	Calc	43.301	wt.%	
Cu	Calc	18.112	wt.%	
O	Calc	19.122	wt.%	
Lu	Calc	17.251	wt.%	
		100.000	wt.%	Total

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
O	Ka	16.98	2.503	18.122	wt.%	
Cu	Ka	58.83	3.029	17.912	wt.%	
Y	La	3.99	1.129	2.216	wt.%	
Ba	La	86.40	3.192	43.101	wt.%	
Lu	La	18.10	1.783	18.649	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

20.0kV
Soğurma Açısı 35.0°
Ölçüm Süresi 30.0 dk

Şekil 11. $x=0,9$ Lu katkılı örneğin EDS grafiği.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Mustafa Burak TÜRKÖZ

Doğum Tarihi : 1977

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu: (Kurum ve Yıl)

Lisans : Selçuk Üniversitesi Fen Edebiyat Fak. Fizik Bölümü 2001.

Yüksek Lisans : Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü 2004.

Çalıştığı Kurum ve Yılı: Kırıkkale Üniversitesi Fen Edebiyat Fak. Fizik Bölümü
2002- .

- Yayınları (SCI) : 1. G. Tanır, M. B. Türköz, E. Şencan, M. H. Bölükdemir, E. Tel, Ş. Okuducu, Comparison of the decay-rate parameter of the luminescence signal generated using different laboratory radiation doses. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. Vol. 265, No. 3, 399–403, 2005.
2. Güneş Tanır, Emine Şencan, M. Hicabi Bölükdemir, M. Burak Türköz, Eyüp Tel, Equivalent dose determination for active main Marmara fault sample using Single aliquot prosedure Journal of Environmental Radioactivity Vol. 84, No. 3, 409–416, 2005.

Araştırma Alanları : Süperiletken, YBCO, YSS, OSL, Tarihlendirme.