ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Canan KAYA

Ce KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

FİZİK ANABİLİM DALI

ADANA, 2012

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Ce KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Canan KAYA

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Bu Tez ../../2012 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından Oybirliği/~~Oyçokluğu~~ ile Kabul Edilmiştir.

…….....	..……	……
Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK	Doç.Dr. Faruk KARADAĞ	Yar.Doç.Dr. Ahmet EKİCİBİL
DANIŞMAN	ÜYE	ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.
Kod No:

Prof. Dr. M. Rifat ULUSOY
Enstitü Müdürü

Bu Çalışma Ç. Ü. Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: FEF2011YL27

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ce KATKISININ BSCCO SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDEKİ ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Canan KAYA

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

Danışman : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK
Yıl: 2012, Sayfa: 89
İkinci Danışman : Yrd. Doç. Dr. Berdan Özkurt
Jüri : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK
: Doç. Dr. Faruk KARADAĞ
: Yrd. Doç. Dr. Ahmet EKİCİBİL

Bu çalışmanın amacı, Katı-hal tepkime metodu ile üretilen ve LFZ methodu ile büyütülen BSCCO süperiletken sistemine yapılan seryum katkısının bu sistemi nasıl etkilediğini incelemektir. Bu amaçla çalışmada ilk olarak süperiletkenlik teorileri daha sonraki bölümlerde ise BSCCO yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin yapısal, iletkenlik ve fiziksel özellikleri deneysel olarak incelendi. Bu amaçla BSCCO süperiletkenlerin XRD, SEM, EDX, R-T ve M-H analizleri yapıldı. Sonuçlar BSCCO sistemine yapılan seryum katkılanmasının süperiletkenlik özellikleri olumsuz etkilediğini gösterdi.

Anahtar Kelimeler: BSCCO, LFZ, XRD, SEM, R-T

ABSTRACT

MSc THESIS

THE EFFECT OF CERIUM SUBSTITUTION ON THE PYHSICAL PROPERTIES OF BSCCO SUPERCONDUCTOR

Canan KAYA

ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSIC

Supervisor : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK
Year:2012, Pages: 89
Co- Supervisor : Asst. Prof . Dr. Berdan ÖZKURT
Jury : Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK
: Assoc. Prof. Dr. Faruk KARADAĞ
: Asst. Prof . Dr. Ahmet EKİCİBİL

The purpose of this work is the investigation of cerium substitution effects on BSCCO superconductors which are prepared with solid state reaction method and grown by LFZ. In the first part of this thesis, the physical properties of Bi-based superconductors have been summarized. In the second part, the structural, electrical and magnetic properties have been experimentally investigated. For this, superconducting samples have been analyzed by using the XRD, SEM, EDX, R-T and M-H analyses. According to the results of these analyses, it can be say that cerium substitution were slightly degrades superconductivity.

Keywords: BSCCO, LFZ, XRD, SEM, R-T

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmalarımda çalışmalarımı yönlendiren, araştırmalarımın her aşamasında bilgi, öneri ve yardımlarını esirgemeyerek bilgi ve deneyimlerini paylaşan değerli hocam Prof. Dr. Bekir **ÖZÇELİK**' e teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım sürecinde malzemeyi hazırlayan ve tüm desteğini esirgemeyen ikinci danışmanım sevgili hocam Yrd.Doç.Dr. Berdan **ÖZKURT**'a teşekkür ederim.

Malzeme hazırlama esnasında laboratuarını kullanmamıza izin veren Prof.Dr. Andres **SOTELO**'ya teşekkür ederim.

Yüksek lisans çalışmalarım sırasında deneysel ölçümlerimin alınmasında gösterdiği ilgi ve yardımlarından dolayı Prof. Dr. M. Eyyüphan **YAKINCI**, Doç. Dr. M. Ali **AKSAN**, Murat **ÖZABACI**, Olcay **KIZILASLAN** ve Sinem **TÜRKOĞLU**' na teşekkür ederim.

Tez çalışmam sürecinde her konuda yanımda olan ve tez yazım esnasında yardımlarını esirgemeyen canım arkadaşlarım Hakan **GÜNDOĞMUŞ** ve Anıl **ÖZASLAN DOĞRU'** ya sonsuz teşekkür ederim.

Ayrıca desteklerini esirgemeyen grup arkadaşımlarım**,** Dr. Duygu **YAZICI TÜTÜN,** Nilay **KANTARCI GÜLER**, Arş. Gör. Onur **NANE** ve Nihal **TÜRK**' e teşekkür ederim.

Bu süreçte maddi ve manevi her konuda daima yanımda olan çok değerli babam Sabri **KAYA**, annem Nesrin **KAYA**, kardeşlerim Çiğdem **KAYA**, Mustafa Caner **KAYA**' ya ve ayrıca Fatma **TANOĞLU**' na sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER **SAYFA**

ÖZ I
ABSTRACT. II
TEŞEKKÜR III
İÇİNDEKİLER IV
ÇİZELGELER DİZİNİ VI
ŞEKİLLER DİZİNİ VIII
SİMGELER VE KISALTMALAR XII
1. GİRİŞ 1
1.1 Süperiletkenlik ve Süperiletkenliğin Temel Kavramları 4
1.2. BCS Taban Durumu 5
1.3. Meissner-Ochsenfeld Etkisi 6
1.4. I. ve II. Tip Süperiletkenler 8
1.5. Süperiletken Sistemler 10
1.5.1. $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ Sistemi 12
1.5.2. YBCO Sistemi 12
1.5.3. TBCCO Yapısı 14
1.5.4. HgBaCaCuO Yapısı 16
1.5.5. BSCCO Yapısı 17
1.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Camlarda Süperiletkenlik Faz Oluşumu 19
1.6.1. İlk kristalleşme (2201) fazının oluşumu 19
1.6.2. 2212 Fazının Oluşumu 20
1.6.3. 2223 Fazının Oluşumu 22
1.7. Süperiletkenlerin Teknolojideki Uygulama Alanları 23
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 25
3. MATERYAL VE METOD 41
3.1. Giriş 41
3.2. Katı-hal Tepkime Yöntemi 41
3.3. LFZ (Lazer Floating Zone) Metodu 42

3.4. Örneklerin Hazırlanması 44
3.4.1.$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ (x=0.0,0.01,0.05,0.1,0.25) Bileşiğinin Hazırlanması 44
3.4.2. Toz Karışımın Kalsinasyonu 45
3.4.3. Örneklerin LFZ ile büyütülmesi ve preslenmesi 45
3.4.4. Çubukların Sinterlenmesi 45
3.5. Deneysel Ölçümler 46
3.5.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD) Analizi 46
3.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 46
3.5.3. EDX Analizleri 47
3.5.4. Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T) 47
3.5.5. Titreşen Örnek Magnetometresi (VSM) 48
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 51
4.1. Giriş 51
4.2. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneklerinin Elektriksel Direnç Ölçüm Sonuçları 51
4.3. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneklerinin Elektron Mikroskobu Ölçüm Sonuçları (SEM Analizi) ve EDX Analizi Sonuçları 57
4.4. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin X-Işınları Difraksiyonu Sonuçları 63
4.5. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin D.C. Magnetik Ölçümleri 66
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 77
5.1. Sonuçlar 77
5.1.1. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin R-T Ölçüm Sonuçları 77
5.1.2. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Sonuçları 78
5.1.3. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin X-ışınları Difraksiyonu Analizi Sonuçları 79
5.1.4. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin D.C. Manyetik Ölçüm Sonuçları 79
5.2. Öneriler 81
KAYNAKLAR 83
ÖZGEÇMİŞ 89

ÇİZELGELER DİZİNİ **SAYFA**

Çizelge 1.1. I. tip süperiletkenler için üst kritik olan değerler 9
Çizelge 1.2. II. tip süperiletkenler için üst kritik alan değerleri..... 10
Çizelge 4.1. A, B, C, D ve E örneklerine ait T_{conset} ve $T_{coffset}$ sıcaklık değerleri ve hole sayıları 56
Çizelge 4.2. A, B, C, D, E örneklerinin birim hücre parametreleri ve ortalama tanecik boyutları..... 65
Çizelge 4.3. A, B, C, D, E örneklerine ait kritik akım yoğunlukları değerleri 76

ŞEKİLLER DİZİNİ **SAYFA**

Şekil 1.1. a) Sıfır alanda soğutulan ideal iletken
b)Manyetik alanda soğutulan ideal iletken
c)Sıfır alanda soğutulan süperiletken
d) Manyetik alanda soğutulan süperiletken 7

Şekil 1.2. I. tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alan ve manyetik alan- sıcaklık ilişkisi.....8

Şekil 1.3. II. tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alan ve manyetik alan-sıcaklık ilişkisi.....10

Şekil 1.4. Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi.....11

Şekil 1.5. Lantantumdan oluşan süperiletkenin birim hücresi 12

Şekil 1.6. YBCO'nun kristal yapısı a) Ortorombik b) Tetragonal Faz 13

Şekil 1.7. TBCCO yapısı.....15

Şekil 1.8. TSCCO'nun kristal yapısı 16

Şekil 1.9. a) Hg-2212 ve b) Hg-1223'ün kristal yapıları.....17

Şekil 1.10. BSCCO sisteminin kristal yapıları a)n=1 fazını b) n=2 fazını c) n=3 fazını göstermektedir.....18

Şekil 1.11. BSCCO n=1 fazına ait kristal yapı 20

Şekil 1.12. BSCCO n=2 fazına ait kristal yapı 21

Şekil 1.13. BSCCO n=3 fazına ait kristal yapı 22

Şekil 3.1. Lazer Floating Zone Melting 44

Şekil 3.2. Model 7304 elektromagnet LakeShore VSM Sistemi 48

Şekil 4.1. Katkısız (A Örneği) BSCCO örneğine ait direnç-sıcaklık eğrisi 52

Şekil 4.2. x=0.01 (B örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi 53

Şekil 4.3. x=0.05 (C örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi 53

Şekil 4.4. x=0.1 (D örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi 54

Şekil 4.5. x=0.25 (E örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi 54
Şekil 4.6. A,B,C,D ve E örneklerine ait direnç-sıcaklık eğrileri.....55
Şekil 4.7. A Katkısız BSCCO örneğine ait SEM fotoğrafı.....57
Şekil 4.8. A örneğine ait EDX analizi.....58
Şekil 4.9. B örneğinin SEM fotoğrafı 59
Şekil 4.10. B örneğine ait EDX analizi.....59
Şekil 4.11. C örneğinin SEM fotoğrafı 60
Şekil 4.12. C örneğine ait EDX analizi.....60
Şekil 4.13. D örneğinin SEM fotoğrafı.....61
Şekil 4.14. D örneğine ait EDX analizi.....61
Şekil 4.15. E örneğinin SEM fotoğrafı 62
Şekil 4.16. E örneğine ait EDX analizi 62
Şekil 4.17. Katkısız Bi-2212 süperiletken örneğine ait XRD sonuçları 64
Şekil 4.18. x=0.0 (A örneği), x=0.01 (B örneği), x=0.05 (C örneği), x=0.1 (D örneği) ve x=0.25 (E örneği) örneklerinin XRD sonuçları 65
Şekil 4.19. A örneğine ait histeresiz eğrileri 67
Şekil 4.20. B örneğine ait histeresiz eğrileri 68
Şekil 4.21. C örneğine ait histeresiz eğrileri 68
Şekil 4.22. D örneğine ait histeresiz eğrileri 69
Şekil 4.23. E örneğine ait histeresiz eğrileri 69
Şekil 4.24. A, B, C, D, E örneklerine ait 10 K'de elde edilen histeresiz eğrileri.....70
Şekil 4.25. A, B, C, D, E örneklerine ait 15 K'de elde edilen histeresiz eğrileri.....70
Şekil 4.26. A, B, C, D, E örneklerine ait 20 K'de elde edilen histeresiz eğrileri.....71
Şekil 4.27. A, B, C, D, E örneklerine ait 25 K'de elde edilen histeresiz eğrileri.....71
Şekil 4.28. A örneğine ait kritik akım yoğunluğu-manyetik alan eğrileri 73
Şekil 4.29. B örneğine ait kritik akım yoğunluğu-manyetik alan eğrileri.....74
Şekil 4.30. C örneğine ait kritik akım yoğunluğu-manyetik alan eğrileri.....74
Şekil 4.31. D örneğine ait kritik akım yoğunluğu-manyetik alan eğrileri 75
Şekil 4.32. E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-manyetik alan eğrileri.....75

Şekil 4.33. A, B, C, D, E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri 76
Şekil 5.1. A, B, C, D ve E örneklerine ait direnç-sıcaklık eğrileri.....78
Şekil 5.2. A, B, C, D, E örneklerine ait 10 K'de elde edilen histeresiz eğrileri.....80
Şekil 5.3. A, B, C, D, E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri 80

SİMGELER VE KISALTMALAR

H_c : Kritik Manyetik Alan

B : Manyetik Alan

H : Dış Manyetik Alan

M : Manyetizasyon

T : Sıcaklık

T_c : Kritik Sıcaklık

HT_c : Yüksek Sıcaklık

LT_c : Düşük Sıcaklık

ξ : Uyum Uzunluğu

λ_L : London Sızma Derinliği

E : Elektrik Alan

ρ : Özdirenç

J : Akım Yoğunluğu

J_s : Süperelektronların Akım Yoğunluğu

E : Süperiletken içerisindeki elektrik alan

e : Elektron yükü

m : Elektron kütlesi

n_s : Süperiletken taşıyıcı sayısı

I_c : Kritik Akım

BCS : Bardeen-Cooper-Schrieffer Teorisi

EDX : Energy Dispersive X-Ray (Enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi)

MPa : Mega Pascal

h : Planck Sabiti

(hkl) : Miller indisleri

K : Kelvin

p : Hole sayısı

ΔT : Geçiş aralığı

SEM : Taramalı elektron mikroskobu

T_{conset} : Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı

LFZ : Lazerli eriyik bölge yöntemi (Lazer Floating Zone)

$T_{coffset}$: Süperiletkenlik sıcaklığı

J_c : Kritik akım yoğunluğu

rpm : Dönme Hızı

1. GİRİŞ

Elektrik akımı, elektronların bir yönde hareketidir. Metalik bir yapı içerisinde elektronların hareketi bir elektrik akımına neden olmaktadır. Örneğin bakırın içerisinden elektrik akımının geçmesi sırasında hareket halinde bulunan elektronlardan bir kısmı bakır atomlarına çarparak yön değiştirirler ve böylece elektrik akımına karşı bir elektriksel direnç meydana getirirler. İletkenlerdeki elektrik direnci, sıcaklığın düşmesiyle birlikte azalma göstermektedir. Fakat bu direncin tümüyle yok edilebildiği ilk kez 1911 tarihinde Kamerlingh Onnes tarafından bulunmuştur. Onnes deneyinde helyum gazını sıvılaştırarak sıcaklık derecesini 4,2 K' e kadar düşürmüştür. Onnes metalik civanın T_c kritik sıcaklık denilen belirli bir sıcaklığın altında soğutulduğunda elektriksel direncinin ölçülemeyecek kadar küçük bir değere düştüğünü buldu (Onnes, 1911). Bu yeni olayı kusursuz iletken anlamına gelen süperiletken olarak adlandırmıştır. Heike Kammerling Onnes yapmış olduğu çalışma olan, helyumu sıvılaştırması ve maddelerin düşük sıcaklıkları üzerindeki deneyleri sayesinde "1913 Nobel Fizik Ödülünü" kazanmıştır.

1933'de Meissner ve Oschsenfeld, süperiletken bir maddenin, bir manyetik alan etkisinde kritik sıcaklığının altında soğutulurken, iç kısmındaki tüm manyetik akıyı dışarı attığını buldular (Meissner ve Oschsenfeld, 1933). Böylelikle süperiletken bir malzemenin aynı zamanda kusursuz bir diamagnet olduğunu da keşfetmiş oldular. Bu olay Meissner etkisi olarak adlandırıldı.

Süperiletkenliğin elektrodinamik özelliklerini açıklayan ilk teori London teorisidir (London, 1935). Bu teori ile süperiletkenliğin temel özelliği olan diamagnetizma ve sıfır direnç durumunu Maxwell denklemlerine dayalı iki denklemle açıkladılar.

Süperiletkenliğin ikinci makroskopik teorisi Ginzburg-Landau teorisidir (Landau, 1950). Bu teoride ikinci dereceden faz geçişi yapan bir sistemin termodinamiğini incelediler.

1957'de Abrikosov, Ginzburg-Landau teorisini alaşımlara uygulayarak II. Tip süperiletken sınıfını buldu (Abrikosov, 1957). II. Tip süperiletkenler bir manyetik alanda negatif yüzey enerjisine sahip oldukları için kararsızdırlar. Bu yüzden,

süperiletken durumda belli bir manyetik alan değerine kadar manyetik akı numuneye sızıyordu. Bu değer geçildiğinde numune hala süperiletken olmasına rağmen manyetik akı süperiletken malzemeye kısmen sızıyor ve numune içinde karışık bir durum oluşturuyordu.

1959 yılında mikroskobik anlamda süperiletkenliğin teorisini John Barden, Leon Cooper, J. Robert Schrieffer gerçekleştirdi. (Barden ve ark.,1957). Bu teoriye BCS teorisi adı verildi. BCS teorisine göre mutlak sıfırda bir elektron-fonon etkileşmesi olmaktadır. Süperiletkenliği Cooper çiftleri olarak da adlandırılan elektron çiftleri sağlamaktadır. Bean 1962 yılında, bir süperiletkenin, süperiletkenlik özelliğini kaybetmeden önceki kritik akım yoğunluğunun, duygunluk eğrilerinden bulunabileceğini gösterdi (Bean,1962).

1970-1980 yılları arasında birçok süperiletken keşfedilmiştir. Bunlardan bazıları ağır fermiyon ($UBe_{13,}U_{1-x}$ Th_xBe_{13} gibi) ve organik süperiletkenler ($(TMTSF)_2PF_6$ ve C_{60} gibi) olarak isimlendirilmiştir (G. R.Stewart,1984).

1984 yılında L. S. Brizhik ve A. S. Davydov “bisoliton” modelini organik süperiletkenlerin mekanizmasını açıklamak için kullanmıştır (A.S. Davydov,1990).

Bu modele göre “Cooper çiftleri elektron fonon etkileşmesinden dolayı bir boyutlu uyarılmalar ile oluşur” düşüncesi baz alınmıştır. 1986 yılında K.Miyake, S.Schmitt-Rink ve C.M.Varma süperiletkenliğin oluşumunun antiferromanyetik spin dalgalanmalarının değişiminden kaynaklandığı düşüncesinden yola çıkarak bir model geliştirmeye çalışmıştır.

Yüksek sıcaklık süperiletkenler tarihi, 1986 yılında Bednorz ve Müller tarafından IBM Zürih Araştırma Labaratuvarında, kritik geçiş sıcaklığı 30 K olarak ölçülen La-Ba-Cu-O(LBCO) sisteminin bulunmasıyla başladı (Bednorz ve ark.,1986). Buradaki keşif şaşırtıcıdır. Çünkü lantanyum bazlı bir süperiletken oda sıcaklığında yalıtkandır. Bu buluşun öneminden dolayı 1987’de Nobel ödülü almışlardır.

1986 yılının sonlarına doğru Tanaka ve arkadaşları La-tabanlı süperiletkenlerde Ba’nın yerine Sr’yi katkılayarak kritik geçiş sıcaklığını 42,5 K olarak keşfettiler (Tanaka ve ark.,1987).

Paul Chu tarafından La-tabanlı süperiletkenlerde 12 kbar basınç altında en yüksek kritik geçiş sıcaklığını 57 K olarak keşfettiler (Chu ve ark.,1987).

1987 yılının Şubat ayında Wu ve arkadaşları Alabama Üniversitesi ve Houston Üniversitesinde yaptıkları çalışmalarda sıvı azot sıcaklığının üzerinde kritik geçiş sıcaklığı 90 K olan Y-Ba-Cu-O (YBCO) sistemini keşfettiler (Wu ve ark.,1987).

Bi-tabanlı süperiletkenler Micheal ve arkadaşları tarafından $Bi_2Sr_2Cu_1O_y$ başlangıç numunesiyle keşfedildi (Micheal ve ark.,1988). Bu bileşikte kritik geçiş sıcaklığı 15-20 K olarak keşfettiler. Bi-tabanlı süperiletkenlerin $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ genel serisine uygun bir (n=1,2) kristal yapıya sahip olduğu bulundu (Maeda ve ark.,1988, Torrance ve ark.,1988). Kristal geçiş sıcaklığını ise n=1 için 15-20 K ve n=2 için 75-80 K olarak buldular. 1988 yılının Ocak ayında Tarascon ve arkadaşları ise n=3 serisini keşfettiler. Bu sistem için kritik geçiş sıcaklığını 110 K olarak buldular (Tarascon ve ark.,1988). Böylece Bi-tabanlı süperiletkenlerde en yüksek kritik geçiş sıcaklığına ulaşmış oldular. 1988 yılının Şubat ayında Sheng ve Hermann Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde 100 K' in üstünde kritik geçiş sıcaklığı gözlemlediler (Sheng ve ark.,1988). Yine aynı yıl, Hazen ve arkadaşları Tl-tabanlı süperiletkenleri $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ şeklinde formüle etmişlerdir. Bu sistemde n=1 için kritik geçiş sıcaklığını 80 K, n=2 için kritik geçiş sıcaklığını 110 K ve n=3 için ise 125 K olarak ölçmüşlerdir (Hazen ve ark.,1988). 1993 yılının Nisan ayında Zürih'te Hans Ott kritik geçiş sıcaklığı 133 K olan Hg-Ba-Ca-Cu-O sistemini keşfetti (Hans ve ark.,1933). Aynı yılın Ağustos ayında ise, Paul Chu 150 kbar basınç altında Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminin kritik geçiş sıcaklığını 153 K olarak gözlemlediler (Chu ve ark.,1988).

Ni ve B bazlı (RNi_2B_2C) süperiletkenleri 1994 yılında keşfedilmiş ve 17 K civarında süperiletken özelliği gösterdiği bulunmuştur. Aynı yıl Sr_2RuO_4 bileşiği 1,5 K'de süperiletken özelliği göstermiştir. Daha sonra Ru-Sr-R-Cu-O (R=Gd, Eu ve Y) sisteminin 50 K civarında süperiletken olduğu 1997 yılında ortaya çıkmıştır. $MgCNi_3$ ve MgB_2 metal alaşımları 2001 yılında Akimitsu tarafından tesadüfen keşfedilmiş ve sırasıyla 8 K ve 39 K' de süperiletken özelliği gösterdiği bulunmuştur (J.Akimitsu,2001). MgB_2, mevcut ikili bileşikler arasında en yüksek kritik sıcaklığa

sahip ve diğerlerine kıyasla oldukça uygun maliyette üretilebildiğinden bilim dünyasına yeni bir heyecan katmıştır. Bu konuyla ilgili çalışmalar günümüzde de yoğun bir şekilde devam etmektedir. Son olarak 2008 yılında Y. Kamihara ve arkadaşları La-O-F-Fe-As sisteminde katkı oranına bağlı olarak yaklaşık 26-50 K arasında süperiletken özellik gösterdiğini bulmuşlardır (Kamihara ve ark., 2008).

1.1 Süperiletkenlik ve Süperiletkenliğin Temel Kavramları

Süperiletkenlik bazı maddelerin doğru akımı hiçbir direnç göstermeksizin ve akımda herhangi bir kayıp olmaksızın iletmek için aşırı düşük sıcaklıklara soğutulduklarında, bu maddelerin gösterdikleri özellikleridir. Başka bir deyişle sıcaklığın belirli bir değerin altına düşürüldüğü zaman doğru akıma karşı elektriksel dirençleri sıfır olan malzemelere süperiletken denir (www.turkcebilgi.org). Süperiletkenliğin mikro teorisi ilk kez 1957 yılında John Barden, Leon Cooper ve Robert Schrieffer tarafından yapıldı. Bu teoriye BCS teorisi adı verildi. BCS teorisi süperiletkenliğin mutlak sıfır sıcaklığına yakın olan sıcaklıklarda meydana geldiğini göstermektedir. Bu teorideki en büyük zorluk süperiletkenliğe geçiş için gerekli olan mekanizmayı keşfetmekti. Sistem izotop etkisinin bulunması ile açıklığa kavuşmuştur.

Çalışmalar kritik sıcaklığın metaldeki iyonların ortalama kütle numarasına (M) bağlı olduğunu gösterdi. M; sonsuza giderken örgü titreşimleri yok olur ve T_c sıfıra gider. Kütle numarası ile T_c arasındaki ilişki denklem (1.1) ile verilmektedir.

$$M^{1/2}T_c=\text{sabit} \qquad (1.1)$$

Bu sonuç bize süperiletkenliğin anlaşılmasında örgü titreşimlerinin önemli bir rol oynadığını gösterir. Örgü titreşimlerinin belirgin frekanslarının, titreşen atomun kütlesi ile değişmesinden dolayı metaller ile ilgili tüm süperiletkenlik teorileri, elektronlarla örgü arasındaki etkileşimleri de dikkate almayı zorunlu kılmıştır.

1.2. BCS Taban Durumu

Süperiletkenliği anlamaya yönelik geniş çapta kabul edilmiş ilk teori 1957 yılında John Bardeen, Leon Cooper ve John Schrieffer adındaki Amerikalı fizikçiler tarafından ortaya atılmıştır. BCS teorisi süperiletkenliğin kuantum teorisidir. Bu teoride ilk prensibinden başlayarak ve kuantum yöntemleri kullanarak sıfır direnç ve Meissner olayı gibi bir takım gözlenen olaylar açıklanmıştır. BCS teorisi süperiletken iletim bandındaki elektronların Cooper çiftleri meydana getirmeleri ile farklı bir kuantum durumu oluşması olarak tanımlanır. İletim elektronları Fermi küresinin içinde bulunan bir metal gibi düşünüldüğünde, Fermi yüzeyinin içinde bulunan iki elektron birbirini Coulomb kuvveti ile iteceklerdir. Fermi küresinin içindeki diğer elektronların perdelenmesi nedeniyle de bu kuvvet azalacaktır. Bunun yanı sıra bazı nedenlerden ötürü iki elektron birbirini çeker. Cooper, bu elektronların Fermi yüzeyine yakın bağlı halde olacağını göstermiştir. Bağlı durumda bulunan bu iki elektron tek bir sistem oluşturacak şekilde çiftlenir ve hareketleri ortaktır. Bu çiftleme, sisteme bağlanma enerjisine eşit miktarda enerji uygulanınca ancak bozulabilir. Bu elektronlara Cooper çifti denir. Eğer bu elektronlar zıt moment ve zıt spine sahip olurlarsa bağlanma enerjileri en kuvvetli olur. Bu yüzden, elektronlar arasında herhangi bir çekim olursa Fermi yüzeyinin komşuluğunda tüm elektronlar Cooper çifti olarak sisteme yığılır. Bu çiftler süper elektronlardır (www.elektrik.gen.tr.) .

Cooper çiftlerinin uyarılması için gerekli olan minimum enerji $2\Delta_o$ 'dır. Elektron çiftlerinden bir tanesini uyarmak olanaksızdır. Çünkü çift bir bütün halinde olup birbirinden ayrılamaz. Eğer Cooper çiftleri herhangi bir şekilde bozulursa iki tane normal elektron oluşur ve enerji aralığı boyunca uyarılırlar.

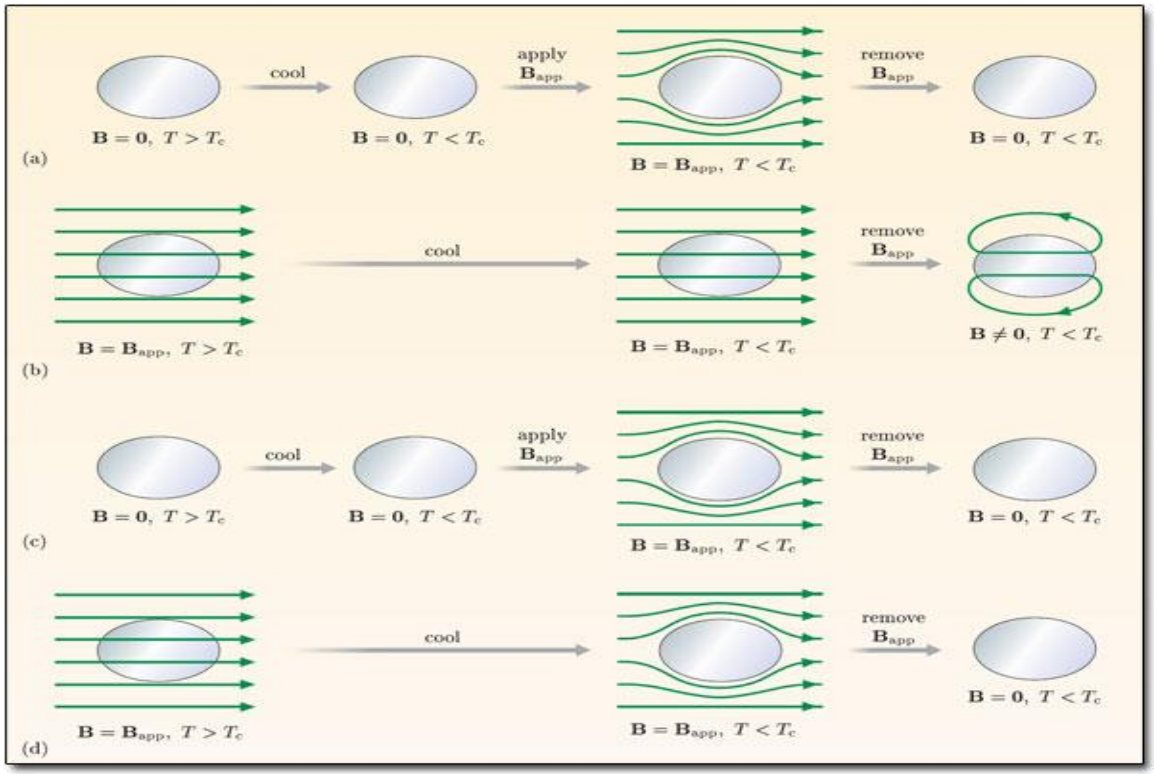
BCS teorisine göre sıfır direnç özelliği; bir kere sürüklenme hareketi kuruldu mu, Cooper çiftlerine çarpışma mekanizması ile $2\Delta_o$ dan daha büyük bir enerji verilmelidir ki, Cooper çiftleri saçılsın. Mevcut düşük sıcaklıkta, düşük enerjili fononlar uyarıldığından, fononlar bu enerjiyi temin edemezler. Cooper çiftleri de sonsuz olarak sürüklenme hareketine devam ederler.

1.3. Meissner-Oschsenfeld Etkisi

Süperiletkenliğin ikinci en önemli özelliği kusursuz diamanyetizma göstermeleridir. Bu önemli özellik Meissner ve Oschsenfeld tarafından 1933 yılında bulunmuştur (Meissner ve Oschsenfeld, 1933).

Süperiletkenler sıfır elektriksel dirence sahiptirler. Bunun yanı sıra manyetik alanı itme gibi bir özellikleri daha vardır ki bu da mükemmel diamanyetizma olarak adlandırılır. Parçacık bir eksen etrafında döndüğünde bir manyetik alan oluşturur. Bu manyetik alanın yönünü parçacığın dönme yönü belirler. Atomlarda manyetik alan oluşturan tanecik elektrondur. Proton ve nötronun etkisi çok küçük olduğu için ihmal edilebilir. Bir atomun veya molekülün elektron dizilişini yazıldığında bazılarının eşleşmiş bazılarının ise eşleşmemiş olduğu görülür. Eşleşmiş elektronların dönme yönleri birbirine ters olduğundan oluşturdukları manyetik alanlar birbirlerini sıfırlayacaklardır. Elektron dizilişi yazılan maddenin bütün elektronları eşleşmiş ise net bir manyetik alan oluşmayacağından bu tür maddeler manyetik alandan etkilenmezler ve diamanyetik olarak isimlendirilirler. Bu olaya Meissner etkisi (akı dışarlaması) adı verilir (tr.wikipedia.org). Meissner deneyi ile ilk defa süperiletkenlerin mükemmel iletkenden daha üstün bir özelliğe sahip olduğu gösterilmiştir. Şekil 1.1.' de görüldüğü gibi, alanın örneğin içine girmediğini göstermek çok kolaydır. İdeal iletkenin yüzey tabakasına alan girer girmez, Lenz yasasına göre oluşan akım dış alana zıt yönde bir manyetik alan oluşturacaktır. Fakat Meissner ve Ochsenfeld $T<T_c$ sıcaklığında dış alanın olduğu durumda örneğin içinde manyetik alanın sıfır olduğunu buldular ve örneği T_c sıcaklığına soğutmak için çeşitli yöntemler uyguladılar (Şekil1.1.). Eğer alan, madde kritik sıcaklığının altına soğutulduktan sonra uygulanırsa, manyetik akı süperiletkenden dışarı atılır ve böylece süperiletken tam bir diamagnet gibi davranır. Meissner olayının her ikisi de Şekil 1.1. (c) ve (d)' de gösterilmektedir. Diamanyetik bir atomdaki yörüngesel elektronlar dönme hareketlerini, dıştan uygulanan manyetik alana karşı koyacak bir net manyetik moment oluşturmak üzere düzenlerler. Bunu şu şekilde açıklayabiliriz; bir dış manyetik alan bir süperiletkenin içine nüfuz edemez, çünkü hareketleri bir atomdaki gibi engellenmemiş olan süperiletkendeki iletim elektronları hareketlerini,

karşı koyan bir manyetik alan oluşturacak şekilde ayarlarlar. Bu durumda bütün süperiletken, tek bir diamanyetik atom gibi davranır. Böylece, süperiletkenlerin iki ana özelliği, yani manyetik akının dışlanması ve akım akışına direncin bulunmayışı birbiriyle ilişkilidir. Dış manyetik alan uygulandığında akı dışlamasını sürdürmek için, kalıcı (dirençsiz) bir akımın olması zorunludur. Bu deney sayesinde hem süperiletkenlerin en önemli iki özelliği belirlemiş hem de süperiletkenlerin, ideal bir iletkenden daha üstün bir özelliğe sahip olduğu gösterilmiştir.

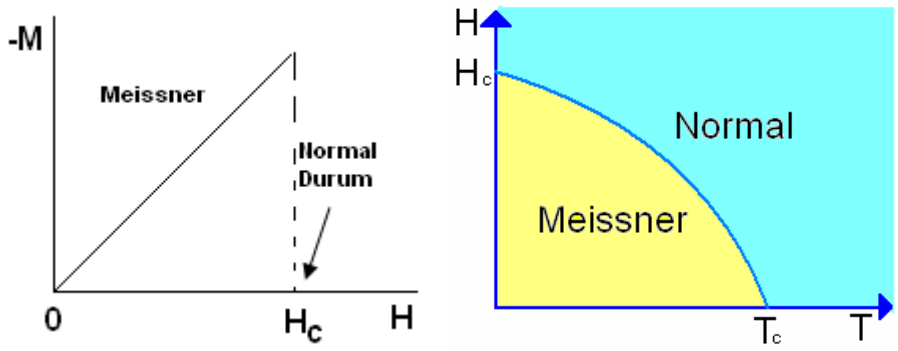


Şekil 1.1. (a) Sıfır alanda soğutulan ideal iletken (b) Manyetik alanda soğutulan ideal iletken (c) Sıfır alanda soğutulan süperiletken (d) Manyetik alanda soğutulan süperiletken (Gencer, ICSM,2008).

1.4. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletkenliğin keşfinden 1950 yıllarına gelene kadar süperiletkenlerin tek tip olduğu düşünülüyordu. Ginzburg-Landau Teorisi ile (1950) süperiletkenlerin manyetik alandaki davranışlarına göre iki gruba ayrıldığı gösterilmiştir.

1.tip süperiletkenler şekil 1.2.' den de görüleceği gibi belirli bir H_c alanına gelene kadar Meissner Etkisi gösterirler. Kritik alan değerine geldiklerinde ise süperiletken durumdan normal duruma keskin bir geçiş yaparlar. Birinci tip süperiletkenlere örnek olarak Hg, Pb, Sn ve benzeri birçok element verilebilir. 1.tip süperiletkenlerin H_c değerleri çok küçük olduğundan dolayı süperiletken mıknatıs yapımında kullanışlı değildir (Gencer, 2009).



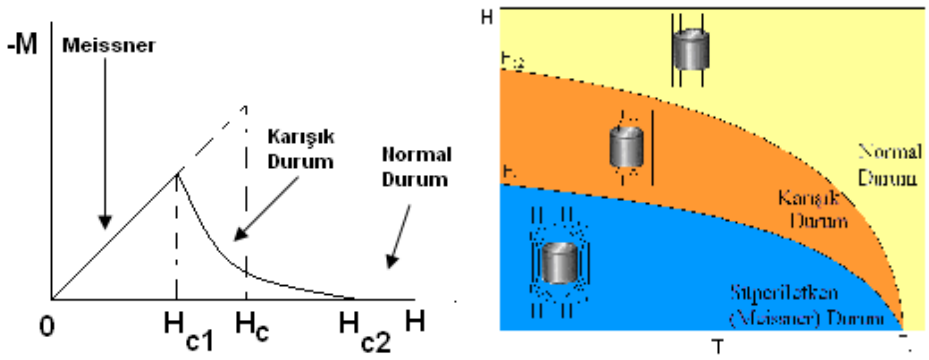
Şekil 1.2. I. Tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alan ve manyetik alan-sıcaklık ilişkisi (http://www.fizik.us).

Bazı I. Tip süperiletkenlerin üst kritik alan değerleri çizelgede 1'de verilmektedir.

Çizelge 1.1. I.tip süperiletkenler için üst kritik olan değerler (www.elektrik.gen.tr).

Süperiletken	H_c (0) (Tesla)
Al	0,0105
Ga	0,0058
Hg	0,041
In	0,0281
Nb	0,1991
Pb	0,0803
Sn	0,0305
Ta	0,0829
Ti	0,010
V	0,1023
W	0,000115
Zn	0,0054

2.tip süperiletkenlerin ise en önemli özelliği şekil 1.3.' ten de görüleceği gibi iki tane kritik manyetik alana sahip olmalarıdır. 2.tip süperiletkenler düşük kritik alan H_{c1} altında Meissner etkisi gösterirken $H_{c1}<H<H_{c2}$ arasındaki alanlarda, yeni bir durum olan karışık durumda bulunurlar. Bu durumda manyetik akı $B\neq0$ dır ve Meissner etkisi tam oluşmamıştır. H_{c1} ve H_{c2} arasında süperiletken içinde öbekler halinde akı oluşur. Buna girdap (vortex) durumu denilmektedir. Abrikosov 1962 yılında, akı çizgilerinin bir kare örgüsü biçiminde numuneye gireceğini teorik olarak düşünmüştür. Deneysel çalışmalar yapıldıktan sonra, akı çizgilerinin numuneye hekzagonal yapıda girdiğini gözlemlemiştir (Gencer, 2009).



Şekil 1.3. II. Tip süperiletkenlerde manyetizasyon-manyetik alan ve manyetik alan-sıcaklık ilişkisi (http://www.fizik.us).

Çizelge 2' de II. Tip süperiletkenlerin üst kritik alan değerleri verilmektedir.

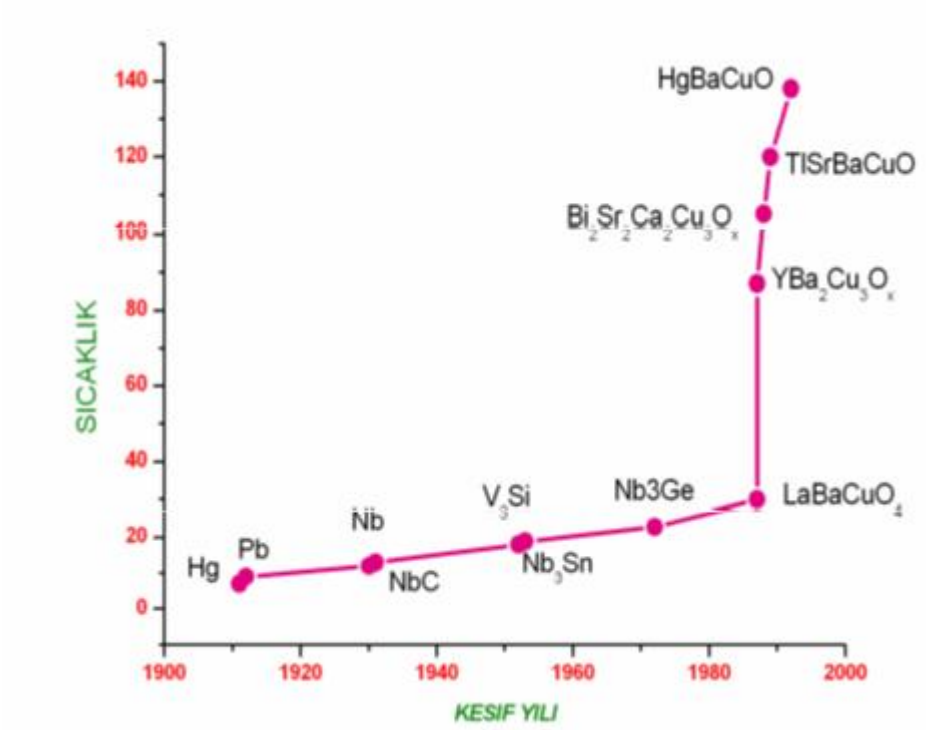
Çizelge 1.2. II. tip süperiletkenler için üst kritik alan değerleri (www.elektrik.gen.tr).

Süperiletken	H_c (0) (Tesla)
Nb_3 Al	32,4
Nb_3 Sn	24,5
Nb_3 Ge	38
Nb N	15,3
Nb Ti	15
Nb_3 (Al Ge)	44
V_3 Si	23,5
V_3 Ga	20,8
Pb MoS	60

1.5. Süperiletken Sistemler

Bilindiği üzere süperiletkenliğin keşfi 1911 yılında metalik civa ile başlamış ve günümüze kadar devam etmiştir. HT_c olarak bilinen yüksek sıcaklık süperiletkenleri; Bednorz ve Müller'in 1986' da keşfettikleri bakır perovskite seramik materyaller ailesi olarak ifade edilmektedir. Perovskit yapılı bileşiklerden bahsedecek olursak; bileşiklerin birçoğu ABO_3 genel formülü ile ifade edilmektedir. 1987 yılında Bordet ve arkadaşları tarafından bu yapıya benzer atomik düzenlemeyi

$CaTiO_3$ bileşiğinde gözlemlenmiştir (Bordet vd., 1987). Perovskit yapılarda iki metal atomuna karşılık üç oksijen atomu gelmektedir. Perovskit yapıların biraraya gelmesi ile bazen K_2NiF_4 gibi A_2BO_4 yapısına uygun bileşikler ortaya çıkabilir. Yüksek Tc'li süperiletken bileşiklerde perovskit yapı biçimindedir (Harris vd., 1987) (Yılmazlar, 2002). G.Bednorz ve A.Müler seramik materyallerin yalıtkan olmalarını bekledikleri halde 1986'da lantanyum-baryum-bakıroksit (LaBaCuO) seramiğinin süperiletken olduğunu, kritik sıcaklığının ise o güne kadar ölçülenlerin en yükseği olan 30 K olduğunu gözlemlediler. Bugüne kadar yapılmış çalışmalarda Civa (Hg) bazlı HgBaCuO süperiletken ailesi en yüksek süperiletken faz geçiş sıcaklığına sahip malzemedir. Tarihsel olarak bu malzemelerin gelişimi şekil 1.4.' te verilmiştir.

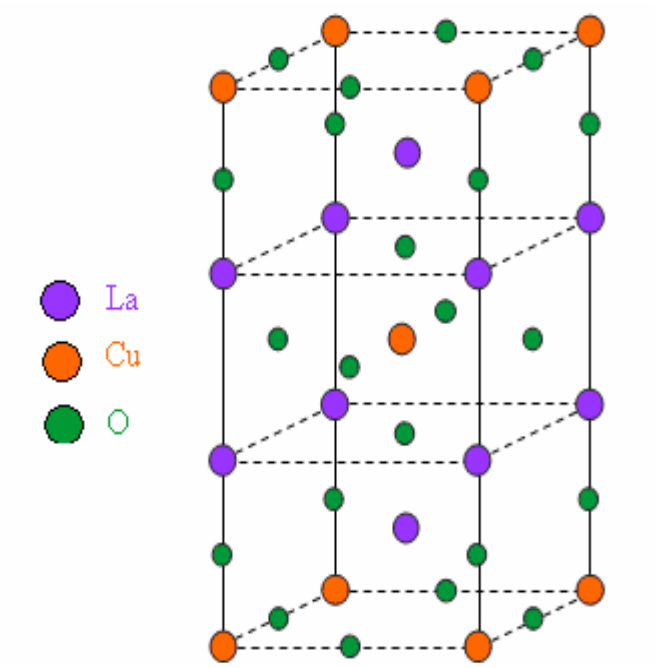


Şekil 1.4. Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi (Polinger ve ark., 1998) .

1.5.1. $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ Sistemi

Bednorz ve Müler tarafından 1986 yılında keşfedilen 35 K civarında kritik sıcaklığa sahip ilk yüksek sıcaklık süperiletkenleri $La_{2-x}Ba_xCuO_{4-y}$ genel formülüne sahiptir. Bu süperiletken malzeme oksit bazlı süperiletkenler içinde mekanik olarak en sert olanıdır. Örgü parametreleri a=b=3,787 Å ve c = 13,288 Å olup tetragonal yapıdadır ve tek kristal formda kolayca elde edilir (Wu, 1987).

Süperiletkenlik çalışmalarında ilk Cu-O tabakalarını içeren yüksek sıcaklık süperiletkenleridir (Bednorz ve Müller, 1986). LaSrCuO sisteminde süperiletken durum için baskın yük taşıyıcıları hollerdir. Şekil 1.5.' te Lantanyumdan oluşan süperiletkenin kristal yapısı görülmektedir.



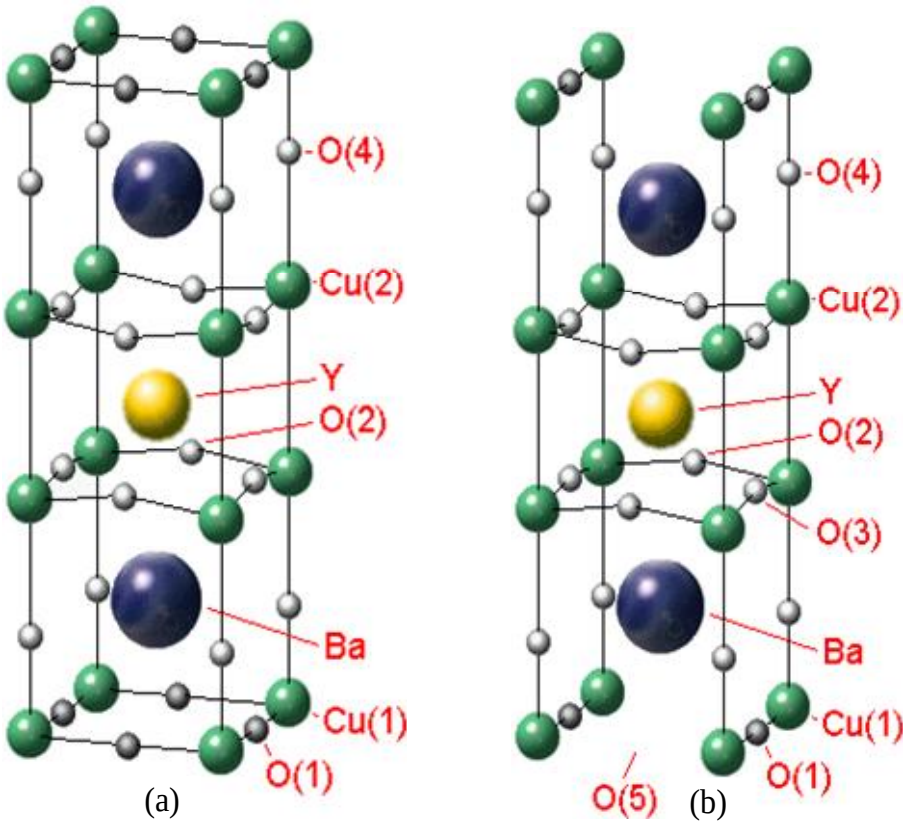
Şekil 1.5. Lantanyumdan oluşan süperiletkenin birim hücresi (Nezir, ICSM 2008).

1.5.2. YBCO Sistemi

Wu tarafından 1987 yılında keşfedilen, 77 K' in üstünde geçis sıcaklığına sahip olan YBCO süperiletkenlerinin kristal formasyonunda kare düzlem ve zincir düzlem şeklinde yapılaşmanın olduğu görülmüştür (Wu ve digerleri, 1987). Bu

sistemin saf ve tek fazlı olarak elde edilmesi kolay olup kristalografik açıdan diğer süperiletkenlere kıyasla daha düzenlidir.

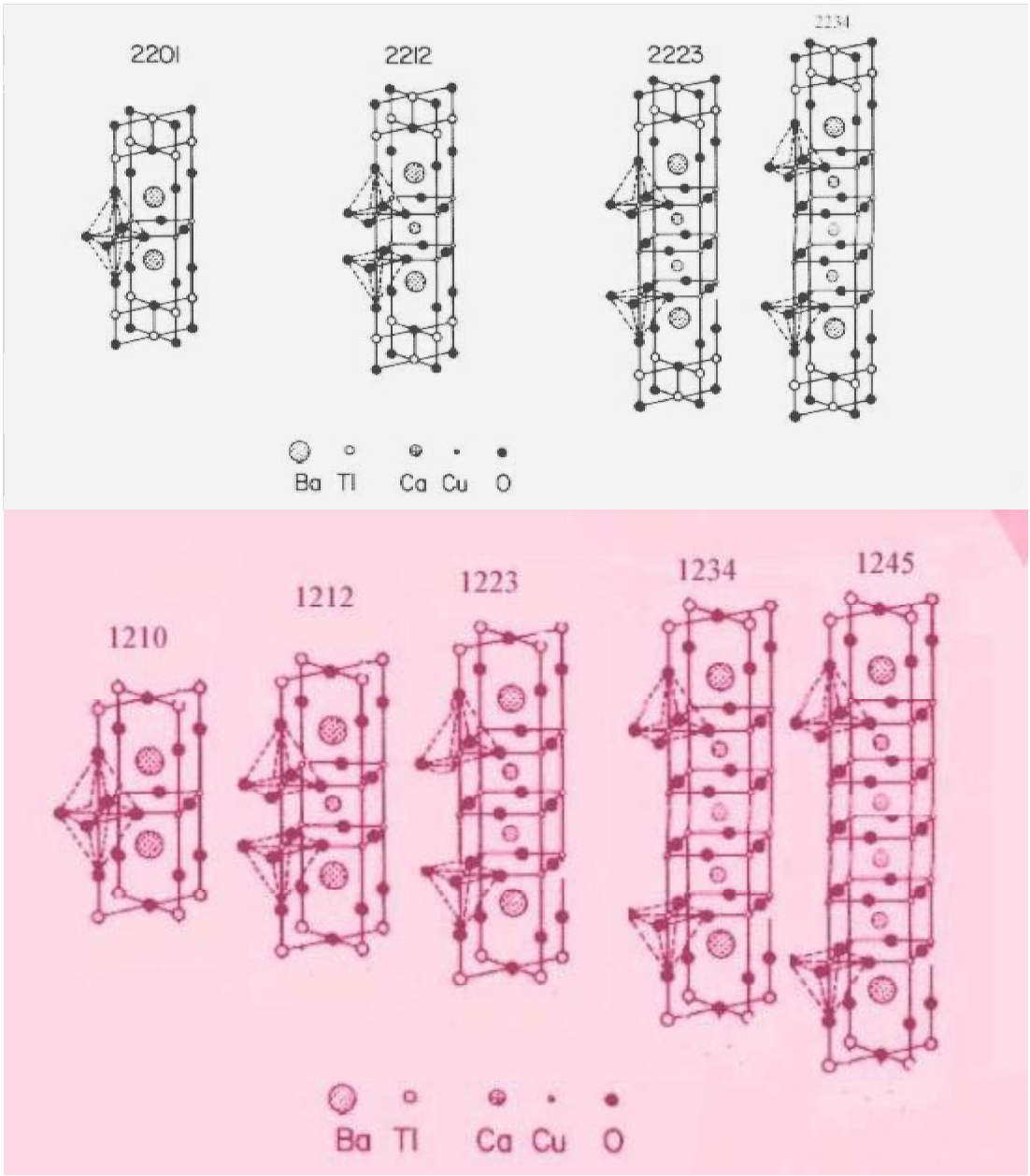
Yitriyum bazlı bu sistemde kritik sıcaklığın üstünde yük taşıyıcıları holler ve elektronlar iken kritik sıcaklığın altında yük taşıyıcıları elektronlardır (Wu, 1987). Oksijen stokiyometrisine ve ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak ortorombik veya tetrogonal yapıda bulunabilir. Yapısal olarak oksijen miktarına aşırı duyarlıdır. Oksijen ortamında ısıl işlem uygulandığında yapı $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ formunda oluşur ve süperiletkendir. Fakat oksijensiz ortamda veya eksik oranda oksijenle ısıl işleme tabi tutulursa tetragonal yapıda ve süperiletken olmayan faz elde edilir. Ortorombik ve tetragonal yapı için kristal parametreleri ve yapılar Şekil 1.6.' da verilmiştir. YBCO için sızma derinliği λ_{ab}=300 Å, λ_c= 5000 Å ve uyum uzunluğu ξab= 30 Å ve ξc= 4 Å olarak bulunmuştur (Wu, 1987).



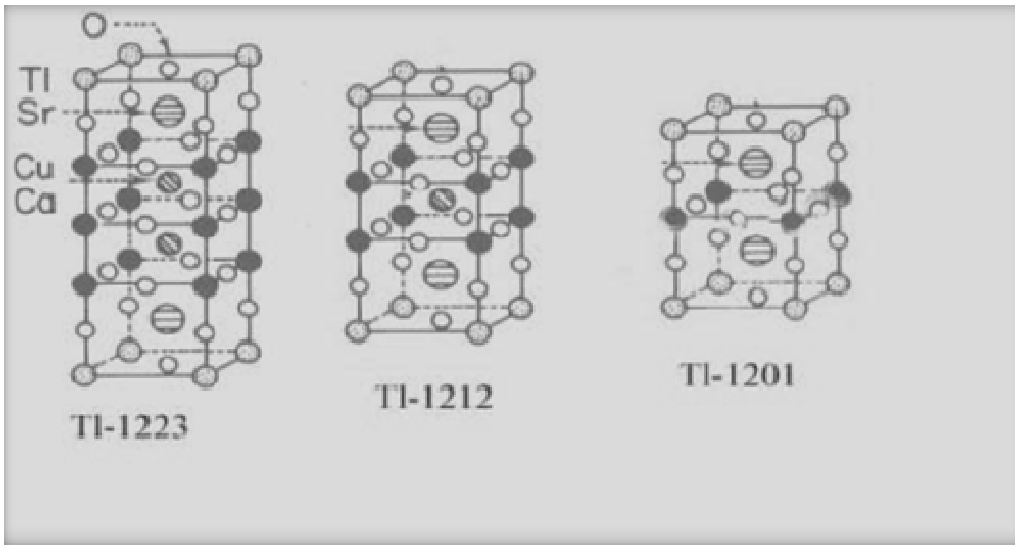
Şekil 1.6. YBCO'nun kristal yapısı. **(a)** Ortorombik, **(b)** Tetragonal faz (Nezir, ICSM 2008).

1.5.3. TBCCO Yapısı

Tl-Ba-Ca-Cu-O (TBCCO) süperiletken ailesi Sheng ve Harman tarafından 1988 yılında keşfedilmiştir (Iyo ve ark., 2001). Bakır-oksit ailesi gözlenen en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir ve geçiş sıcaklığı T_c = 125 K dir. Yapısal olarak iki farklı gruptan oluşmaktadır. Bunlardan ilki BSCCO süperiletken ailesine çok benzer bir yapı gösteren TlSrCaCuO ailesidir ve BSCCO'da Bi yerine Tl alınmasıyla elde edilmiştir. Genel formülü $TlSr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$ şeklindedir. n= 1,2,3 olmak üzere üç farklı fazı vardır,(Şekil 1.7.). İkincisi ise TlBaCaCuO ailesidir. Genel formülü $Tl_mBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+m+2}$ olan aile Tl-O düzlem sayısına göre iki ana gruba ayrılır. m=1 için n=1,2,3,4,5 ve m=2 için n=1,2,3,4 farklı değere sahip fazları vardır, (Şekil 1.8.). m=1 için yapı tetragonaldir ve birim hücre parametreleri a=b= 3,8 Å ve c=5.4 Å +3.4n (n=1-5) Å olarak bulunmuştur. m=2 için kristal yapısı tetragonal simetriye sahiptir (Yazıcı, 2010). n=1 için a=b= 3,9 Å, c= 23,2 Å, n=2 için a=b= 3,9 Å, c= 29,4 Å, n=3 için a=b=3,9 Å ve c= 36,0 Å'dur (Sheng ve Herman, 1988, Parkin ve ark., 1988).



Şekil 1.7. TBCCO' nun kristal yapısı (Jergel,1996).

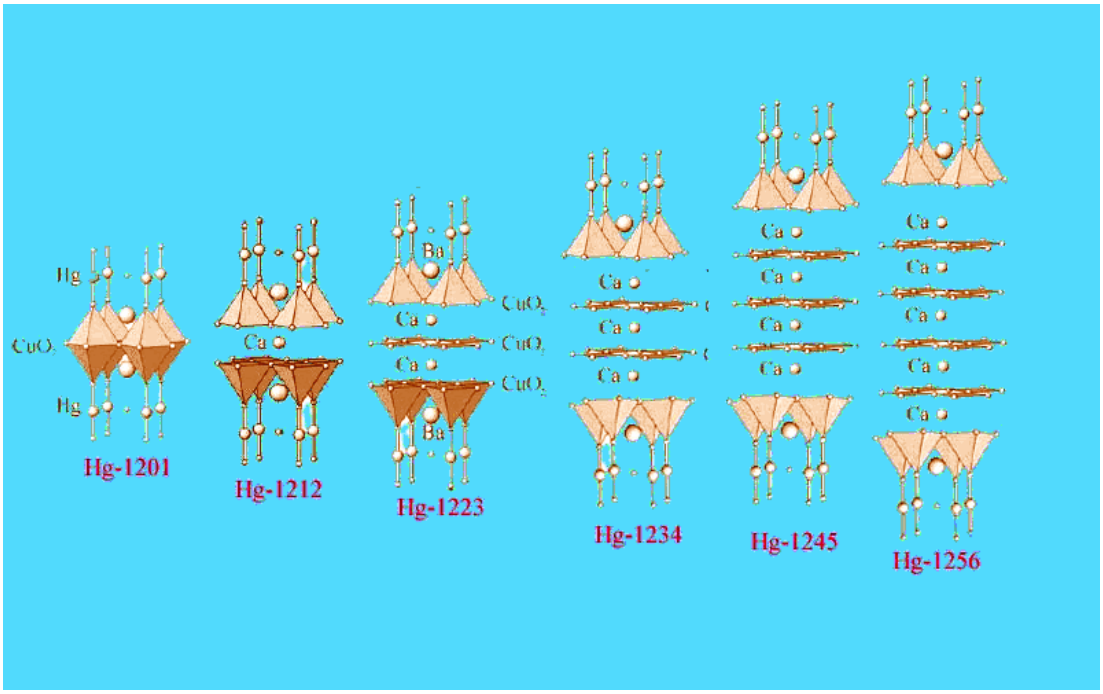


Şekil 1.8. TSCCO'nun kristal yapıları (Nezir, ICSM 2008).

1.5.4. HgBaCaCuO Yapısı

S. N. Putilin tarafından1993 yılında bulunmuş olan civa bazlı süperiletken ailesinin genel formülü $Hg_mBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+\delta}$ şeklindedir (Chu, 1997). m=1 için altı farklı fazdan, Hg-1201 fazının T_c geçiş sıcaklığı 97 K, Hg-1212 fazının T_c geçiş sıcaklığı 128 K, Hg-1223 fazının T_c geçiş sıcaklığı 135 K, Hg-1234 fazının T_c geçiş sıcaklığı 127 K, Hg-1245 fazının T_c geçiş sıcaklığı 110 K ve Hg-1256 fazının T_c geçiş sıcaklığı 107 K civarındadır. m=2 için ise üç farklı fazı vardır. Hg-2212 fazı için geçiş sıcaklığı 44 K, Hg-2223 fazı için T_c 45 K ve Hg-2234 fazı için T_c 114 K'dir. Bu süperiletken grubunda basıncın artmasıyla birlikte kritik geçiş sıcaklığı artmaktadır. Yüksek basınç altında yapılan ölçümlerde T_c 160 K'ye kadar çıkarılmıştır. Civa bazlı süperiletken sistemde süperiletken durumda baskın yük taşıyıcıları hollerdir (Ishida ve ark., 1998).

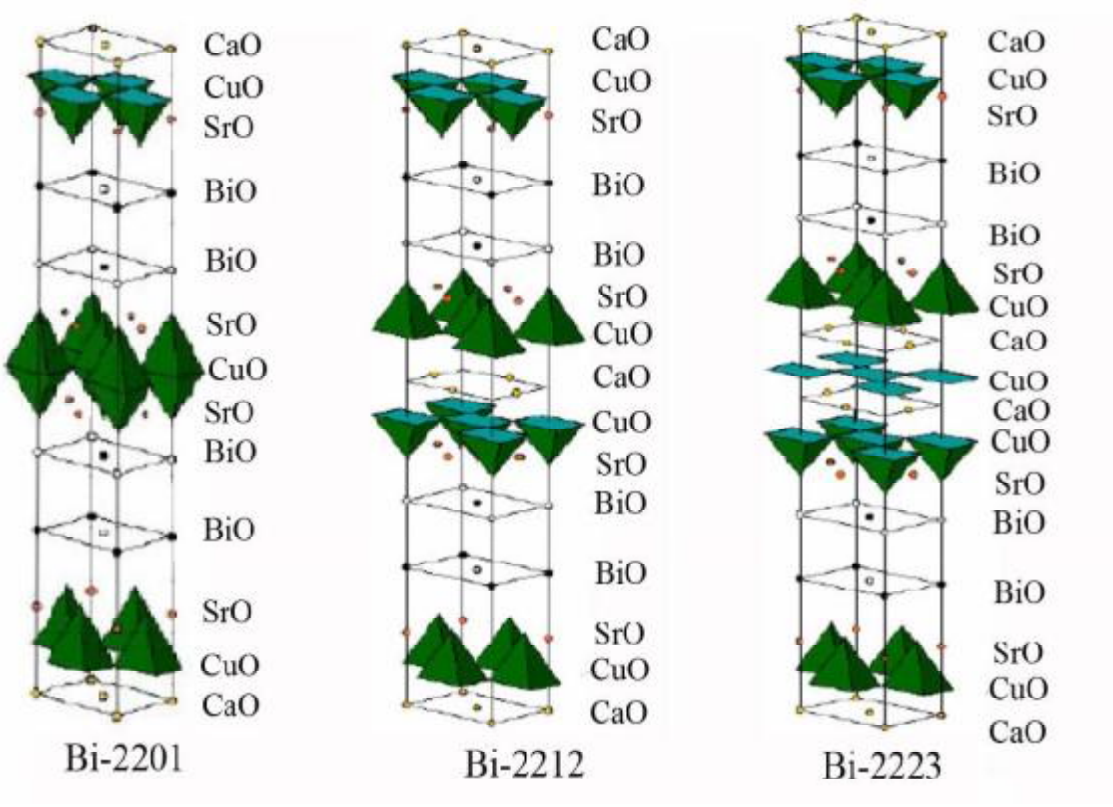
Şekil 1.9.' da gösterilen Hg bazlı süperiletken grubunun kristal yapıları BSCCO süperiletken ailesi ile büyük benzerlik göstermektedir ve BSCCO'da olduğu gibi Cu-O düzlem sayısının artmasıyla kritik sıcaklık artmaktadır. Bütün fazlar tetragonal simetriye sahip olup bunlardan bazılarının kristal parametreleri m=1 ve n=1 için a=b=3.8755 Å ve c=9.4952 Å, n=2 fazı için a=b=3.8601 Å ve c=12.725 Å ve n=3 fazı için a=b=3.888 Å ve c=16.102 Å olarak belirlenmiştir (He ve ark. 2001).



Şekil 1.9. *Hg bazlı süperiletken grubunun kristal yapıları (Iyo,2001*).

1.5.5. BSCCO Yapısı

1987 yılında Mitchel ve arkadaşları tarafından $Bi_2Sr_2Cu_2O_{7+\delta}$ başlangıç karışımlı numunede 22 K'de süperiletkenliğin gözlenmiştir. Bundan sonra bu konu üzerinde yapılan çalışmalar hızlanmıştır ve ardından Ca'lu $BiSrCaCu_2O_x$ bileşiğinde 105 K'de süperiletkenlik gözlenmiştir. Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sistemlerinde süperiletkenlik Maeda ve arkadaşları tarafından 1988 yılında keşfedilmiştir (Maeda ve Tanaka, 1988). Bu süperiletken grubun özelliklerinin başlangıç kompozisyonlarına, hazırlama yöntemlerine ve seçilmiş olan yöntemin değişken parametrelerine (sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi vb.) oldukça hassas olduğu görülmüştür (Tarascon, 1988). BSCCO sistemlerinde, $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+y}$ genel formülü ile elde edilebilen üç faz mevcuttur (Şekil 1.10.). Genel denklemde n, bir birim hücrede bulunan Cu-O tabakalarının sayısını vermektedir. n=1 için 20 K sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2CuO_{6+y}$ (2201), n=2 için yaklaşık 80 K sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+y}$ (2212), n=3 için 110°K kritik sıcaklığa sahip $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+y}$ (2223) fazları elde edilmektedir (Tarascon, 1988). Bu fazların birim hücreleri iki çift Bi-O tabakaları arasına yerleşmiş Sr-O, Cu-O ve Ca-O tabakalarından oluşmuştur.



(a) (b) (c)

Şekil 1.10. BSCCO sisteminin kristal yapıları a) n=1 fazını b) n=2 fazını c) n=3 fazını göstermektedir (http:/ www.istec.or.jp).

Bu sistemlerde süperiletkenlik geçiş sıcaklığının, Cu-O tabakalarının artması ile arttığı görülmektedir. BSCCO sistemlerinin genel yapısal karakteristiklerinden birisi de bunların tek faz olarak elde edilmesinin zorluğudur. Bir başka özellikleri de sonuç stokiyometrilerinin başlangıç stokiyometrilerinden oldukça farklı olabilmeleridir. Maeda ve arkadaşları (Maeda, 1988) bakırca zengin 2223 (n=3) fazını hazırlayabilmek için 1112 çıkış stokiyometrisini, Tarascon ve arkadaşları (Tarascon, 1988) ise 4336 çıkış stokiyometrisini kullanmışlar ve genelde tek faz elde edememişlerdir. Tek bir tanecikte bile görülen bu karışık faz özelliği, BSCCO sistemlerini bozuk ve karmaşık yapılı bir hale getirmektedir. Mikro yapıda bile görülen bu bozukluk ve karışık faz özelliği, bu sistemlerin bütün özelliklerini (kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu ve kritik manyetik alan gibi) etkilemektedir. Yapıda bizmut ile kurşunun kısmi yerdeğiştirmesinin direnç-sıcaklık (R-T) eğrilerinde

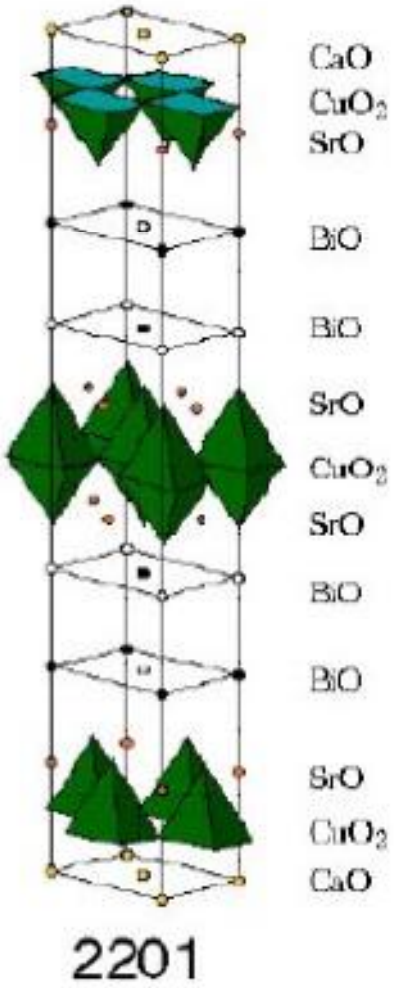
görülen bu istenmeyen durumu ortadan kaldırarak özelliklerde iyileşme sağladığı görülmüştür (Gren, 1990). Bütün yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinde olduğu gibi, BSCCO sistemlerinin kristal yapısı da c örgü parametresinin a ve b örgü parametrelerine göre oldukça büyük olmasından dolayı büyük bir anizotropi göstermektedir.

1.6. Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Camlarda Süperiletkenlik Faz Oluşumu

1.6.1. İlk kristalleşme (2201) fazının oluşumu

Bizmutlu süperiletken bileşikleri içinde en düşük Tc değerine sahiptir (0-20 K). İlk kez Mitchel ve arkadaşları tarafından 1987 yılında keşfedilmiştir. $Bi_2Sr_2CuO_6$ (2212) bileşiği tetragonal bir simetriye sahiptir. Örgü parametreleri a=5.39 Å ve c=24.6 Å olarak bulunmuştur.

Şekil 1.11.'de 2201 bileşiğine ait olan kristal örgüsü gösterilmektedir. c-ekseni boyunca iki Bi-O, iki Sr-O ve bir tane Cu-O düzleminden oluşmaktadır. Tabanlarda Bi-O düzlemlerinin bulunduğu bu kristal yapıda, Cu atomları, en yakın 6 oksijen atomu ile düzgün bir oktohedral yapıda bağlanmıştır. Bu yapıda ortorombik faz için hücre parametreleri a=b=3,9Å ve c=24,4Å dur (Chu, 1997).

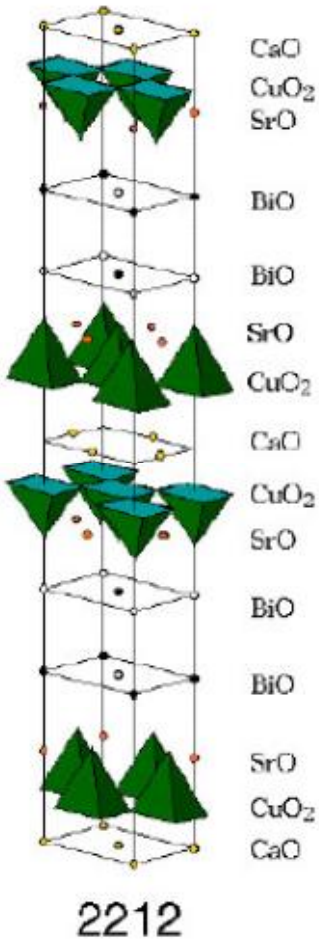


Şekil 1.11. BSCCO n=1 fazına ait kristal yapı (www.istec.or.jp).

1.6.2. 2212 Fazının Oluşumu

$Bi_2Sr_2CuO_6$ bileşiğine Ca katılmasıyla, Maeda ve arkadaşları tarafından keşfedilen $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ bileşiği psedo-tetragonal kristal yapıya sahip oluptir. $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ genel serisinde n=2 değerine göre oluşan ve 2212 fazı olarak da adlandırılan bu bileşiğin kritik geçiş sıcaklığı 75-85 K civarındadır. Bu fazın kristal yapısı n=1 fazına çok benzemektedir.

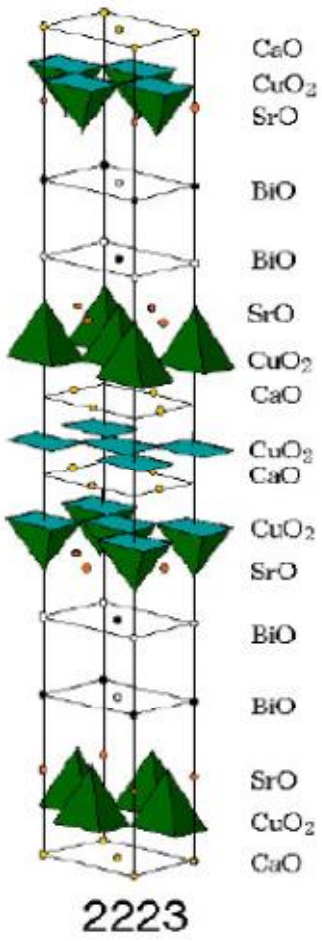
Şekil 1.12.' de 2212 bileşiğinin kristal yapısı gösterilmektedir. . Tabanlarında Bi-O düzlemlerinin bulunduğu 2212 bileşiğinde ayrıca iki Sr-O,iki Cu-O ve bir Ca düzlemi vardır. Cu atomları, 2201 bileşiğinde 6 oksijen atomu ile oktohedral yapı oluştururken, 2212 bileşiğinde 5 oksijen atomu ile piramit şeklinde bağlanmaktadır. Bu Cu-O piramitlerinin arasında, kenarlarında (ab-düzlemi boyunca) oksijen bulunmayan Ca atomları yer almaktadır.2212 fazı için ortorombik yapıdaki birim hücre parametreleri a=5,39 Å, b=5,41 Å ve c=30,8 Å dur. Tetragonal yapıda ise a=b=5,39 Å ve c=30,6 Å şeklindedir (www.iys.inonu.edu.tr).



Şekil 1.12. BSCCO n=2 fazına ait kristal yapı (www.istec.or.jp).

1.6.3. 2223 Fazının Oluşumu

Kritik geçiş sıcaklığı 110K olan $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (2223) bu bileşik BSCCO ailesinin en yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir. Bu faz psedo-tetragonal yapıda olup, ikişer Bi-O ve Sr-O düzlemlerine ilave olarak iki Ca ve üç tane de Cu-O düzlemine sahiptir. Şekil 1.13.' te 2223 bileşiğinin kristal yapısı gösterilmektedir. 2212 bileşiğinin kristal yapısına ilave olarak bir Ca ve CuO_2 düzleminin gelmesi, c-eksenini 37.1 Å'a yükseltmiştir. Şekilde görüldüğü gibi Cu atomları, piramit şeklindeki yapıya ilave olarak 4'er oksijen atomu ile kare şeklinde de düzlemler oluşturmaktadır. Birim hücre tetragonal ve a=b=5, 4 Å ve c=37,1 Å dur (www.iys.inonu.edu.tr).



Şekil 1.13. BSCCO n=3 fazına ait kristal yapı (www.istec.or.jp).

1.7. Süperiletkenlerin Teknolojideki Uygulama Alanları

Süperiletken malzemelerin özellikleri üzerine yapılan çalışmaların en derininde yatan düşünce süperiletken malzemeleri endüstriyel uygulamalara nasıl kazandırırız düşüncesidir. Beklentilerimizi karşılayabilecek uygulama alanına sahip ve hayatımızı kolaylaştırıcı yönüyle karşımıza çıkan bu malzemeler en başta kablo ve tel yapımında kullanılmıştır. Teknolojide de boy gösteren süperiletken malzemelerle daha hızlı ve çok küçük bilgisayarlar yapmak mümkündür. Süperiletkenler ısıyı yaymadığından devreler daha yakın paketlenebilir. Sonuç olarak daha komplex ve daha küçük hacme yerleştirilmiş hızlı devreler ortaya çıkar. Süperiletkenlerin özellikleri göz önüne alınarak 'manyetik olarak yükseltme, havada tutma' anlamına gelen Maglev trenleri günlük hayatta yerini almıştır. Süperiletken Maglev trenlerini havada tutmak için Meissner Etkisi özelliklerinden faydalanılır. Raylardaki elektromıknatısların yarattığı manyetik alan trenin havada kalmasını sağlar. Tren 100 km/s hıza ulaşana kadar tekerlekleri üzerinde gider ve bu hızdan sonra havada gitmeye başlar. Aracın sürüşü raylardaki diğer elektromıknatıslarla sağlanır. Raylardaki ve trendeki elektromıknatıslar çekme ve itme kuvvetleriyle treni ileri doğru sürerler. Akım arttırıldığında itme ve çekme kuvvetleri de artacağından tren hızlandırılabilir. Treni kaldırmanın yanında elektromıknatısların da çok yüksek manyetik alan yaratması gerekmektedir. Bunun için de süperiletken kablolar kullanılırlar (Bozdağ, 2011). Bir süperiletken kablodan geçirebileceğiniz akım çok yüksektir. Bilindiği gibi bir bobinle yaratacağınız akım sarım sayısına ve bobinden geçen akıma bağlıdır. Bir bobinden bakır kablolarla çok yüksek akımlar geçiremeyeceğiniz gibi geçirebileceğiniz en yüksek akımın %30 değerini kablodan geçirirsiniz. Bakırdan yüksek akım geçirmek için kalınlığı arttırmanız gerekir; bu durumda sayım sayısını arttıramazsınız. Bu trenler de güvenlik önemli olduğundan ısınma da bir sorundur. Bir süperiletken kablodan 1 milyon Amper'e kadar akım geçirebilirsiniz. Bazı kuantum mekaniksel nedenlerden dolayı süperiletken kablo hiç ısınmaz. Ayrıca Meissner Etkisi o kadar güçlü bir kuvvet uygular ki tren raydan hiç çıkmaz. Bu yüzden kara taşıtlarının (bazı kesimler tarafından Maglev trenlerinin hava aracı olduğunu düşünülmektedir) en hızlısı ve en güvenlisi süperiletken Maglev

trenleridir (Bozdağ, 2011). Süperiletkenlerin kullanımı sağlık sektöründe de yerini almıştır. Süperiletken teknolojisi tıpta teşhiste Magnetik Rezonans Görüntüleme (MRG) ve Magnetik Rezonans Spektroskopi (MRS) tekniklerinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. 1980'lerde hemen hemen hiç söz edilmeyen MRG tekniği, günümüzde yaygın biçimde, canlıya zarar vermeden ameliyat gibi işlemlere gereksinim olmaksızın; örneğin, çeşitli tümör oluşumlarını, kemiklerdeki hasarı tespit etmekte yaygın olarak kullanılmaktadır. Bundan da öte, örneğin, insan beyninde çok çeşitli nedenlerden ötürü oluşan, morfolojik ve metabolik değişimleri tam ve güvenilir şekilde belirleyen, sırasıyla MRG VE MRS teknikleri, süperiletkenlerin tıptaki önemli uygulama alanları haline gelmiştir. Süperiletkenlerin bir yararı da direnç dolayısıyla oluşabilecek güç kaybının yokluğudur. Süperiletken iletim hatlarının alışılmış bakır kablolarına göre birçok avantajı vardır. Ana yararı çok önemli miktarda daha fazla akım taşıma kabiliyetidir. Deneysel sıvı helyum çok önemli miktarda daha fazla akım taşıma kabiliyetidir. Deneysel sıvı helyum sıcaklığına kadar soğutulmuş bakır kablodan aynı boyutlar ve voltajdaki bakır kablodan üç kat daha fazla akım taşıyabileceğini göstermiştir. Süperiletkenlerde dirençten dolayı oluşabilecek güç kaybının olmaması nedeniyle çok uzun mesafelerde ekonomik tasarruf sağlanmaktadır. Jeotermal, hidroelektrik ve güneş enerjileri santrallerin olduğu bölgelerden nüfus yoğunluğu olan bölgelere verimli olarak enerji nakli yapılır. Kirletici olan nükleer ve kömür santralleri yerleşim bölgelerinin dışına inşa edilebilir (Tokyo'da süperiletken iletim hattı inşaatı vardır). Bilim adamları, transformerların verimsiz çalışması nedeniyle elektrik güç nakli sırasında enerjinin 1/6 sının kaybedildiğini tahmin etmektedirler. Eğer transformerlarda süperiletken sarımlar kullanılsa verim artacak ve maliyet düşecektir.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Grubumuzda süperiletken malzemeler üzerine yapılan çalışmalar 2000 yılından bu yana devam etmektedir. BSCCO sistemi ile ilgili üç yüksek lisans, dört doktora tez çalışması yapılmış olup, halen devam etmekte olan bir yüksek lisans, iki doktora çalışması bulunmaktadır. Bu çalışma kapsamında şu ana kadar, 20 adet makale SCI kapsamındaki dergilerde yayınlanmıştır. Şimdiye kadar yapılmış olan çalışmalardan bahsedecek olursak;

Coşkun ve arkadaşları (2002), eritme-döküm yöntemini kullanarak hazırladıkları $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_2Cu_4O_{12}$ (2234) nominal bileşimli süperiletken malzemede T_c' nin sinterleme sıcaklığına bağlılığını çalışmışlar ve T_c' nin sinterleme sıcaklık artışı ile arttığını bulmuşlardır. R-T grafiğinde iki basamaklı geçiş gözlemlemişler, bunun hem yüksek sıcaklık hem de düşük sıcaklık fazının bir arada varlığından kaynaklanabileceğini rapor etmişlerdir. Bu iki geçiş sonrası $T_c(R=0) = 60$ K olarak bulmuşlardır. Ayrıca SEM analizlerine dayanarak sinterleme süresinin artışı ile tanecik bölgelerinin büyümeye başladığını rapor etmişlerdir.

Ekicibil ve arkadaşları (2004), eritme-döküm yöntemini kullanarak hazırladıkları $Bi_{1,7}Pb_{0,3}Sr_2Ca_{2-x}RE_xCu_3O_{10+y}$ (RE:Gd ve Sm) süperiletken örneklerin kritik sıcaklıklarının altında $15 \leq T \leq 75$ K aralığında ±4 kOe' e kadar olan manyetik alan aralığında alanın fonksiyonu olarak manyetizasyon ölçümlerini yapmışlardır. Ca^{2+}' nin Sm^{3+} ve Gd^{3+} ile değişiminin deşik konsantrasyonunu azalttığını bununda (2223) yüksek sıcaklık fazını indirgediğini göstermişlerdir. Sm ve Gd katkılı örneklerin M-H eğrilerinin birbirine benzediğini, T' nin artışı ile $|dM/dH|$' nin azaldığını ve bu azalışın nedeninin süperiletken bölgelerin azalışından ve muhtemelen paramanyetik domainlerin büyümesinden kaynaklandığını öngörmüşlerdir. Artan sıcaklık ile histerisiz ilmeklerinin azalışının ve simetrik davranışının akı çivileme merkezlerinin varlığını vurguladığını ve özellikle 45 K üzerinde histerisiz ilmeklerinin hızlı azalışını akı çivilenmesinin artan sıcaklıklarla hızlıca düşmesi ile olduğunu açıklamışlardır. Ayrıca Ca^{2+}, yerine Sm^{3+} katkısının Gd^{3+} katkısından daha fazla bozunuma neden olduğunu rapor etmişlerdir.

Coşkun ve arkadaşları (2004), cam-seramik yöntemi kullanılarak, BSCCO süperiletken ailesine farklı miktarlarda yapılan Gd katkılaması sonucunda oluşan bileşiklerin, yapısal, elektriksel ve manyetiksel özellikleri araştırmışlardır. Isıl işlem süresince meydana gelen mikro yapısal değişiklikler Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC), X-ışmlan Kırınım Desenleri (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı X-Işınları analizi (EDAX) ve Direnç-Sıcaklık (R-T) ölçümleri yaparak analiz etmişlerdir. Numunelerin manyetik ölçümlerini, Kapalı sistem VSM kullanılarak yapmışlardır. Analizler sonucunda godalanyum katkılı örneklerin süperiletkenlik özelliklerinin, katkılamanın değerine bağlı olarak azaldığını belirlemişlerdir.

Ekicibil ve arkadaşları (2005), $Bi_{1,7}Pb_{0,3-x}Gd_xSr_2Ca_3Cu_4O_{12+y}$ bileşiğine Gd katkısının etkilerini incelemişlerdir. Katkılama Pb yerine belirli oranlarda Gd' nin eklenmesi ile yapılmıştır. Bu katkılamanın malzemenin manyetik özellikleri üzerine etkisi araştırılmış sonuç olarak Gd katkılama miktarının artışıyla manyetik özelliklerin olumsuz yönde etkilendiği sonucunu ortaya çıkarmışlardır. Buna ek olarakta yapılan katkılamanın çivileme merkezleri üzerine fazla etkisinin olmadığını ifade etmişlerdir.

Ekicibil ve arkadaşları (2005), geleneksel cam-seramik yöntemiyle üretilen BSCCO süperiletken sistemine yapılan Sm ve Gd katkısının yapısal, elektriksel ve manyetik özelliklerini incelemişlerdir. BSCCO süperiletkenlerin SEM, R-T, M-H, dM/dH, histeresiz, H_c, T_c sonuçlarından faydalanılarak ısıl işlemler sırasında oluşan mikro yapısal, fiziksel ve süperiletkenlik özelliklerdeki değişiklikleri analiz etmişlerdir. BSCCO sistemine Sm ve Gd katkılanmasının süperiletkenlik özellikleri olumsuz yönde etkilediğini göstermişlerdir. Ayrıca, Sm ve Gd katkılı örneklerin sonuçlarını birbiriyle karşılaştırmışlardır.

Ekicibil ve arkadaşları (2006), $Bi_{1.7}Pb_{0.3-x}Gd_xSr_2Ca_3Cu_4O_{12+y}$ $(0.01 \leq x \leq 0.10)$ bileşiğine değişik oranlarda Gd elementi katkılamışlar, yaptıkları TEP analizleri sonucunda Gd miktarının artmasıyla termoelektrik güç, S, değerinin arttığını, hol konsantrasyonun da azaldığını gözlemlemişlerdir. S deneysel değerlerini değişik teorik modellerle kıyaslamışlar belirli noktalarda uyum olduğunu bulmuşlardır.

Özkurt ve arkadaşları (2009), $Bi_{1.7}Pb_{0.3-x}Nd_xSr_2Ca_3Cu_4O_{12+y}$ bileşiğine x=0.025, 0.050, 0.075 ve 0.1 oranlarında Nd elementi katkılamışlardır ve farklı alanlar uygulayarak magnetoresistans ölçümü yapmışlardır. Thermally activated flux creep (TAFC) modelini kullanarak aktivasyon enerjilerini hesaplamışlardır. Artan manyetik alan ve Nd konsantrasyonu ile aktivasyon enerjilerinin azaldığını gözlemlemişlerdir.

Yazıcı ve arkadaşları (2011), cam seramik metoduyla x=0.05 ve y=0, 0.05, 0.10 ve 0.20 için (BiPb)VSrCaCuTiO bileşikleri üretmişlerdir. Yapıya Ti katkılanması ve vanadyum eklenmesinin etkilerini, elektriksel direnç, taramalı elektron mikroskobu (scanning electron micrograps, SEM), XRD desenleri ve M-H ölçümleri ile araştırmışlardır. x=y=0.05 konsantrasyonu için 845 °C' de 185 saat ısıl işlem yapılan örneğin yüksek sıcaklık süperiletkenlik fazı (2223) olduğu bulunmuştur. Fakat Ti konsantrasyonunun artmasıyla (2223) fazının (2212) fazına dönüştüğünü gözlemlemişlerdir. Ek olarak, kritik akım yoğunluğunu (J), M-H eğrilerinden Bean Modeli kullanılarak hesaplanmıştır. Elde ettikleri verilerden, Ti konsantrasyonu ve sıcaklığın arttırılmasıyla ktitik akım yoğunluğunun düştüğünü gözlemlemişlerdir.

Yazıcı ve arkadaşları (2012), (BiPb)VSrCaCuTiO bileşiklerini eritme döküm metoduyla hazırlamışlardır. İki farklı sinterleme zamanı (185 ve 192 saat) için, yapıya Ti katkılama ve vanadyum eklenmesinin etkilerini elektriksel direnç, taramalı elektron mikroskobu (scanning electron micrograps, SEM), XRD desenleri ve manyetik ölçümler ile araştırmışlardır. x=0.2 ve y=0.05 konsantrasyonlu 845 °C' de 185 ve 192 saat ısıl işlem gören örneğin yüksek sıcaklık süperiletken fazı (2223) olduğunu bulmuşlardır. Fakat Ti katkılanmasının artmasıyla (2223) fazı kademeli olarak (2212) fazına dönüştüğünü gözlemlemişlerdir. Histeresiz eğrileri Ti konsantrasyonu ve sinterleme zamanının artmasıyla daralmaktadır. Verilerden manyetik alanın artmasıyla kritik akım yoğunluğunun (J) azaldığını gözlemlemişlerdir.

Bu konuda yapılan diğer çalışmaları incelersek;

A.Maeda ve arkadaşları (1990), çeşitli boşluk konsantrasyonları ile $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ polikristal örnekleri Sr için La, Ca için Y ve Bi için Pb yer değiştirmesiyle

sentezlemişlerdir. Süperiletken özellikler, manyetik alınganlık, Hall katsayısı ve kızılötesi optik yansıma spektrumlarını ölçülmüşlerdir. n=1 (2:2:0:1) materyalleri için boşluk konsantrasyonunun arttırılmasıyla antiferromanyetik yarıiletken-süperiletken-normal metal geçişi gözlemlemişlerdir. n=1 materyallerinde artan boşluk konsantrasyonu ile boşluk konsantrasyonunun tersinden Hall katsayısının güçlü bir şekilde saptığını bulmuşlardır. Diğer bir taraftan n=2 (2:2:1:2) materyallerinde Hall katsayısını sıvı azot sıcaklığının yukarısında süperiletken özellik sergileyen örnekler için bile boşluk konsantrasyonunu tersiyle kabaca belirlendiğini rapor etmişlerdir. Kızılötesi yansıma spektrumlarında kenar yapısı artan n ile daha yüksek frekanslara kaydığını fakat aynı (n değerli) yapı dahilinde hiç değişmeyen boşluk konsantrasyonu değiştiğini gözlemlemişlerdir. Manyetik ölçüm sonuçlarıyla birlikte, bu sonuçlar yüksek T_c oksit süperiletkenlerin normal durumunu açıklayan çeşitli modellerin değişik terimlerini araştırmışlardır.

Veverka ve arkadaşları (1997), Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O sistemine B_2O_3 etkisini araştırmışlardır. Bu nedenle $Bi_aPb_bB_cSr_2Ca_2Cu_3O_x$ (a = 0.8-1.6, b = 0.06-0.26, c = 0.05-1.0) kompozisyonlarında örnekler hazırlamışlardır ve kritik akım yoğunluğu ve elektriksel direncin sıcaklığa göre değişimini incelemişlerdir. Deneyler sonucunda B_2O_3 (c = 0.05, a = 1.8, b = 0.26)' nın küçük bir miktarının eklenmesi kritik akım yoğunluğunda pozitif etkiye sahip olduğunu bulmuşlar Bor katkısının c > 0.6, b =0.26, a+b = 1.8 konsantrasyonunda süperiletkenliğin yalıtkan faza dönüştüğünü rapor etmişlerdir.

P.Majewski ve arkadaşları (1996), yüksek sıcaklık süperiletken fazının Ag ile değişimini gözlemlemek için Ag bileşeninin yüzde 50 mol değerine kadar Ag katkılayarak faz değişimini incelemişlerdir. Bu çalışmada, artan Ag miktarıyla (2212) fazının tamamen stabile olması için en uygun sıcaklığın 895- 865 $^{\circ}$C olduğunu gözlemlemişlerdir.

V.Garnier ve arkadaşları (1999), yüksek kalitedeki Bi-(2212) tozları üç değişik sentetik method (katı-hal, sol-gel ve polimer matris) kullanarak hazırlamışlardır. Hücre boyutu ve sentezleme süreleri dikkate alındığında polimer matris yönteminin daha kullanışlı olduğu gösterilmiştir. Sinterlenen Bi-(2212) peletlerin daha iyi seramik süperiletken diskler elde etmek için sinter forging

(dövme-sinter) methodu kullanmışlardır. Disklerin faz saflığını, örgü derecesini ve mikroyapısını analiz için XRD ve SEM'lerine bakmışlardır. Daha sonra diskler iki parça çubuk şeklinde kesilmiş ve 845^{o}C ve 873^{o}C arasında 12 saat süreyle değişen sıcaklıklarda tavlanmıştır. En iyi ısıl davranışı elde etmek için, daha sonra direnç ve J_c ölçümleri yapılmıştır. Çubukların T_c si 92 K civarında bulunmuş ve örneklerin mikro yapısının transport özelliklerini etkilediğini rapor etmişlerdir.

Kölemen ve arkadaşları (2005), $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ süperiletkenleri (x=0.0, 0.001, 0.005, 0.1) geleneksel katı-hal tepkime toz sıkıştırma metodu ile hazırlamışlardır. Faz oluşumunda Sm yer değiştirmeleri, örneklerin yüzey mikro yapıları ve sertliklerini incelemişlerdir. Sm yer değiştirmesi ile Bi-(2212) fazı oluşumunun geliştiğini, morfolojik incelemeler ile örnek yüzeylerinde hem sayısının hem de boşlukların boyutunun Sm zenginleştirilmesiyle azaldığını bulmuşlardır. Bu sonucun örneklerin yoğunluk ölçümleri tarafından da desteklendiğini ve uygulanan 0.245-2.9 N yük aralığında girinti vickerların mikro sertlik test sonuçlarına neden olduğunu bulmuşlardır. Bütün durumlarda uygulanan yükün artmasıyla mikro sertlik değerlerinin lineer olmayan bir şekilde azaldığını göstermişlerdir. Deneysel sonuçların Kick yasası, Hays- Kendall yaklaşımı ve değiştirilmiş orantılı numune direnci (PSR) modelini kullanarak Kick yasasının gözlenen varvasyonları açıklamak için başarısız olduğunu bulmuşlardır. Ayrıca değiştirilmiş PRS modeli BSCCO süperiletkenlerin sertliklerinin yüke bağlı olduğunu varsaymak için Hays-Kendall yaklaşımından daha uygun olduğunu göstermişlerdir.

Terzioğlu ve arkadaşları (2005), süperiletken $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2Ca_{2-x}Sm_xCu_3O_y$ (x=0.0, 0.0005, 0.001, 0.005, 0.01, 0.1, 0.5, 1.0 ve 1.5) sistemini Sm'un farklı konsantrasyonları için araştırmışlardır. Ca için Sm'un çeşitli miktarda yer değiştiren örneklerin düşük T_c, Bi-(2212) fazına göre yüksek T_c, Bi-(2223), fazında önemli ölçüde yer değiştirdiğini, Sm konsantrasyonun artmasıyla c örgü parametresi önemli ölçüde azalırken, a parametresinin biraz artığını, Sm konsantrasyonun x=0.1 değerinde, $T_{coffset}$ değerlerinin 107 K ve 70 K arasında değişmekte olduğunu, x>0.1 örnekleri için 25 K den aşağıda herhangi bir süperiletkenlik geçişi göstermediğini, Sm konsantrasyonun artmasıyla kritik akım yoğunluğunun azaldığını ve x=0.0 örneği için sıfır alanda 43 A/cm^2 değerini gözlemlemişlerdir.

Ghazanferi ve arkadaşları (2007), $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ süperiletken polikristal örneklerinde Nb_2O_5' nin etkileri bulk formları halinde incelemişlerdir ve geleneksel katı-hal tepkime metodu ile örnekleri hazırlamışlardır. Hem (Pb, Pb)-(2223) hem de Bi-(2212) fazları çalışılan örneklerde her iki fazında bir arada bulunduğunu, Nb eklenmesinin kritik akım yoğunluğunu arttırdığını, buna neden olarakta Nb katkılamasının taneciklerin bağlantısının iyileşmesine sebep olabileceğini rapor etmişlerdir.

P.M. Sarun ve arkadaşları (2009), BPSCCO sistemine Co ve Y katkılarının faz gelişimine etkilerini, elektriksel ve mikro yapısal değişimleri bakımından incelemişlerdir. Sonuçlar kristal yapının içine Ca^{2+} ve/veya Sr^{2+} iyonları yerine Y^{3+} iyonları girmesi dolayısıyla sistemin elektronik yapısındaki hole konsantrasyonunun azaldığını göstermişlerdir. Ayrıca düşük miktarda Y katkısının Cu-O_2 tabakaları arasındaki güçlü Josephson bağlantısına bağlı olarak c-ekseni boyunca direncin azaldığını bildirmişlerdir. Kurşun katkılı Bi-(2212)' de uygun Y konsantrasyonu ile T_c ve J_c 'de önemli ölçüde iyileşme olduğunu rapor etmişlerdir.

R.S.Kalubarme ve arkadaşları (2009), $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$ Bi-(2212) bulk örnekleri katı-hal tepkime metodu ile nitrat malzemeleri kullanılarak sistematik olarak magnetik özelliklerini çalışmışlardır. 830^oC de Bi-(2212) fazının biçimlenmesine nitrat öncülleri olanak sağlamaktadır. XRD çalışmaları Bi-(2212) fazının oluşmasını teyit etmişlerdir. SEM çalışmaları taneciklerin tabakalı yapısı gibi gelişmesini açığa çıkarmaktadır. DC duygunluk ölçüm sonuçları 82 K' de süperiletken geçişin olduğunu göstermişlerdir. Kritik akım yoğunluğu çalışmaları uygulanan magnetik alanın 10-70K aralığında 35 K' nin üzerinde akım yoğunluğunun hızlı bir şekilde düştüğünü buna nedenin zayıf bir bağlantı davranışı olduğunu göstermişlerdir. Bu teknikle hazırlanan örneklerin daha önce literatürde bulunan tersinmezlikten daha iyi bir sonuç gösterdiğini bulmuşlardır.

J.Kumar ve arkadaşları (2010), (x=0.0 ve 0.4) $Bi_{2-x}Pb_xSr_2CaCu_20_8$ bulk bileşiğinin sentezlenmesini ve süperiletken özelliklerini araştırmışlardır. Geçiş sıcaklığı T_c'nin marjinal olarak azalmasına rağmen, manyetik alan altında Pb içeriği ile $J_c(H)$ kritik alan yoğunluğu arttığını ve en iyi durumun x=0.16 için Jc(H) ($7,894.10^3$) A/cm^2 ile gözlenlemişlerdir. Bulk Bi-(2212) ($Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$) bileşiğinde

Bi-konumunda kontrollü Pb eklenmesi sistemin süperiletken kritik parametrelerinin geliştiğini ve bu sonuçların $Bi_{2-x}Pb_xSr_2CaCu_2O_8$ sisteminde tanecikler içinde ve arasında mümkün olan iyileştirmeleri Pb eklenmesi işlemine dayandırılarak açıklamaya çalışmışlardır.

R.Öztürk ve arkadaşları (2010), $Bi_{2-x}Ce_xSr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ nominal bileşimi ile örnekler x= 0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 ve 0.6 oranlarında geleneksel cam-seramik tekniği kullanılarak sentezlemişlerdir. Bi-(2223) sisteminin yapısal/mikroyapısal ve elektriksel özellikleri üzerine Ce katkılanmasının etkileri detaylı olarak incelemişlerdir. Ce camlaştırılmasının bir katı çözünürlüğü sınırı vardır ve bu sınırın x=0.2' de olduğunu bulmuşlardır. Bu camlaştırılmanın x=0.2' nin üzerindeki Ce katkılanmasında yok olduğunu gözlemlemişlerdir. Dahası, ısıl işleme tabi tutulmuş örneklerin ana fazının Bi-(2212) olduğunu XRD çalışmaları ile göstermişlerdir. Isıl işleme tabi tutulmuş örneklerin SEM ve EDX analizlerinden, yüksek oranda Ce katkılanmış örneklerin bozulmuş ve kompleks bir yapıya sahip olduğunu görmüşlerdir. Elektriksel özelliklerin artan Ce katkısıyla bozulduğunu bulmuşlardır. Özellikle yüksek Ce katkılama seviyesinde yalıtkan bir davranış ve süperiletkenliğin kaybolduğu gözlemlemişlerdir.

S.Bal ve arkadaşları (2011), Ce katkılı Bi-(2212) süperiletkenlerinin yapısal ve süperiletken özelliklerindeki önemli değişiklikleri, elektron mikroskobu, elektrik direnci ve taşıma kritik akım yoğunluğu, taramalı X-ışınımı difraksiyon analizini ölçerek incelemişlerdir. $Bi_{1.8}Sr_2Ce_xCa_{1.1}Cu_{2.1}O_y$ genel stokiyometrisi çeşitli Ce konsantrasyonlarında (x=0'dan x=1'e kadar) elde etmişlerdir. Geleneksel katı-hal reaksiyon metodu ile üretilen örneklerin sıfır direnç geçiş sıcaklıkları (T_c^{offset}) DC direnç ölçümleri ile elde edilmiştir. Ayrıca faz fraksiyonları ve örgü parametreleri XRD ölçümleri ile, mikroyapı, yüzey morfolojisi ve örneklerin element kompozisyon analizleri sırasıyla SEM ve EDX ölçümleri ile incelemişlerdir. Sonuçların artan Ce katkılamasıyla örneklerin kendi alanlarındaki T_c^{offset} ve J_c değerlerinin azaldığını göstermişlerdir. Saf örneğin T_c^{offset} (44.6 K) ve 18.7 Acm^{-2} J_c değerlerine karşılık, 0.1 Ce katkılı örnek için sırasıyla en yüksek T_c^{offset} 79.7 K ve 77 K'de, J_c değeri 356.8 Acm^{-2}'de elde etmişlerdir. Örgü parametrelerinin saflığına göre yapısal modülasyonu dikkate alınarak, Ce katkılaması a örgü parametresinin artması ve c örgü

parametresinin azalması, katkısız örnekle karşılaştırılarak saptamışlardır. SEM ölçümleri ise sadece yüzey morfolojisi ve tanecik bağlılığının azalmasıyla değil ayrıca örneklerin tanecik boyutlarının artan Ce miktarıyla da azaldığını bulmuşlardır. Bunun yanı sıra, EDX şekilleri örneklerin hazırlanmasında kullanılan elementlerin homojen olarak dağıldığı ve Ce atomlarının kristal yapısının içerisinde girdiği ve Cu atomlarıyla yerdeğiştirdiğini göstermişlerdir. Buna ek olarak ΔT_c (T_c^{onset}-T_c^{offset}) deki değişim kirliliğin ve örneklerin süperiletken tanecikler arasındaki zayıf bağların varlığını ortaya koymak için araştırmışlardır. Mikroyapıdaki indirgenme ve süperiletken özellikler için mümkün olan nedenleri de rapor etmişlerdir.

G.Yıldırım ve arkadaşları (2011), katı-hal tekniği ile hazırlanan x=0, 0.001, 0.003, 0.005, 0.01, 0.03, 0.05 ve 0.1 katkı oranlarından oluşan $Bi_{1.8}Sr_{2.0}Ce_xCa_{1.1}Cu_{2.1}O_y$ seramiklerinin fiziksel, süperiletken ve mikroyapısını XRD, SEM, EDX ve magnetoresistans ölçümleri yoluyla analiz etmişlerdir. Bu çalışma için örnekleri katı-hal yöntemiyle yapmışlardır. J_c, aktivasyon enerjisi U_o, tersinmezlik alanı (μH_{irr}) ve üst kritik alan (μoH_{c2}) R-T eğrilerinden DC manyetik alan altında 7 T' ya kadar uygulayarak yapmışlardır. Sonuçların uygulanan manyetik alan ve artan Ce içeriği çarpıcı bir şekilde azaldığını göstermişlerdir. Bunun yanı sıra, XRD sonuçları bütün örnekler için sadece Bi-(2212) fazı içerdiğini ve süperiletken polikristal fazın artan Ce katkısı ile daha az yoğunluklu kırınım çizgilerini sergilediğini bulmuşlardır. SEM fotoğraflarının sonuçları için, tabakalı, kristalize, tanecik boyutu dağılımı, tabakalı tanecik büyütmesi ve tanecik bağımlılığı artan Ce katkısıyla bozulduğunu gözlemlemişlerdir. Bunların yanısıra, tersinmezlik alanı ve üst kritik alanlar artan Ce katkılaması ile bozulduğunu bulmuşlardır. Girme derinliği (λ) ve eş uyum uzunluklarını da (ξ) ayrıca tartışmışlardır.

Bu tez kapsamında katı-hal tepkime yöntemine ek olarak LFZ tekniği ile büyütme yapılmıştır. LFZ tekniği ile yapılan çalışmalara yer verecek olursak;

A.Sotelo ve arkadaşları (1993), 110K geçiş sıcaklığına sahip $(Bi_{1-x}Pb_x)_2Si_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ süperiletken malzeme hazırlamak için asetatlı malzemeler kullanarak polimer kullanmışlardır. UV spektroskopi ile başlangıç solüsyonlarının karakterizasyonunda sentezleme sürecinin iyileştirildiği rapor edilmiştir. IR spektroskopisi ve TGA sonuçlarının, XRD sonuçları ile birleştirilerek ara ürünlerde

iyi sonuşlar bulmuşlardır. AC manyetik duygunluk çalışmalarının XRD çalışmaları ile tutarlı; son sinterleme öncesinde $(Bi_{1-x}Pb_x)_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ 80K civarında süperiletken fazını gözlemlediler. Geliştirilen sinterleme şartları sonucunda neredeyse 110K'de fazlı süperiletken gözlemlemişlerdir. Diğer solüsyon metodlarına göre polimerizasyon tekniğinin kullanımı daha homojen, küçük boyutlu parçacıklar ve grain yapısı gözlemlemişlerdir.

M.T.Ruiz ve arkadaşları (1993), Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminin yüksek sıcaklık fazını (Tc, DSC, TGA), birkaç solüsyon tekniğiyle hazırlanmış ve örneklerin X ışını kırınımı, elektron mikroskobu, manyetik AC duygunluk ölçümlerini yapmışlardır. Yeni bir yöntem olan polimer solüsyon tekniği (2223) faz yüzdesine karşılık düşük faz yüzdesine etkisini araştırmışlar. Literatürde verilen en iyi hazırlama tekniklerine göre bu yöntem örneklerin süperiletkenlik özelliklerinde benzer sonuçların ortaya çıktığını bulmuşlardır. Çözelti sentezi ile üretilen örneklerin; enerji yayılma spektroskopi analizine göre katıhal tepkime metoduyla hazırlanan malzemelerdeki CuO tabakalarından daha fazla olduğunu bulmuşlardır.

A.Sotelo ve arkadaşları (1996), süperiletken Bi_2O_3-PbO-SrO-CaO-CuO sisteminin faz diyagramına dayandırarak yapılan yeni bir işlemde tek fazlı $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (2223) seramiklerinin yeni düzenini çalışmışlardır. Tanımlı hazır maddenin 2223 formunun reaksiyonunun çok yavaş alan kinetiğinin üstesinden gelebilmek için farklı karışımlar hazırlamışlardır. En iyi sonuçlar $Bi_{1,84}Pb_{0,34}Sr_{1,8}Ca_{1,2}Cu_2O_8$, $Ca_2Cu_2O_8$, CuO ve $Bi_{1,84}Pb_{0,34}Sr_{1,7}Ca_{1,3}Cu_2O_8Sr_{0,2}Ca_{1,8}$ – CuO_3 ve CuO in karışımı ile elde etmişlerdir.

A.Sotelo ve arkadaşları (1997), metal asetatları kullanarak kısa bir ısıl işlem sonrasında Bi-(2212) fazı oluşumuna yol açan bir metod sunmuşlardır. Isıl işlem 750^o de 2 saat+820^ode 2 saat olmak üzere 4 saat kalsinasyondan, preslemenin ardından 855^o de 1 veya 3 saat sinterlemeden oluşmaktadır. Polimer tekniği olarak bilinen bu metod sol-gel metodunun aksine daha büyük grainler elde edildiğini bildirmişlerdir..

M.Mora ve arkadaşları (2002), LFZ tekniği ile yönlendirilmiş tabakalandırılmış % 2 Ti eklenmiş Bi-(2212) ince çubukların mikro yapısı üzerine Titanyumun etkisini araştırmışlardır. Titanyumun merkezde büyük bir

çekirdeklenmeye neden olduğunu ve dolayısıyla da grainlerin büyüklüğünü azalttığını bildirmişlerdir. Ayrıca aynı büyüme şartlarında örneğin yapısının güçlü bir şekilde azaldığını ve 77 K deki süperiletken özelliklerinin kötüleştirdiğini bildirmişlerdir.

E.Natividad ve arkadaşları (2002), üç farklı Bi-(2212) tozları, Bi ve Sr içeriğinin her ikisinde sitokiyometrik sapmalar ile birlikte Bi/Sr oranında olduğu gibi, LFZ tabakalı ince çubukların üretiminden sonra başlangıç malzemeleri olarak kullanmışlardır. Mikroyapıdaki tavlanan ve büyütülen çubukların gelişimi ICP analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağıtıcı spektroskobi mikroanalizi ile çalışmışlardır. Faz dağılımındaki farklılıklar başlangıç sitokiyometrisi ile ilgili çubukların konsantrasyonu ve kompozisyonu ile işaretlemişlerdir. Sonuç olarak, kritik sıcaklık üzerinde bu mikroyapısal safsızlıkların etkisi, 77 K'de kritik akım yoğunluğu ve çubukların çivileme davranışı tartışmışlardır.

J.I.Peña ve arkadaşları (2002) , yüksek erime sıcaklığına sahip 9 mol % Y_2O_3 oranında Al_2O_3-ZrO_2 içeren malzeme LFZ tekniği kullanılarak ve belli bir doğrultu da katılaştırılarak üretmişlerdir. Büyüme değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak ötektik mikroyapılar araştırmışlardır. 50 mm/h oranından daha az bir değerde kolonisiz, lamellar mikroyapısı arasındaki girme derinliğinden 600 ^oC/mm değerine sahip homojen bir ısıl gradyenti katılaştırma ekseni için kullanmışlardır. Daha yüksek büyütme oranları ise hücresel yapıları üretmek için kullanılmıştır. Koloniler alümina (0001) ve Zirconia (110) değerlerinde, büyüme doğrultusuna paralel bir şekilde büyütülmüştür. Düzenli bir lamellar mikroyapısı 1500 ^oC'de sabit bir ısıl işlem esnasında düşük büyüme hızı kullanılarak elde etmişlerdir.

E.Natividad ve arkadaşları (2002), LFZ teknikleri ile üretilen ince Bi-(2212) çubukların fiziksel özelliklerinin ve mikroyapısının iyileştiğini ve yüksek kritik akım değerini rapor etmişlerdir. Malzemenin sitokiyometrisinde veya işlem parametrelerini değiştirerek, homojenliğini ve I_c değerlerini arttırmayı başarmışlardır. Çubukların merkezine doğru, Bi-(2212) süperiletken taneciklerinde aşırı Bi içeriği nedeniyle düşük T_c elde etmişlerdir.

M.F.Carrasco ve arkadaşları (2004), katı hal tekniğiyle üretilen çubukları öncül (pre-cursor) olarak kullanarak LFZ tekniğiyle grainlerin yönlendirilmesine çalışmışlardır. $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ (2212), $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (2223), $Bi_2Sr_2Ca_3Cu_4O_{12}$ (2234) bileşiklerinin çubuklarının mikro yapısını ve süperiletkenlik özelliklerini ölçerek malzemeleri karakterize etmişlerdir. Malzemedeki anafaz oluşumunun çubukların yarıçapı boyunca meydana geldiğini, serbest Bizmutların çevresindeki fazlarla reaksyona girerek Bizmutça zenginleşmiş kristalleşmeye yol açtığını rapor etmişlerdir. Ayrıca aşırı Ca ve Cu fazlalığında sitokiyometrik oranlarda (2212), (2223) ve (2234) örneklerinin mikro yapısında değişimler meydana getirdiğini bildirmişlerdir. Tavlama esnasında bazı (2223) süperiletken yapının serbest Bizmut bölgeleri arasındaki sınırda oluştuğunu gözlemlemişlerdir.

F.M.Costa ve arkadaşları (2004), LFZ ile büyütülen BSCCO çubukların akım taşıma kapasitelerinin telin yapısı üzerinde çarpıcı bir değişim oluşturduğunu bildirmişlerdir. Çözücü maddedeki iyonik taşınımın artması ve bunun sonucunda faz oluşumunun gerçekleşmesi yönlendirilen çubukların üzerinde rastgele bir kristal yöneliminin oluşumunu engellediğini rapor etmişlerdir.

A.Sotelo ve arkadaşları (2005), sol-gel metodu ile $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ yapısına değişik oranlarda Ag katarak precursor çubuklar hazırlamış ve bu çubukları yönlendirmek için CO_2 lazerli LFZ tekniği kullanılmıştır. Yönlendirilen tabakalı çubuklarda, Ag, Bi-(2212) yapısının düşük çözünebilirliği yüzünden matris içerisinde küresel parçacıklar olarak yerleştiğini rapor etmişlerdir. Tavlamadan sonra bu küresel parçacıkların şekilleri uzayarak malzemenin boşluklarına yerleşip mekanik özelliklerin iyileşmesine yol açmışlardır. Mekanik özelliklerde ortalama % 40’ a kadar Ag katkısının iyi sonuç verdiğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca LFZ tekniği ile hazırlanan Ag katkılı çubuklardan elde edilen ölçümlerden süperiletkenlik özelliklerin neredeyse değişmeden kaldığını Ag nin % 5 den yüksek değerlerinde hem mekanik hem de süperiletken özelliklerinin bozulduğunu rapor etmişlerdir.

F.Capel ve arkadaşları (2006), $Bi_{2-x}Pb_xSr_2CaCu_2O_y$ (x=0 ve 0,4) silindir numuneler üreterek bu çubukları LFZ methoduyla yönlendirmişlerdir. Daha sonra elde edilen çubuklar tavlanmış ve mekanik ölçümlerini yapmışlardır. G; Young modülü, E; Vickers dayanıklılığı, H ve Weibuu parametreleri gibi fiziksel

büyüklükler Laser Scanning Confocal Micruscopy (LSCM) kullanılarak analiz etmişlerdir. Sonuçta, yapısal analiz ve mekanik özellikler arasındaki ilişkiyi ortaya koymuşlardır.

L.A.Angurel ve arkadaşları (2006), lazerleri; süperiletken malzemeleri karakterize etmek için değişik lazer teknikler kullanmışlardır. Karakterize edilen bu bulk süperiletkenler yüksek güç uygulamaları için kullanılmışlardır.

M.F.Carrasco ve arkadaşları (2007), nominal kompozisyonları (2:2:1:2), (2:2:2:3) ve (2:2:2:4) olan BSCCO teller LFZ ve EALFZ (elektrik destekli) teknikleri ile yönlendirilmişlerdir. İlk kristal kupratların homojen radyal dağılımı; elektrik akımının uygulamasıyla kristalleşme sürecinin başladığını işaret etmektedir. Bunun yanı sıra EALFZ tekniği kullanıldığında tel ekseni boyunca güçlü bir yönelim gözlemlediğini de bildirmişlerdir. Her iki yöntemde de akım taşıyıcı özelliklerinin iyileştiğini göstermişlerdir. EALFZ tekniği kullanılarak elde edilen çubukların J_c değeri 2830 A/cm^2, LFZ tekniği kullanılarak elde edilen çubukların J_c değeri 1160 A/cm^2 olarak hesaplamışlardır.

A.Sotelo ve arkadaşları (2008), kobaltit seramikler üzerinde termoelektrik performans elektriksel iletkenliği yükselterek arttırılabilir. Bu LFZ yöntemi ile artan tane büyüklüğü ve tercih edilen doğrultuda yönelim sağlanmasıyla yapılabilir. Bu çalışmada $Bi_2Ca_2Co_{1,7}O_x$ seramikleri 15, 30 ve 50 mm/h'de üç farklı büyüme hızında elde etmişlerdir. Bu termoelektrik özellikler üzerindeki büyüme koşullarının küçük bir etkisini tespit etmişlerdir. Tüm durumlarda mikro yapılar dönüşümü kobaltik katmanların küçük CoO içerdiğini göstermişlerdir. Buna rağmen geleneksel katı-hal yolları ile elde edilen uyumsuz kobaltitler içinde termogücün normalden daha yüksek olduğunu ve bu ön sonucun muhtemelen oksijen boşluklarından kaynaklandığını rapor etmişlerdir.

A.Sotelo ve arkadaşları (2009), Bi-(2212) tabanlı $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ çubuklarına Pb ve Ag katkılayarak $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$+1Wt %Ag, $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ ve $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$+3Wt Ag bu bileşiklerini LFZ tekniği ile hazırmışlardır. Çubuklar tavlandıktan sonra Elektriksel, manyetik ve mekanik özellikler ile karakterize etmişlerdir. Pb katkısının transport kritik akım yoğunluğunu 65 K'de 4,4.10^7'den 6.10^6 Am^{-2}' ye azaldığını rapor etmişlerdir. Ayrıca

katkılamanın mekanik özellikleri %35 oranında kötüleştirdiğini göstermişlerdir. Buna karşın Ag katkılama sonuçları ise hem J_c'yi hem de mekanik kuvvetliliği geliştirdiğini ve bu sonucu göz önüne aldıklarında Bi-(2212) için J_c'nin (65 K) de $4{,}4.10^7$'den $7{,}2.10^7$ $A/m^{2'}$e yükseldiğini, Bi-(2212)/Ag için 6.10^6 Am^{-2}'ye ; Bi(Pb)-(2212)/Ag için 8.10^6 Am^{-2} ye yükseldiğini göstermişlerdir. Ag, tabakalı yapıyı artırırken, Pb'nin katkısı malzemenin mikroyapısını çarpıcı bir şekilde kötüleştirdiğini gözlemlemişlerdir. Buna ilaveten, Ag katkılama; Bi-(2223)' nin büyütülmesi içeride Bi-(2212) hücrelerinin gözlemlenmesini sağladını ve bunun da örneklerin süperiletken özelliklerinin gelişmesini sağladığını göstermişlerdir.

J. Diez ve arkadaşları (2009), LFZ tekniği $Bi_2Sr_2Co_{1.8}O_y$ seramiklerinin yönelimini üç farklı büyütme hızı kullanılarak (15, 30 ve 50 mm/h) gerçekleştirmişlerdir. LFZ yöntemi, termoelektrik malzemelerin mikroyapısı üzerinde olumlu yönde etki yarattığını bildirmişlerdir.

S.Rasekh ve arkadaşları (2010), kobaltit malzemelerde termoelektrik özelliklere uygun sentetik method seçilerek, katyon eklemek ve sonrada tanecik yönelimini ayarlamanın mümkün olduğunu gözlemlemişlerdir. Bunu yapabilmenin bir yolu, polimer matrix yöntemi ile hazırlanan seramiklerin, belli bir oranda Bi yerine Pb katkılamasıyla ve belli bir doğrultuda LFZ tekniği ile tabakalandırılarak mümkün olabilmektedir. Bu çalışmada $Bi_{(2-x)}Pb_{(x)}Ca_{(2)}Co_{(1.7)}O_{(y)}$ (x=0.0, 0.2, 0.4 ve 0.6) bileşiği LFZ tekniği ile 30 mm/h hızla hazırlamışlardır. Bütün konsantrasyonlar için mikroyapıda küçük CoO katmanlar oluştuğunu göstermişlerdir. Dirençte ve termopowerda çok önemli azalmalar olduğunu ancak güç faktör değerlerinin Pb katkılaması ile arttığını, x=0.4 Pb katkılı örneğin güç faktörü değeri, katkısız örneklerin güç faktörü değerinden ortalama iki kat daha fazla arttığını rapor etmişlerdir.

M.R.N.Soares ve arkadaşları (2011), LFZ tekniği ile büyütülen tek kristal Pr^{3+} katkılı tetragonal yapılı tel ile çalışmışlardır. Teller oda sıcaklığında ultraviyole ışık altında Pr^{3+} çoklu iyonların $^1D_2$ ve $^3H_4$ maddeler arası geçişi yüzünden güçlü kızıl lüminesans gösterdiğini bulmuşlardır. Ek olarak, infrared (kızıl ötesi) spektral ana aralığın geçişlerinin yaklaşık olarak 1140 nm ve 1560 nm'de olduğunu bulmuşlardır.

Yoğunluk oranları uyarılma dalga boyuna bağlı olduğu, Pr^{3+} çoklu merkezi bir yapının olduğunu önermişlerdir.

Özkurt ve arkadaşları (2011) Bi-2212 süperiletkenlerin mekanik özellikleri metalik gümüş eklenmesiyle ayarlanabilirken, transport(iletim) özellikleri de grain yönelim methodlarıyla geliştirilebilinir. Bu her iki süreçte eşzamanlı olarak LFZ (Laser Floating Zone) methodunun kullanılmasıyla gerçekleştirilebilinir. Bu çalışmada, %3 Ag ekli $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ tabakalı kompozit malzemeler farklı büyütme hızlarında (5, 15, 30 ve 60 mm/h) LFZ tekniği ile hazırlandı. Tüm durumlarda, tavlama sonrası gözlenen mikroyapılar, temel fazın Bi-2212 olduğunu gösteriyor. Büyütme hızı ölçülen T_c değerleri üzerinde etkiye sahip olmamasına rağmen J_c değerleri üzerinde önemli değişimler bulundu. Hem mekanik hemde iletim özellikleri bakımından en iyi sonuçlar 15 mm/h örneği için elde edilmiştir.

K.Song ve arkadaşları (2012), alümina tabanlı uygun yüksek erime sıcaklığına bağlı kompozitler erime noktasına yakın olsa bile mükemmel performanslarından ötürü yüksek sıcaklık yapısal materyaller için aday olarak düşünülebileceğini söylemişlerdir. Bu çalışmada LFZ katılaşma deneyleri 8 ile 800 μm/s arasında büyüme oranında uygun yerinde kompozit Al_2O_3/Y_2O_3 içeren 18.5 mol % Y_2O_3 ötektikte yapmışlardır. Bu sistemin bir katı/sıvı (S/L) ara yüz morfolojisini bildirmişlerdir. Ara yüz morfolojisine göre düzensiz ötektik sisteminin lameller seçim mekanizması da tartışmışlardır. Katılaşma mikroyapı evrimini incelenmiş ve düzensiz ötektik sisteminin karakteristik ölçekli izotermal olmayan ara yüzü morfolojisini dikkate alan bir matematiksel model kullanılarak analiz etmişlerdir. Karakteristik ölçekleri arasındaki ilişkiyi temsil eden önemli bir parametreyi, ϕ, ayrıca vermişlerdir.

H. Gündoğmuş ve arkadaşları (2012) bu çalışmada x=0.0, 0.5, 0.1 ve 0.25 nominal değerde LFZ tekniği kullanılarak Yb katkılı $Bi_2Sr_2Ca_1Cu_{2-x}Yb_xO_y$ örneklerini hazırlamışlardır. Farklı Yb katkısının yapıdaki etkileri, elektriksel direnç, Sem, Xrd, mekanik ve Dc manyetizasyon ölçümlerini yapmışlardır. Cu tarafına yapılan Yb^{3+} katkısı artıkça süperiletken ve fiziksel özelliklerinin adım adım azalma gösterdiğini gözlemlemişlerdir. J_c değerleri Bean modeli kullanılarak hesaplanmış ve

anlamlı bir şekilde değiştiğini bulmuşlardır. T_c değerlerinin neredeyse bütün örnekler için benzer kaldığını rapor etmişlerdir.

3. MATERYAL VE METOD

3.1. Giriş

Seramik süperiletkenleri hazırlamak için değişik yöntemler kullanılabilir. Malzeme hazırlama teknikleri ile süperiletkenlerin fiziksel özellikleri doğrudan etkilenmektedir. Malzeme hazırlama esnasında kullanılan yöntemlerden bazıları katı-hal tepkime yöntemi, eritme-döküm yöntemi, çözelti-jel yöntemi, kalın film ve ince film üretme yöntemleridir. Tüm yöntemler kullanılırken stokiyometriye uygun bir biçimde homojen malzemeler hazırlamak hedef alınmıştır.

Bu bölümde hazırlamış olduğumuz malzemenin hangi teknikle üretildiği hakkında bilgi verilmiştir. Ayrıca deneysel ölçüm için kullanılan yöntemler de tanıtılmıştır.

3.2. Katı-hal Tepkime Yöntemi

Katı-hal tepkime yöntemi, kolaylığı ve ucuzluğu bakımından süperiletkenlik araştırma grupları tarafından en geniş kullanım alanına sahip olan yöntemdir. Bu yöntemde bileşikler, oksit, karbonat, nitrat gibi başlangıç maddeleri ile hazırlanır. Başlangıç maddeleri, uygun oranlarda karıştırılır ve ince tozlar haline getirebilmek için havanda öğütülür. Buradaki amaç malzemeyi homojen bir karışım haline getirmektir. Öğütme işlemi yapıldıktan sonra malzemedeki ilk ısıl işlem olan kalsinasyona geçilir. Kalsinasyon yapılmasındaki amaç ise öğütme sırasında toz karışımın içerisine giren oksit, karbondioksit ve yabancı maddelerin sıcaklık sayesinde ayrışmasını sağlamaktır. Kalsinasyon aşamasında tozlar bir potaya konulur ve BSCCO sistemi için, 775-850°C sıcaklık aralığında belli bir süre fırın içerisinde tutulur. Fırından çıkarılan tozlar ara öğütme yapmak için tekrar havanda öğütülür. Yapılan karıştırma, öğütme ve kalsinasyon adımları birkaç kez tekrar edilebilir. Kalsinasyon işleminden sonra toz halinde olan numuneler sinterlenir. Sinterleme işlemi yapılmadan önce toz numunelere şekil vermek ve tanecikler arası bağları güçlendirmek amacı ile presleme işlemi yapılır. Presleme işlemi yapılırken genellikle

toz numunelere 4-6 ton arasında basınç uygulanır ve malzemeler tablet haline getirilir. Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası bağları kuvvetlendirmek ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirli sürelerde tabletler sinterlenir. Sinterleme işlemi sırasında numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve bir süre bekletildikten sonra yavaş bir şekilde yeniden oda sıcaklığına soğutulması gerekmektedir. Tabletlerde yapılan sinterleme işlemi sonrasında numunelerde oluşabilecek gerilmelerden ve iç zorlanmalardan kaçınabilmek amacıyla fırın yavaş bir şekilde soğutulmalıdır. Bunların yanı sıra kalsinasyon işlemi sırasında kullanılan kabın doğru seçilmesine dikkat edilmelidir. Bunun sebebi ise yüksek sıcaklıklara çıkıldığında kabın yapıldığı materyalin süperiletken malzeme içerisine sızma ihtimalinin olmasıdır. Dikkat edilmesi gereken diğer hususta, numunenin öğütülmesi, kalsinasyonu ve sinterleme süresinin ve sıcaklığının süperiletken malzemenin cinsine göre değişmesidir. BSCCO ailesinde kalsinasyon sıcaklığı 775-850 °C arasında değişirken YBCO ailesinde 850-950 °C arasındadır.

3.3.LFZ metodu

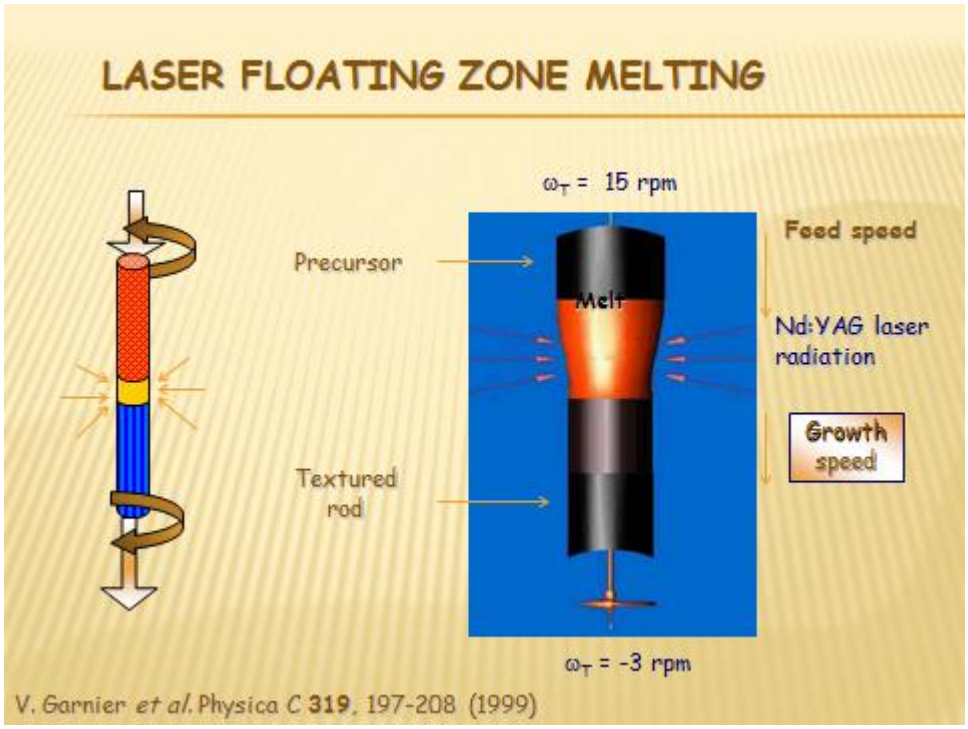
Bulk yüksek sıcaklık süperiletkenleri birçok yüksek enerji uygulamalarında kullanılmıştır. Materyallerin anisotropisi ve asıl tanecikli yapısından dolayı, süperiletken özellikleri kuvvetli bir şekilde akım sızması probleminden elde edilebilir. Bu durum tanecik sınırlarının kalitesine ve taneciklerin bireysel özelliklerine dayandırılabilir. Bu nedenle, bulk materyalleri elde etmek ve yüksek güç uygulamaları için aynı zamanda da uygun malzemelerin şekil ve mikroyapısını kontrol etmek için fabrikasyon teknikleri geliştirmek gereklidir. Süperiletken materyalde tabakalı bir yapı oluşturmak için uygulanan birkaç yöntem vardır. Bunlar arasında en sık kullanılandan bahsetmek istersek; Melt-textured büyümesi yüksek sıcaklık süperiletkenlerin (HTS) taneciklerinin büyüme yönünü a-b düzlemine paralel olarak yöneltmek için akı akışını sınırlayan düşük açılı kesişim noktalarının sayısınını azaltıyor. Bu yöntem geniş olarak $YBa_2Cu_3O_7$ materyalleri için kullanılır (D. Shi, 1995). Bizmut tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenleri durumunda eriyik

döküm yöntemi (S. Elschner, 1996) değişik şekillerde Bi-2212 materyalinin oluşmasına izin verilir.

Lazerin alternatif kullanımlarından bir tanesi de tabakalı doku oluşturmaktır. Geçen yıllarda lazer sistemleri birçok endüstriyel uygulamada kullanılmıştır. Lazerlerin en çok kullanılan ticari şekli bulk yüksek sıcaklık süperiletkenleri üretmektir. Lazerlerin sürekli bir dalga üretmesi durumunda ısıyı doğal olarak eyleme geçirir. Bu materyallerin siyah rengi; radyasyonu absorbe etmeye yarar. Eğer giriş sıcaklığının oranı bu bölgeden ayrılan ısının oranında büyük ise sıcaklığın bölgesel olarak artmasından sonra ya erime ya buharlaşma ya da bunların karışımının meydana gelmesine sebep olur. Bu bağlamda lazer zone melting (W. G. Pfann, 1958, L. A. Angurel, 1997) uygulamalarının kullanılmasını düşünmek mümkündür. Lazerlerin atımlı olması durumunda kısa ve uzun atımlı olarak adlandırılabilirler. Her iki kategori arasındaki ayrım 10 pikosaniye olarak tanımlanmıştır. Uzun atımlı lazer ile materyalin etkileşmesi lazer difüzyonu ile ısı kalıntılarını meydana getirir ki bu ısı difüzyon zamanının kısa olması yüzündendir. Bu lazerler birçok materyali makinalaştırmak için de kullanılır (J. Meijer, 2004) ve bilhassa bulk HTS seramikleri için de kullanılır. Ayrıca zararsız optik tekniklerde vardır ki bir örneği düşük güçlü lazerler ile hazırlamak için de kullanılabilir. Dijital Speckle Interferometry (DSPI) bir teknik olup objelerden dağınık olarak yansıyan küçük yer değiştirmelerini ölçer. (P. K. Rastogi, 2001)

Bulk yüksek sıcaklık süperiletkenlerini tabakalandırmak için lazer eritme teknikleri kullanılır. Lazer işlemi metodları Bi-2212 tabakalı materyallerin üretimini baştan aşağı akan bir sıvı hacminin hareketi ile oluşmasına sebep olur (Şekil 3.1.). Bi-2212 kristallerinin a-b düzlemi ve c ekseni arasındaki büyütme hızının yüksek anizotropi yüzünden katılaştırma işleminde bu tanecikler katılaştırma ara yüzü biçimi için c eksenine dik doğrultuda büyümek eğilimindedirler (L. A. Angurel, 1997). Ayrıca Bi-2212 fazı düşük buharlaşma ve süperiletken fazın yüksek kararlılıkta olmasından dolayı uygun bir eritme işlemi sonucunda meydana gelir. Bi-2212 uyuşmayan erimeye sahiptir ve (L. A. Angurel, 1997, P. Majewski, 2000, F. M. Costa, 1999) bu nedenle eğer yüksek tabakalandırma hızı kullanılacak olunursa madde dengeden uzaklaşır ve maddede çoklu fazlar açığa çıkar. İşlem esnasında Bi-

2212 fazı 860 ile 900 derece sıcaklık aralığında kısmen eritilir. Hızlı katılaşma nedeniyle birçok değişik faz $Sr_{1-x}Ca_xCuO_2$ oksiti katılaşmanın ilk fazı olarak gözlemlenir. Tanecikleri neredeyse büyüme yönüne paralel önemli geometrik ekseni boyunca uzar (R. S. Feigelson, 1988, F. M. Costa, 1999). Bizmutça zengin tanecikler benzer bir katılaşma davranışı gösterir. Bi-2212 fazı tavlama sonrası $Sr_{1-x}Ca_xCuO_2$ fazının difüzyon olayından dolayı tekrar en belirgin faz olur.



Şekil 3.1. Lazer Floating Zone Melting (V. Garnier, 1999).

3.4. Örneklerin Hazırlanması

3.4.1. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ (x=0.0,0.01,0.05,0.1,0.25) Bileşiğinin Hazırlanması

$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ kompozisyonundaki örnekleri hazırlamak için %99,99 saflıktaki Bi_2O_3, $SrCO_3$, $CaCO_3$, CuO ve CeO_2 toz bileşikleri uygun stokiyometrik oranlarda hassas terazide tartıldı ve homojen bir karışım elde edebilmek için agat havanda yaklaşık bir saat sürede iyice karıştırıldı. Daha sonra elde edilen karışım alimüna (Al_2O_3) potaya konularak hava ortamında 750°C' de 12

saat kalsine edildi. Kalsinasyon sürecinden sonra karışan tozlar 1 saat tekrar karıştırıldı ve 800°C' de 12 saat tavlandı. Yeşil seramik silindirik örnekler yaklaşık olarak 120 mm uzunluğunda ve 3 mm çapında 1 dakika boyunca 200 MPa basınç uygulanarak soğuk isostatik presleme ile hazırlandı. Elde edilen silindirler akabinde katılaştırılma işlemi doğrultusunda LFZ (Lazer Floating Zone) ile gerçekleştirildi. Çubuklar sürekli bir güce sahip Nd:YAG lazer (λ=1064 nm) kullanılarak hava ortamında, büyütme hızı 15 mm/h ve seed(tohum) ile feed(besleme) arasında dönme hızı 18 rpm olarak işlendi. Bi-2212 süperiletken fazın formu için ısıl bir davranış hava altında 860°C' de 60 saat ve 800°C' de 12 saat olmak üzere iki adımda ve son olarak oda sıcaklığında quench yapılarak gerçekleştirildi. Bundan sonra x=0.0, 0.01, 0.05, 0.1 ve 0.25 örnekleri A,B,C,D ve E olarak adlandırılacaktır.

3.4.2. Toz Karışımın Kalsinasyonu

Uygun miktarlarda tartılan tozlar, homojen bir karışım elde etmek için, yaklaşık olarak bir saat kadar agat havanda elle karıştırıldı. Daha sonra bu karışım, alimüna (Al_2O_3) potaya konularak, hava ortamında 750°C de 12 saat süre ile kalsine edildi. Elde edilen bileşiğin yeşil bir renkte olduğu görüldü. Kalsinasyon olayı, toz karışımın ilk ısıl-kimyasal işlemi için yapılmaktadır. Kalsinasyon işlemi yardımıyla oksit toz karışımın içerisindeki karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışması sağlanır.

3.4.3. Örneklerin LFZ ile büyütülmesi ve preslenmesi

Elde edilen yeşil renkli örnekler seramik silindirik şeklinde yaklaşık 120 mm uzunluğunda ve 3 mm çapında bir dakika boyunca 200 MPa basınç uygulanarak soğuk isositatik presleme ile hazırlandı.

3.4.4. Çubukların Sinterlenmesi

Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek ve kristal kusurlarını azaltmak

için çubukların sinterlenmesi gerekir. Hazırlanan çubuklar, oda sıcaklığında fırına konuldu ve 5°C/dak. hızla 800°C' ye kadar ısıtıldı. Bu sıcaklıkta 1 saat bekletildikten sonra 5°C/dak. hızla 860°C' ye çıkıp 60 saat bekletildi. Daha sonra 800 °C 'ye yeniden soğutularak 12 saat bekletildi. Bu işlem bittikten 800 °C' de fırından çıkartıldı. Fırından çıkartılan örneklerin siyah renkli oldukları gözlendi. Böylece çubuk halindeki numunelerimiz deneysel ölçümler için hazır hale gelmiş oldu.

3.5. Deneysel Ölçümler

3.5.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD) Analizi

X-ışınları kırınımı analizi üretilen malzemelerin amorf veya kristal formda olduğunu, kristal formda olan malzemelerinde kristal yapılarını, kristal yapı parametrelerini tespit etmek için kullanılır. XRD yönteminin temeli Bragg yasasına bağlıdır. Yani gönderilen X-ışını numune üzerinden yansıtılır (kırılır) ve dedektör yardımıyla algılanan bu ışın software aktarılarak yansıma şiddetine karşılık 2θ değerlerinde grafik çizilir. Çalışma süresince X-ışınları difraksiyonu Rigaku RadB-D MAX II bilgisayar kontrollü CuK_{α} (λ=1.5405 Å) ışımasına sahip difraktometre kullanılmıştır. Tarama hızı 2 ^{o}/ dak. olarak $2\theta=2^{o}$ den 60^{o} ye kadar alındı. Bu ölçümler esnasında cam ve cam-seramik numuneler ince toz haline getirildi ve bir cam çerçeve üzerine preslenerek ölçümlerin alınması sağlandı. Alınan difraktogramlar bilinen indisleme metodları kullanılarak analiz edildi (Yazıcı 2010, Altın 2005) .

3.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu 1930'lu yıllarda Manfred von Ardenne öncülüğünde geliştirilmiştir. SEM çok küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranması prensibiyle çalışır(www.vikipedi.com) ve yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda

elektromagnetik lenslerle inceltilen elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etme imkanı sunar. Mikroskopta oluşturulan resimler, elektron demetinin malzeme ile olan etkileşiminden ortaya çıkan ışımalar veya geri yansıyan elektronlar sayılarak oluşturulur.

Burada yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar malzeme yüzeyine çarptırılarak yansır. Yansıyan elektronlar ve buna bağlı olarak X-ışınları kullanılarak değişik analizler yapılıp yüzeyin topografisi elde edilir (Altın,2005).

Optik mikroskobun cam-seramik çalışmalarında sınırlı bir değeri vardır. Çünkü bu numunelerde bulunan kristallerin çoğu bu mikroskobun ayırma gücünün üzerindedir (Yazıcı, 2010).

Elektron mikroskobu görüntüleri doğrudan örneklerin dış yüzeylerinden alınmıştır. SEM analizleri Leo Evo- 40xVP model elektron mikroskobu kullanılarak yapılmıştır. Maksimum hızlandırıcı voltaj ise 20 kV' dır. 1000- 6000 büyütme aralıkları kullanılmıştır (Altın, 2009).

3.5.3. EDX Analizleri

Elektron mikroskobundan gönderilen elektron demetinin yüzeydeki atomlar ile etkileşmesi sonucunda farklı dalga boyunda x-ışınları oluşur. X-ışınları her element üzerinden farklı dalga boyunda ve farklı açılarda saçılma gösterir. Edax analizleri yapı içerisinde oluşan fazların belirlenmesinde, nokta analizinde, mapping ve yüzde atomik dağılımlarının belirlenmesinde kullanılır.

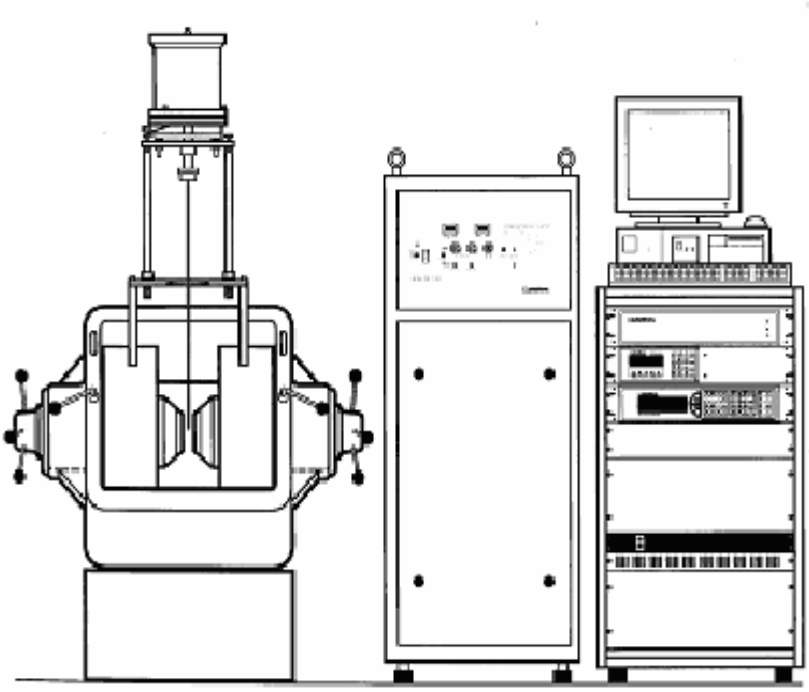
Çalışmalarımızda Edx analizleri yapılırken Leo Evo- 40xVP sistemi ile kombine edilmiş $1\mu m^2$ çözünürlüğe sahip Rontech Xflash Dedector kullanılmıştır (Altın, 2005).

3.5.4. Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T)

Isıl işlemi tamamlanmış örneklerin elektriksel özellikleri, sıcaklığın fonksiyonu olarak direncin ölçülmesi ile belirlenir. Ölçüm yapılarak numunenin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı tespit edilir. Ölçüm esnasında A.C. standart dört nokta

yöntemi kullanıldı. Kontaklar gümüş boya ile yapıldı. Silindir şeklindeki örneklere gümüş pasta uygulanarak bakır tellerle kontak yapıldı. Ölçüm sonuçlarında hatanın minimum değerde olması için kontakların aynı hat üzerinde ve mesafenin eşit olmasına dikkat edildi. Kullandığımız numuneler 290 K'den numunenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına kadar yavaşça soğutularak ölçümler alındı. Soğutma işlemi sırasında alınan veriler, doğrudan bilgisayara taşınarak sıcaklığa karşılık gelen direnç grafiği çizildi.

3.5.5. Titreşen Örnek Magnetometresi (VSM)



Şekil 3.2. Model 7304 elektromagnet LakeShore VSM sistemi.

Şekilde genel görünümü verilen VSM cihazının çalışma prensibi, belirli bir frekansta titreşen örneğin yakınında bulunan algılama bobininin akı değişimini ölçmeye dayanır (Lake Shore 7300 serisi kullanıcı el kitabı). Malzemelerin manyetik ölçümleri diğer ölçümler kadar önemlidir. Bildiğimiz gibi tüm malzemeler dışardan uygulanan bir manyetik alana karşı tepki vermektedirler. Dışardan uygulanan manyetik alan, malzeme içerisinde bir manyetizasyona neden olmaktadır. Her malzeme uygulanan alana karşı kendine özgü bir manyetizasyona sahiptir. Bu durum

malzemenin uygulanan alana karşı göstermiş olduğu duyarlılıkla ilişkilidir. Buna malzemenin duygunluğu denmektedir.

VSM ölçümlerinde uygulanan alanın, hangi sıcaklıkta uygulandığı önemlidir. Çünkü düşük sıcaklık fiziğinde kritik T_c sıcaklığının altında ve üstünde malzeme farklı özelliklere sahiptir ve bu T_c sıcaklığı faz dönüşümünün olduğu sıcaklıktır.

Ürettiğimiz örneklerin manyetik ölçümleri 7304 model LakeShore VSM sisteminde yapıldı (şekil 3.2). 9-300 K sıcaklık aralığında ve maksimum 1.45 Tesla alanda çalışan VSM sistemimiz ile istenilen sıcaklık ve manyetik alanda ölçüm yapılabilmektedir. Ölçümler 10, 15, 20, 25 K olmak üzere dört farklı sıcaklıkta ve 0-10000 Gauss manyetik alan aralığında yapıldı. Bu farklı dört sıcaklıkta malzemeye ait histeresiz eğrileri elde edildi. Ayrıca 50 Oe manyetik alan altında manyetik moment sıcaklık eğrileri de alınmıştır.

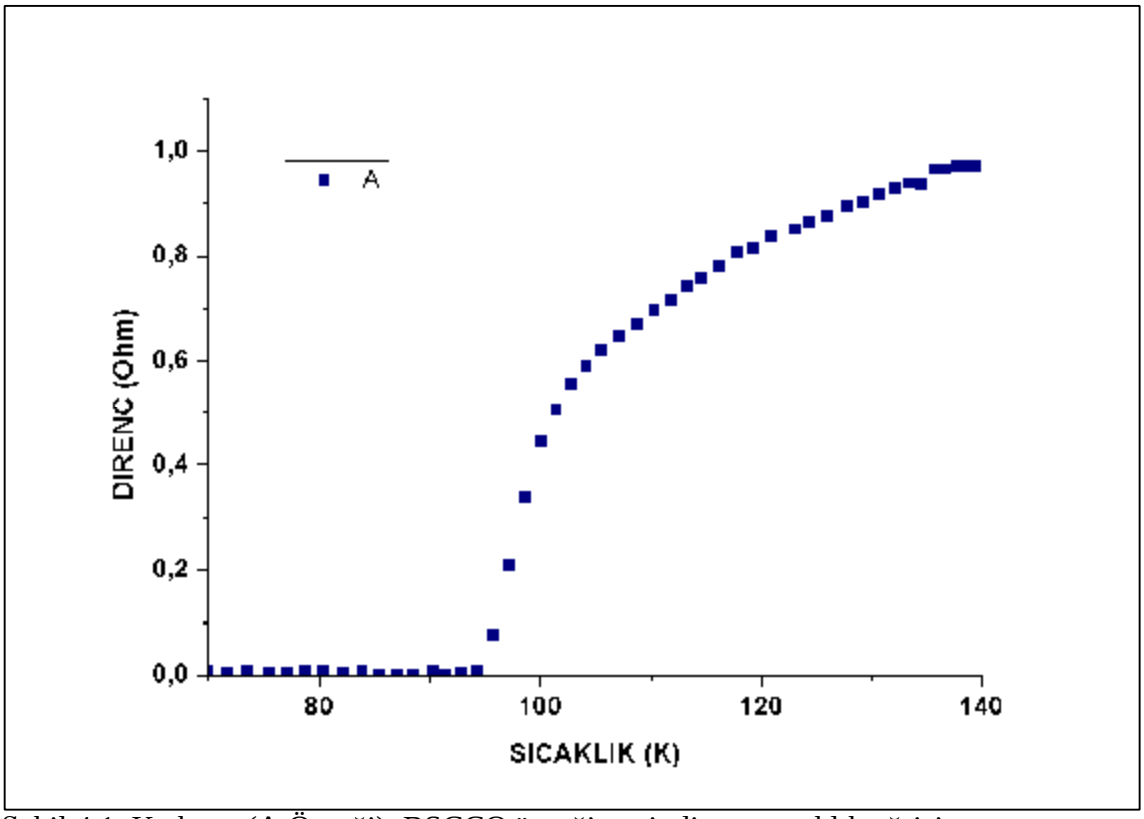
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Giriş

Bu bölümde, Ce katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ (x=0.0,0.01, 0.05, 0.1, 0,25 sırasıyla A, B, C, D, E olarak isimlendirilmiştir.) süperiletken malzemelerinin yapısal ve fiziksel özellikleri XRD difraktogramları, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) fotoğrafları, elektriksel direnç R-T ve bu verilerin kullanılmasıyla hole sayısı, kritik akım yoğunluğu J_c, histeresiz eğrileri ve M-T manyetik ölçümleri verilerinin analizleri doğrultusunda değerlendirilecektir.

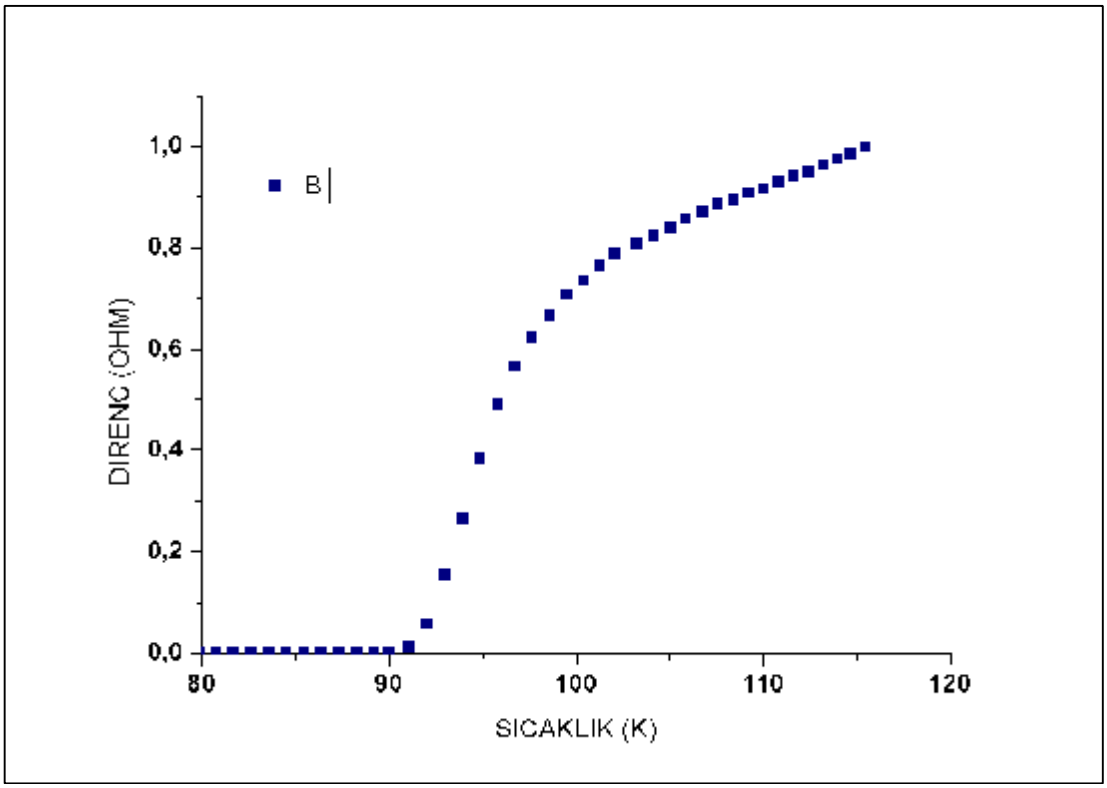
4.2. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneklerinin Elektriksel Direnç Ölçüm Sonuçları

Katı hal tepkime ve LFZ yöntemiyle hazırlanan örneklerin iletkenlik analizleri sıcaklığın fonksiyonu olarak direnç değerlerinin ölçülmesi ile elde edildi. Katkısız $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Cu_2O_{8+\delta}$ örneğine ait R-T eğrisi Şekil 4.1' de gösterilmiştir. Şekilde gösterilen katkısız örnek normalize edilerek çizilmiştir. Şekilde görülebileceği gibi katkısız örneğin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı $T_{c.onset}$ değeri yaklaşık olarak 105 K civarında iken, $T_{c.offset}$ sıcaklığı 90 K'dir. Ayrıca süperiletken hale geçiş aralığı olan $\Delta T(T_{c.onset}- T_{c.offset})$= 15 K'dir.

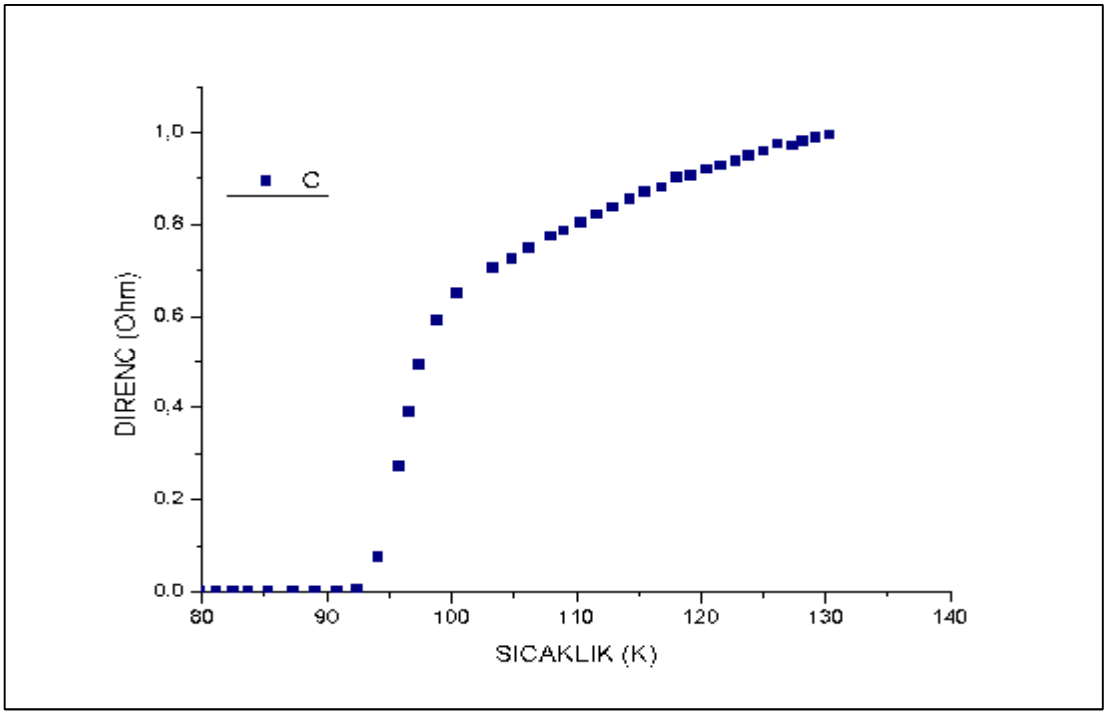


Şekil 4.1. Katkısız (A Örneği) BSCCO örneğine ait direnç-sıcaklık eğrisi.

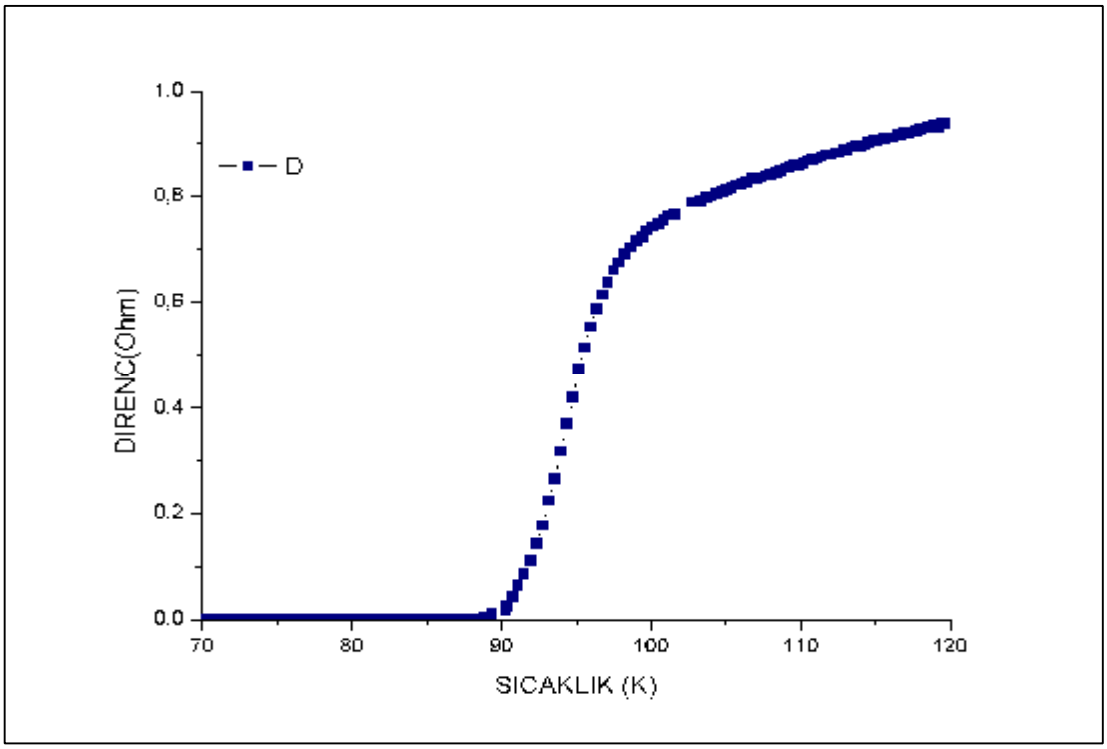
Ce katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ bileşiğinde tüm örnekler için direncin sıcaklığa bağımlı (R-T) ölçüm sonuçları normalize edilmiş olarak şekil 4.2.-5.'de görülmektedir.



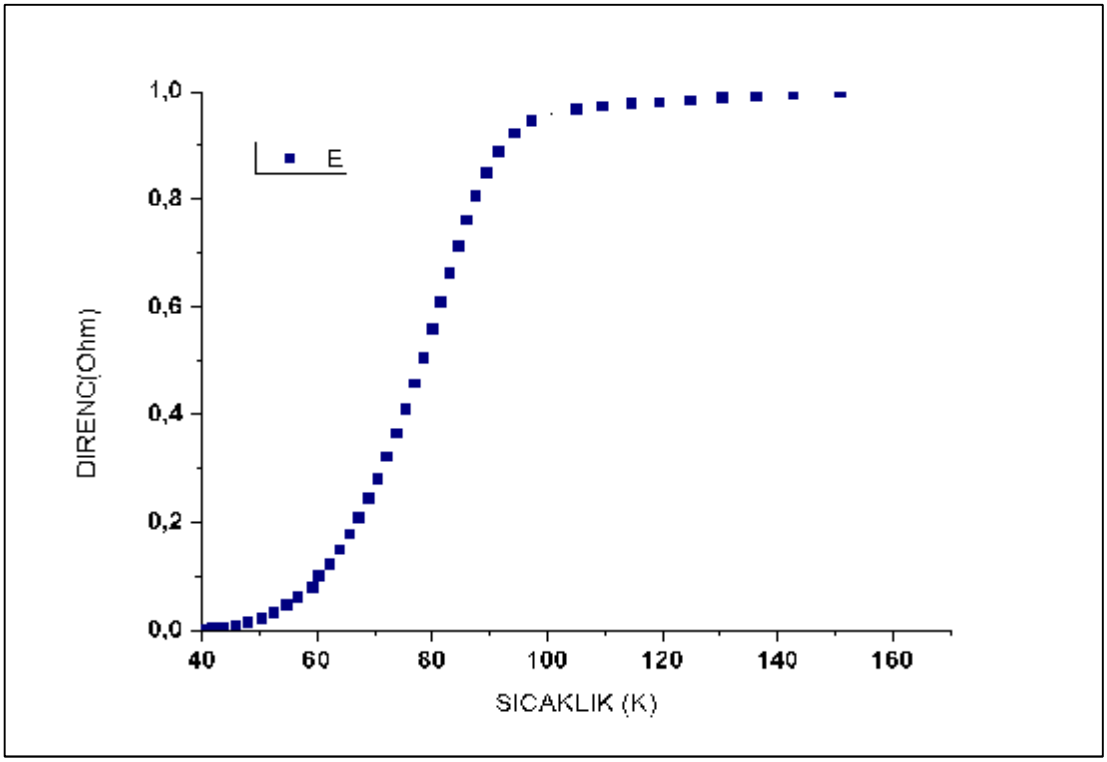
Şekil 4.2. x=0.01 (B örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi.



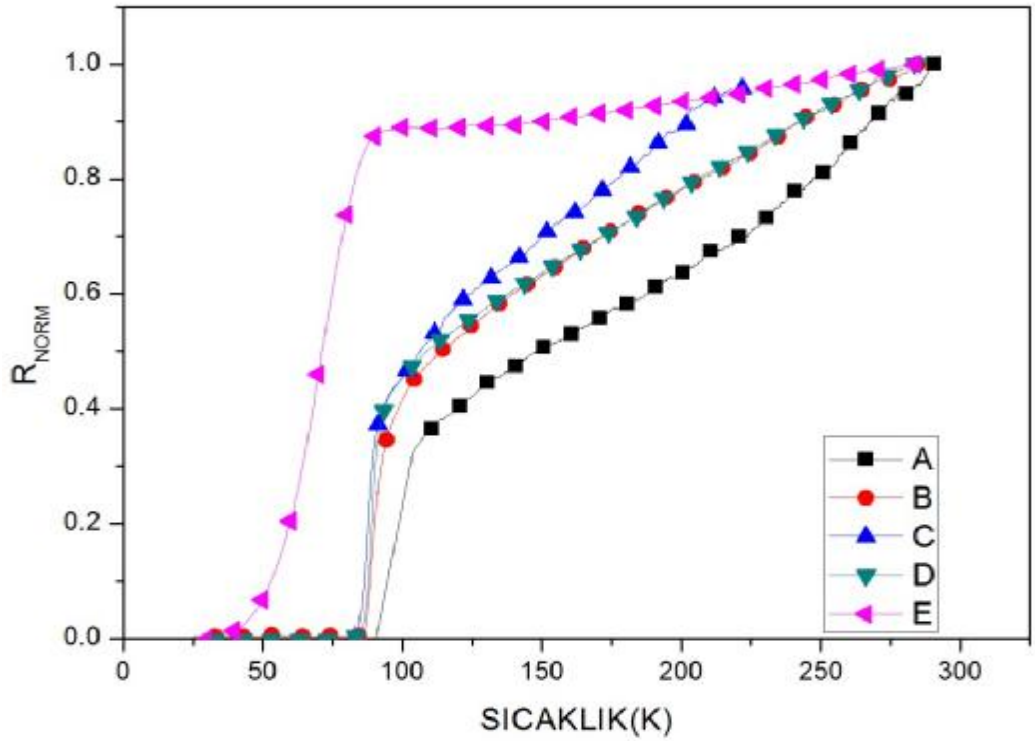
Şekil 4.3. x=0.05 (C örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi.



Şekil 4.4. x=0.1 (D örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi.



Şekil 4.5. x=0.25 (E örneği) konsantrasyonlu $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ sistemi için direnç-sıcaklık eğrisi.



Şekil 4.6. A,B,C,D ve E örneklerine ait direnç-sıcaklık eğrileri

Şekilde 4.6. 'da 25 K' den 300 K'e kadar tüm örneklerdeki elektriksel direnç-sıcaklık eğrileri verilmiştir. Bütün numunelerin sıcaklık değerleri azalırken süperiletken durumdan normal duruma geçtiğinde oda sıcaklığı değerinin altında metalik davranış gösterdiği bulundu. Buna ek olarak, tüm örneklerde süperiletken tanecikler arasında zayıf bağların olmasından dolayı geçiş sıcaklıklarında genişleyen geçiş gösterir. Diğer taraftan, tüm örneklerde tek bir faz gözlenmektedir. Direnç grafiğinden görülen bu karakteristik özelliğe göre burada sadece Bi-2212 fazının baskın faz olduğu gözlenir. Bu sonuçlar ayrıca ileride de görüleceği gibi XRD sonuçlarımız ile uyumludur.

Numunelerimizin konsantrasyonları arttırıldığında $T_{c.onset}$ ve $T_{c.offset}$ sıcaklıklarında azalma gözlenmiştir. Bu duruma bağlı olarak süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı olarak bilinen ΔT sıcaklıkları genişleme göstermiştir. ΔT değerlerinin genişlemesi, örnekler içerisindeki süperiletken tanecikler arasında küçük oranda safsızlıkların, tanecikler arasındaki boşlukların ve/veya süperiletken olmayan fazların ortaya çıkması olarak yorumlanabilir.

Çizelge 4.1. A, B, C, D ve E örneklerine ait $T_{c.onset}$ ve $T_{c.offset}$ sıcaklık değerleri ve hole sayıları.

Örnek Adı	T_c(K)	ΔT(K)	Hole sayısı, p
A	**$T_{c.onset}$=105K** **$T_{c.offset}$=90.22K**	**14.78K**	**0,144**
B	**$T_{c.onset}$=101K** **$T_{c.offset}$=86K**	**15.00K**	**0,131**
C	**$T_{c.onset}$=93K** **$T_{c.offset}$=85.1K**	**7.9K**	**0,129**
D	**$T_{c.onset}$=93K** **$T_{c.offset}$=82K**	**11.00K**	**0,123**
E	**$T_{c.onset}$=87K** **$T_{c.offset}$=57K**	**30.00K**	**0,092**

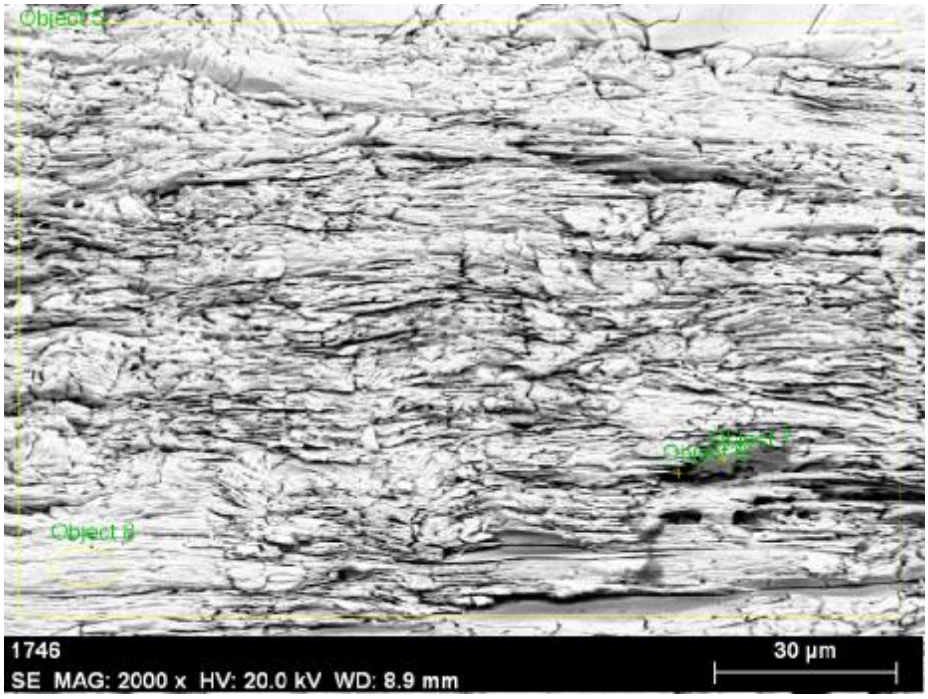
Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine katkılama yapılmasındaki amaç kritik geçiş sıcaklığını yükseltmektir. Yüksek T_c'li süperiletkenlerde, geçiş sıcaklığı T_c'nin malzemeye yapılan katkılamaya bağlılığını araştırmak, süperiletkenlik mekanizmasını anlamada temeldir. T_c' yi kontrol eden anahtar parametrelerden birinin CuO_2 tabakalarındaki p taşıyıcı yük yoğunluklarının olduğu düşünülmektedir. Hole sayısını hesaplamak için Presland Metodu kullanıldı (Presland, 1991).

$$\frac{T_c}{T_{cmax}} = 1 - 82{,}6(p - 0{,}16)^2 \qquad (4.1)$$

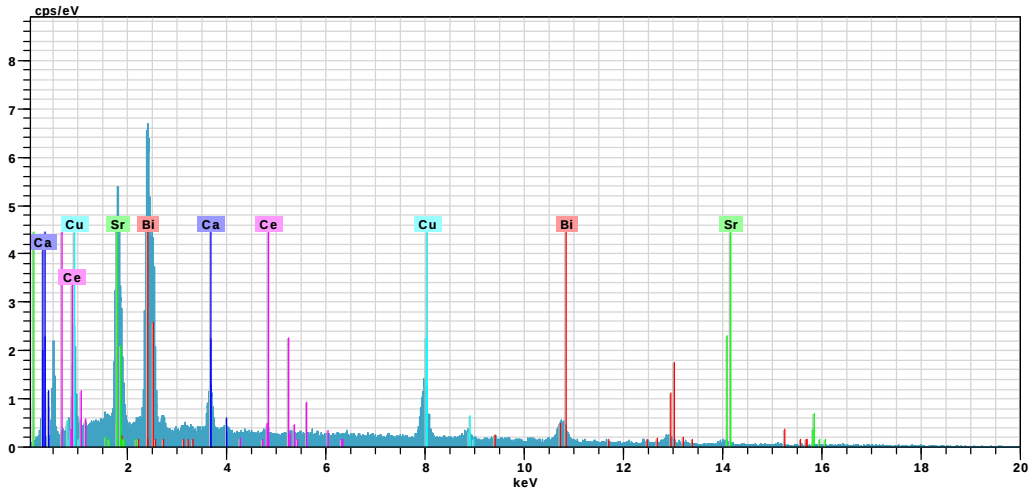
Buradaki, T_c^{max} değeri ulaşılan en yüksek T_c değeridir ve Bi-2212 fazı için 85K'dir. p ise CuO_2 tabakalarındaki birim Cu atomu başına düşen hole konsantrasyonudur. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örnekleri için hesaplanan hole sayısı, p değerleri, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı T_{conset} ve $T_{coffset}$ değerleri çizelge 4.1' de verilmektedir.

4.3. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneklerinin Elektron Mikroskobu Ölçüm Sonuçları (SEM Analizi) ve EDX Analizi Sonuçları

SEM ölçümleri sonucunda materyallerde ısıl işlemler boyunca meydana gelen çekirdeklenme, atomik yüzdeler, kristal yapıları gibi değişiklikler hakkında bilgiler almamızı sağlamaktadır. SEM analizi bölümünde, elde edilen numuneler, ısıl işleme tabi tutularak yapılarında ne gibi değişikliklerin meydana geldiği yapılan ölçümler ile analiz edildi. Katkısız BSCCO ve Ce katkısı ile üretilen $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örneklerin SEM fotoğrafları Şekil 4.7-11.'de görülmektedir. SEM analizi, 1 cm'lik ölçek 30 μm'yi gösterecek şekilde ve 2000 kez büyütülerek yapılmıştır.

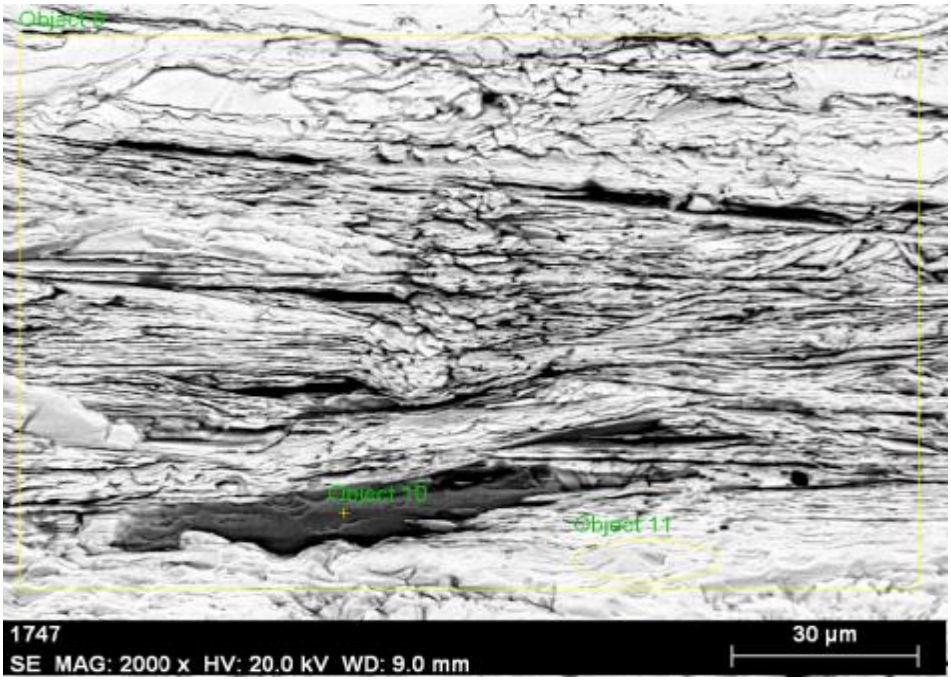


Şekil 4.7. A Katkısız BSCCO örneğine ait SEM fotoğrafı

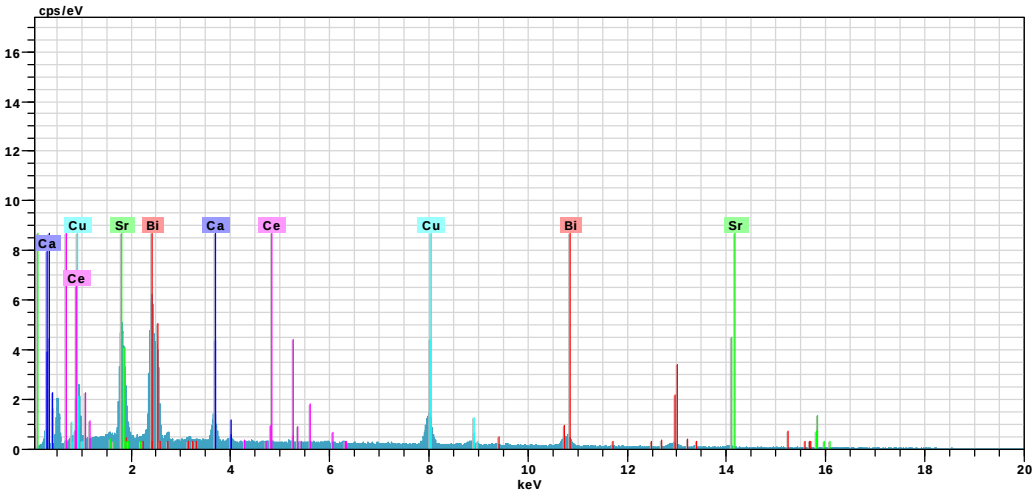


Şekil 4.8. A örneğine ait EDX analizi

Katkısız BSCCO örneğine ait SEM fotoğrafları ve EDX sonuçları şekil 4.7. ve 4.8.' de görülmektedir. EDX analizleri yardımı ile hesaplamalar yapılarak tüm bölgeye bakıldığı zaman Bi-2212 fazının oluştuğu gözlenmektedir. Koyu gri olan bölgeye bakıldığında Bizmutsuz ana katılaşma fazı ortaya çıkmaktadır. Bu da bize $(Sr,Ca)CuO_2$ bileşiğini işaret etmektedir. Bu faz çubuğun eksen boyunca iyi bir yönelime sahip olduğunu işaret eder. Gri olan bölgede Bi-2212 fazına rastlanmaktadır. Küçük siyah noktalar da bize CaO fazını gösterir ve bu fazın yapının içerisinde bulunan Bizmut zengini fazı bozduğu görülebilir.

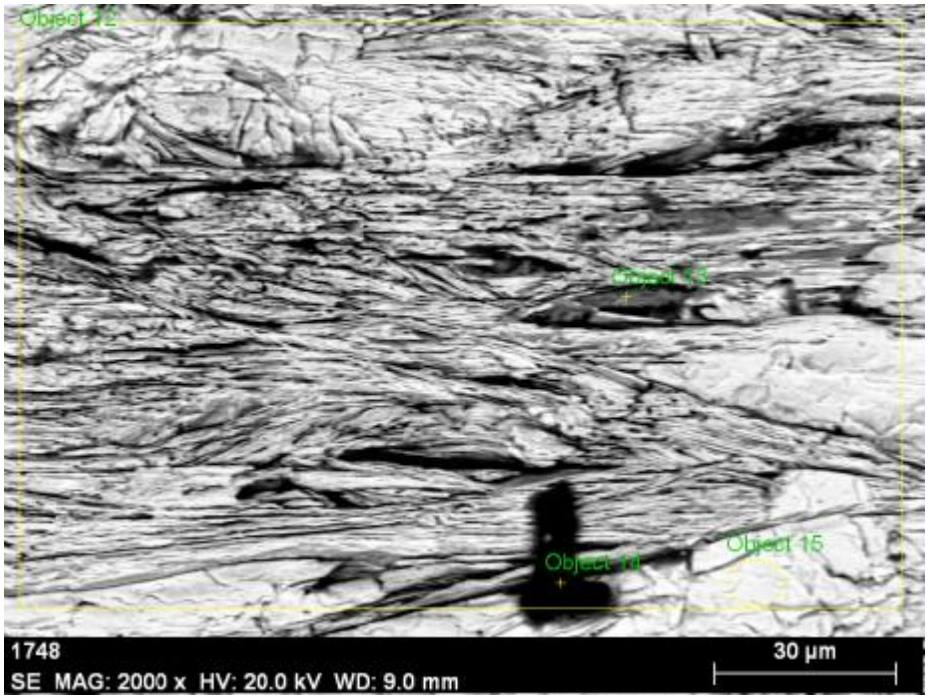


Şekil 4.9. B örneğinin SEM fotoğrafı

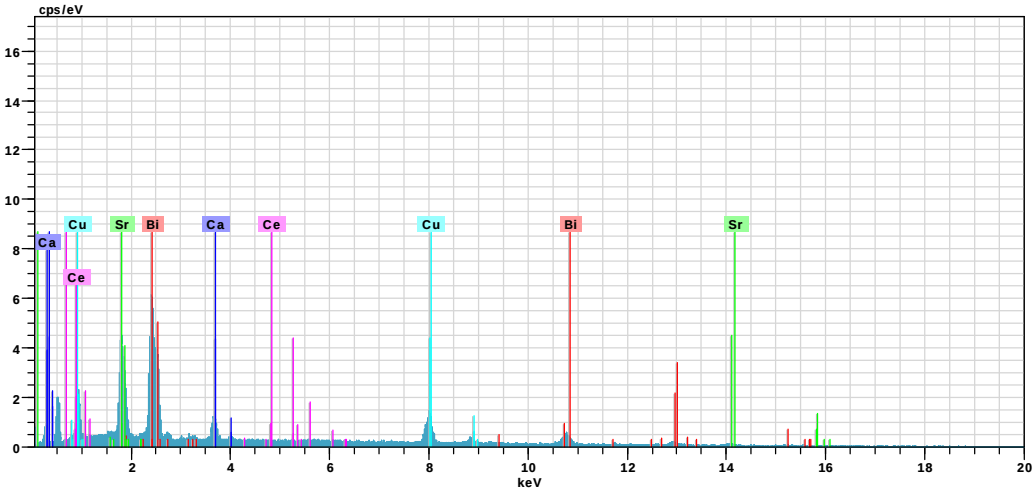


Şekil 4.10. B örneğine ait EDX analizi

x=0.01 katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ örneğine ait SEM fotoğrafları ve EDX sonuçları şekil 4.9. ve 4.10.' da görülmektedir. EDX analizleri yardımı ile tüm bölgeye bakıldığı zaman Bi-2212 fazının oluştuğu gözlenmektedir. Gri olan bölgede EDX sonuçları ile de kıyaslandığında 2212 fazına rastlanmıştır. Aynı şekilde koyu gri olan bölgeye bakıldığında Bizmutsuz ana katılaşma fazı ortaya çıkmaktadır. Bu numunede de gözlenen siyah noktalar da bize CaO fazını gösterir.

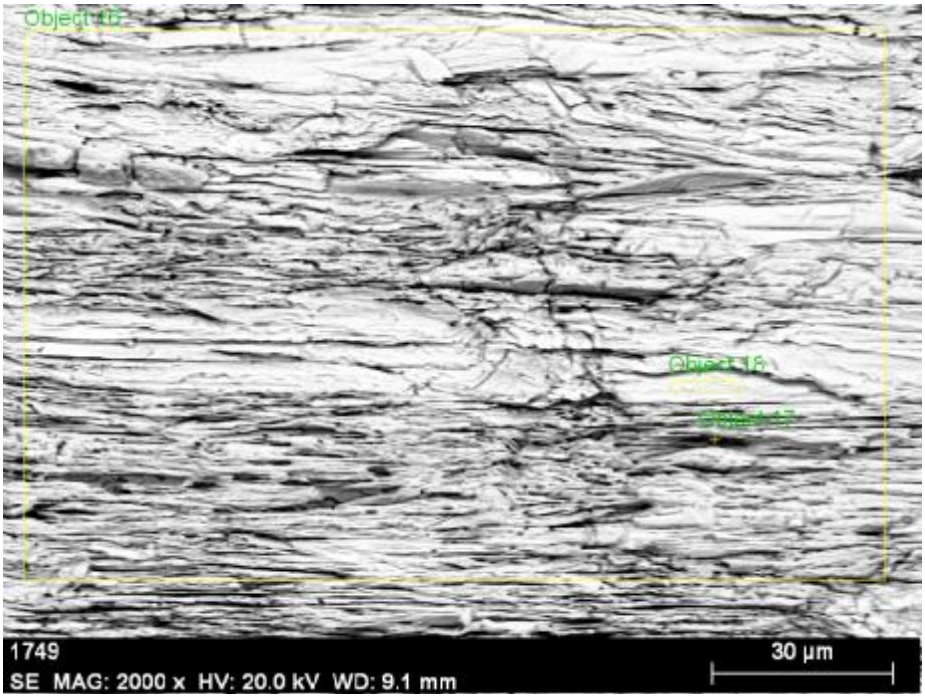


Şekil 4.11. C örneğinin SEM fotoğrafı

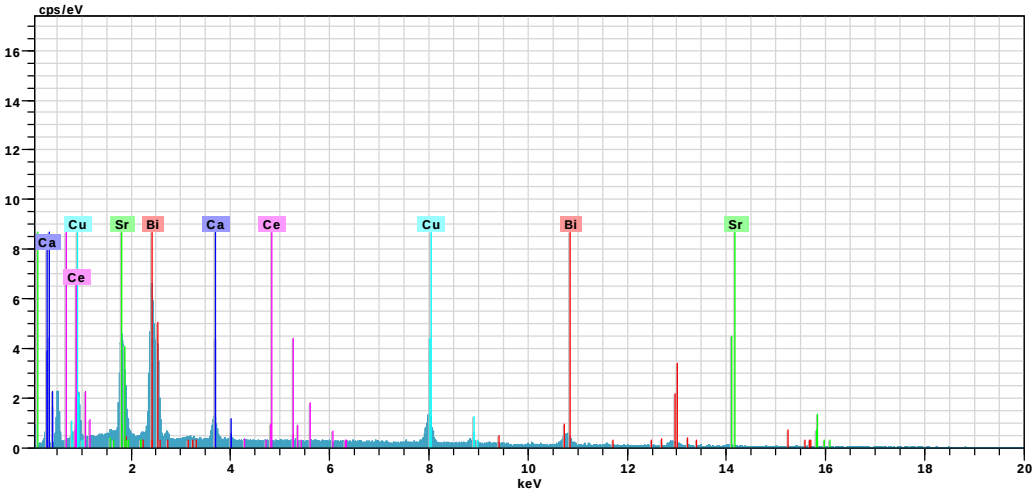


Şekil 4.12. C örneğine ait EDX analizi

x=0.05 katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ örneğine ait SEM fotoğrafları ve EDX sonuçları şekil 4.11. ve 4.12.'de görülmektedir. Diğer sonuçlarda da olduğu gibi tüm bölgeye bakıldığı zaman Bi-2212 fazının oluştuğu gözlenmektedir. Yapıdaki siyah noktalarda artma gözlemlenmiştir. Bu da yapının giderek bozulduğunu göstermektedir. Gri olan bölgede 2212 fazına rastlanırken koyu gri olan bölgede Bizmutsuz faza rastlanmıştır.

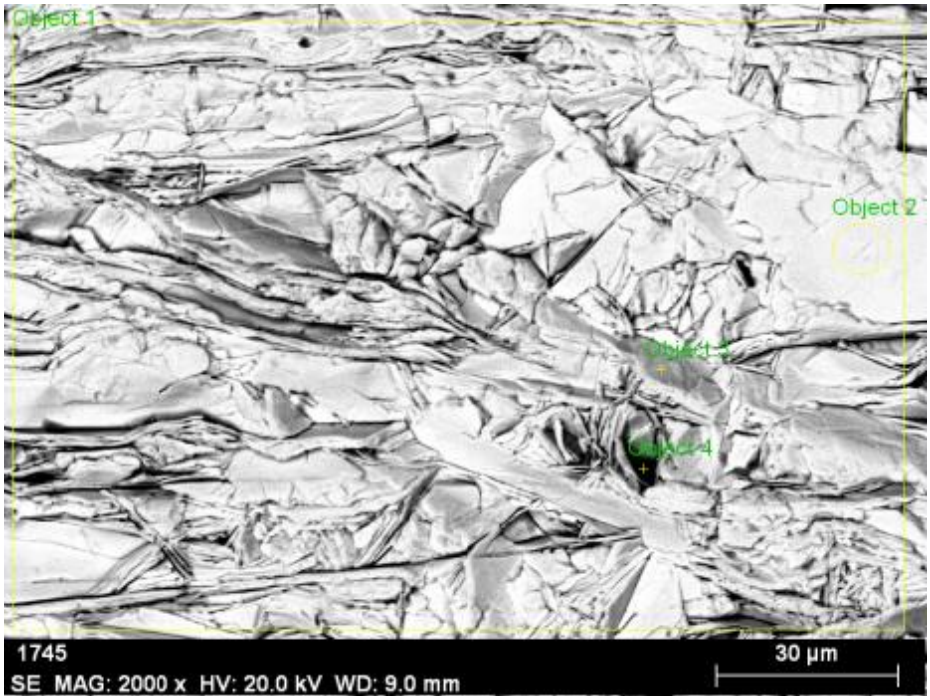


Şekil 4.13. D örneğinin SEM fotoğrafı

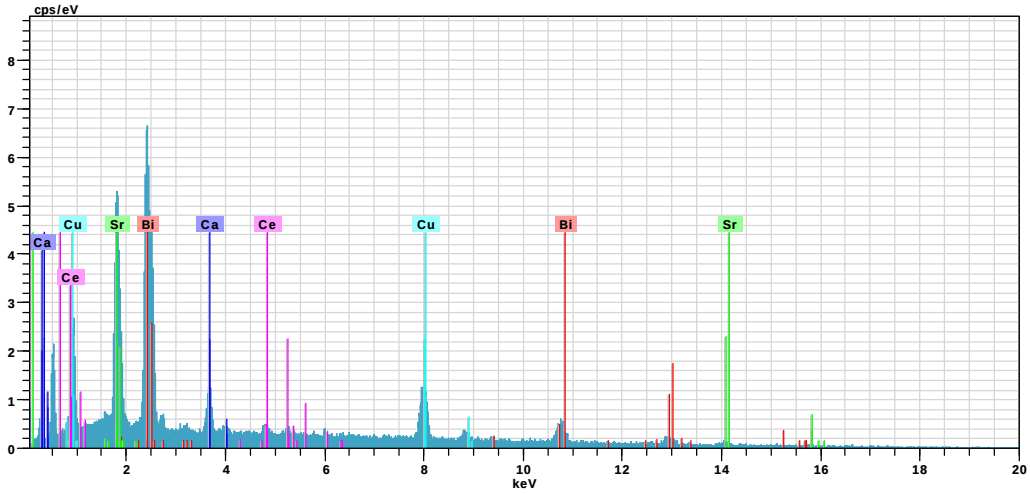


Şekil 4.14. D örneğine ait EDX analizi

x=0.1 katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ örneğine ait SEM fotoğrafları ve EDX sonuçları şekil 4.13. ve 4.14.' de görülmektedir. Diğer sonuçlarda da olduğu gibi tüm bölgeye bakıldığı zaman Bi-2212 fazının oluştuğu gözlenmektedir. Gri olan bölgede 2212 fazına rastlanırken koyu gri olan bölgede Bizmutsuz faza rastlanmıştır.



Şekil 4.15. E örneğinin SEM fotoğrafı



Şekil 4.16. E örneğine ait EDX analizi

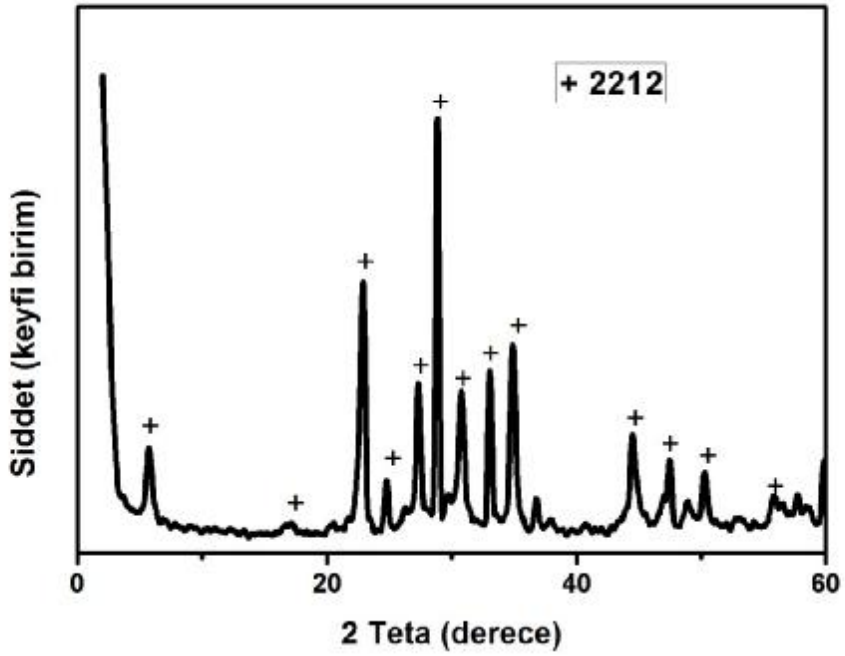
x=0.25 katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ örneğine ait SEM fotoğrafları ve EDX sonuçları şekil 4.15. ve 4.16.' da görülmektedir. Tüm bölgenin EDX sonuçlarına bakıldığı zaman Bi-2212 fazının oluştuğu gözlenmektedir. Katkılama miktarı arttıkça yapıda bozulmalar ortaya çıkmıştır. Gri olan bölgede Bi-2212 fazına rastlanırken koyu gri olan bölgede Bizmutsuz faza rastlanmıştır. Açık gri fazlarda Bizmutca zengin sıvının hızlı katılaşmasına işaret eder ki bu süreci başlangıç $(Ca_{1-x}Sr_x)CuO_2$

çekirdeklenmesi izler. Dahası bu eğilimlerden büyütülen taneciklerin başlıca Bizmutca zengin ana fazın katılaşma fazı olduğuna karar verilebilir.

Tüm örneklere ait EDX analizleri sonuçlarında oran orantı yöntemi kullanılarak hesaplanan verilere göre x=0 konsantrasyonu için $Bi_{2.3}Sr_{1.8}Ca_{0.6}Cu_{2.05}$ yapısının oluştuğu görülmektedir. x=0.01 konsantrasyonu için $Bi_2Sr_2Ca_{0.8}Ce_{0.1}Cu_{1.9}$, x=0.05 konsantrasyonu için $Bi_{2.3}Sr_{1.7}Ca_{0.9}Ce_{0.1}Cu_{1.8}$, x=0.1 konsantrasyonu için $Bi_{2.3}Sr_{1.7}Ca_{0.8}Ce_{0.1}Cu_{1.9}$, x=0.25 konsantrasyonu için $Bi_{2.1}Sr_{2.1}Ca_{0.6}Ce_{0.2}Cu_{1.9}$ rastlanmaktadır.

4.4. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin X-Işınları Difraksiyonu Sonuçları

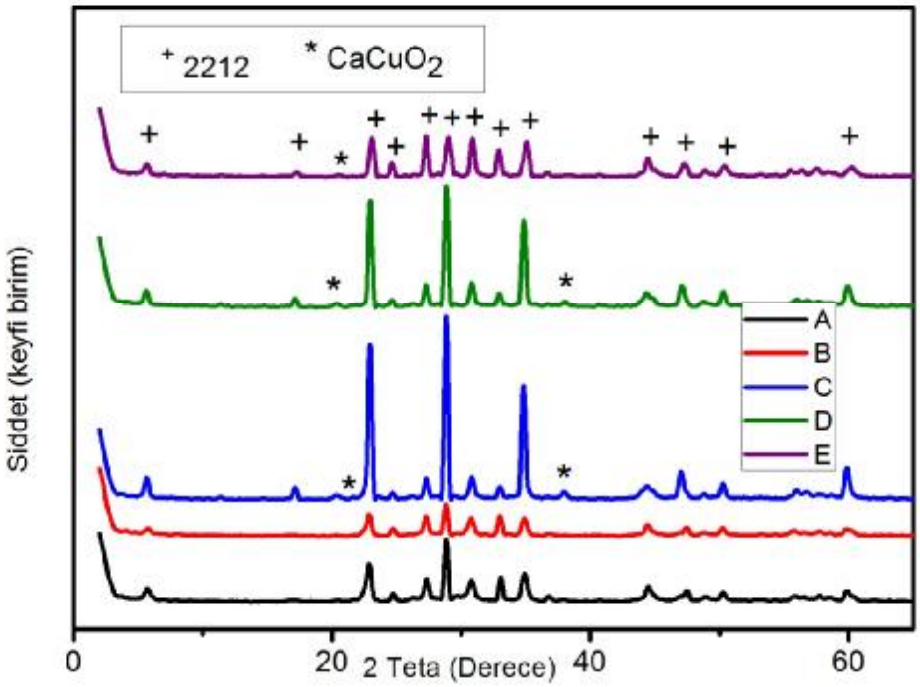
Süperiletken malzemelerin kristal yapısını incelemek için X-ışınları difraksiyon analizini kullanmak kolaylık sağlamaktadır. Hazırlamış olduğumuz numunelerin tüm kristalleşme olaylarını XRD ile analiz edebiliriz. Bu analizler, işlem süresince numunelerde değişik kristal fazların ortaya çıkmasındaki ardışıklığın belirlenmesinde ve uygun sıcaklık şartlarını tanımlamakta da büyük yararlar sağlar. Şekil 4.17.' de katkısız $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örneğine ait XRD sonuçları verilmiştir.



Şekil 4.17. Katkısız Bi-2212 süperiletken örneğine ait XRD sonuçları.

$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ bileşiğine ait oda sıcaklığında kaydedilen A, B, C, D ve E (x = 0.0, 0.01, 0.05, 0.1 ve 0.25) örneklerinin X ışınları kırınım desenleri şekil 4.18.' de gösterilmektedir. Şekillerden de anlaşıldığı gibi Bi-2212 fazı baskın fazdır. 2212 fazının karakteristik $2\theta=5.7^o$, 24.8^o, 27.5^o, 31.1^o ve 35^o'de piklerine rastlanılmıştır. Ancak $CaCuO_2$ gibi safsızlık fazıda numunede katkılama miktarı arttıkça ortaya çıkmaktadır. Tüm örneklerin kristal simetrisi tetragonal olarak bulunmuştur. Örneklerin birim hücre parametreleri çizelge 4.2. ' de gösterilmektedir. Çizelgede verilen değerler dikkatli bir şekilde incelendiğinde artan Ce konsantrasyonu ile a,b parametrelerinde düzgün bir artış, c parametresinde de düzgün bir azalış görülmektedir. Bu da kristalin a,b düzlemi boyunca genişlediğini ve c-ekseni boyunca da küçüldüğünü işaret etmektedir. Piklerin karakterizasyonu Maeda ve arkadaşlarının (1990) verdikleri X-ışını kırınım desenlerini ile karşılaştırılarak yapılmıştır. Düşük sıcaklık Bi-2212 ve kirlilik fazlarının hacimsel oranlarına rastlanmıştır.

Sonuçlardan görüldüğü gibi A ve B numunelerinde Bi- 2212 fazı tek faz olarak görülmüştür.



Şekil 4.18. x=0.0 (A örneği), x=0.01 (B örneği), x=0.05 (C örneği), x=0.1 (D örneği) ve x=0.25 (E örneği) örneklerinin XRD sonuçları.

Çİzelge 4.2. A, B, C, D, E örneklerinin birim hücre parametreleri ve ortalama tanecik boyutları.

Örnek Adı	**a=b (Å)**	**c(Å)**	**L_{hkl} (Å)**
A	3.829046	30.951832	371.1558
B	3.819227	30.910264	316.6721
C	3.823152	30.902358	369.4831
D	3.830047	30.890014	337.5532
E	3.831934	30.889336	332.2901

Numunelerin kristal büyüklükleri Debye-Scherrer eşitliği kullanılarak,

$$L_{hkl} = 0.9\,\lambda / \beta \cos\theta \qquad (4.2.)$$

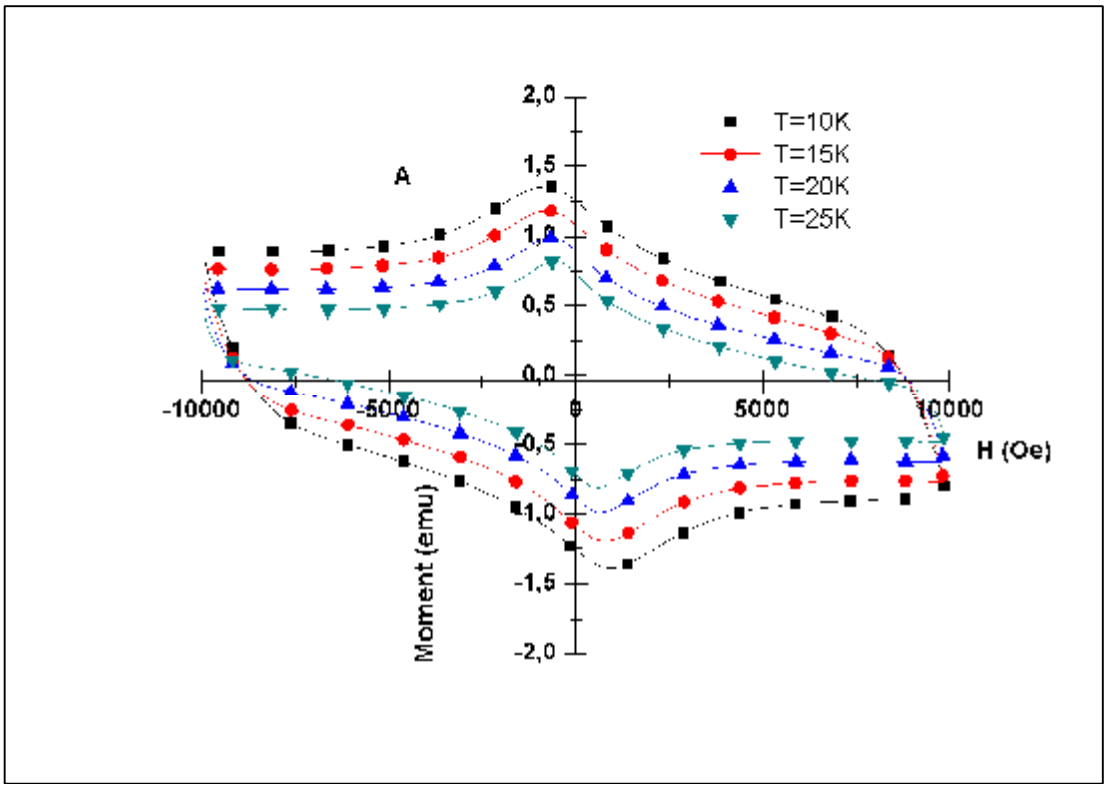
hesaplanmıştır [B. D. Cullity, Element of X-ray Diffraction, Addition–Wesley, Reading, MA,1978]. Burada L_{hkl}; Ortalama kristal büyüklüğü, λ; kullanılan x-ışını kaynağının dalga boyu, β; x-ışını desenlerindeki piklerin yarı yükseklik pik genişliği (Full Width Half Maximum, FWHM) ve θ; pik açısıdır. Kristal büyüklükleri çizelge 4.2' de verilmektedir. Kristal büyüklükleri malzemenin kristal kalitesi ile ilgili bilgi edinmemize yardımcı olur. XRD ile elde edilen kırınım pikinin yarı yükseklik pik genişliği ile ters orantılıdır. Kırınım pikinin dar olması kristal büyüklüğün büyük olmasını sağlayacaktır. Bu sayede kristalin kaliteli bir yapıya sahip olduğunu gösterecektir. Çizelgeden de görüldüğü üzere x değerlerinin artması ile birlikte ortalama kristal büyüklükleri azalmaktadır. Ce^{+3} iyonlarının yerine göre oksijen değişimi bu azalmaya neden olabilir. Bu sonuç da R-T ve SEM fotoğraflarıyla desteklenmektedir.

4.5. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin D.C. Magnetik Ölçümleri

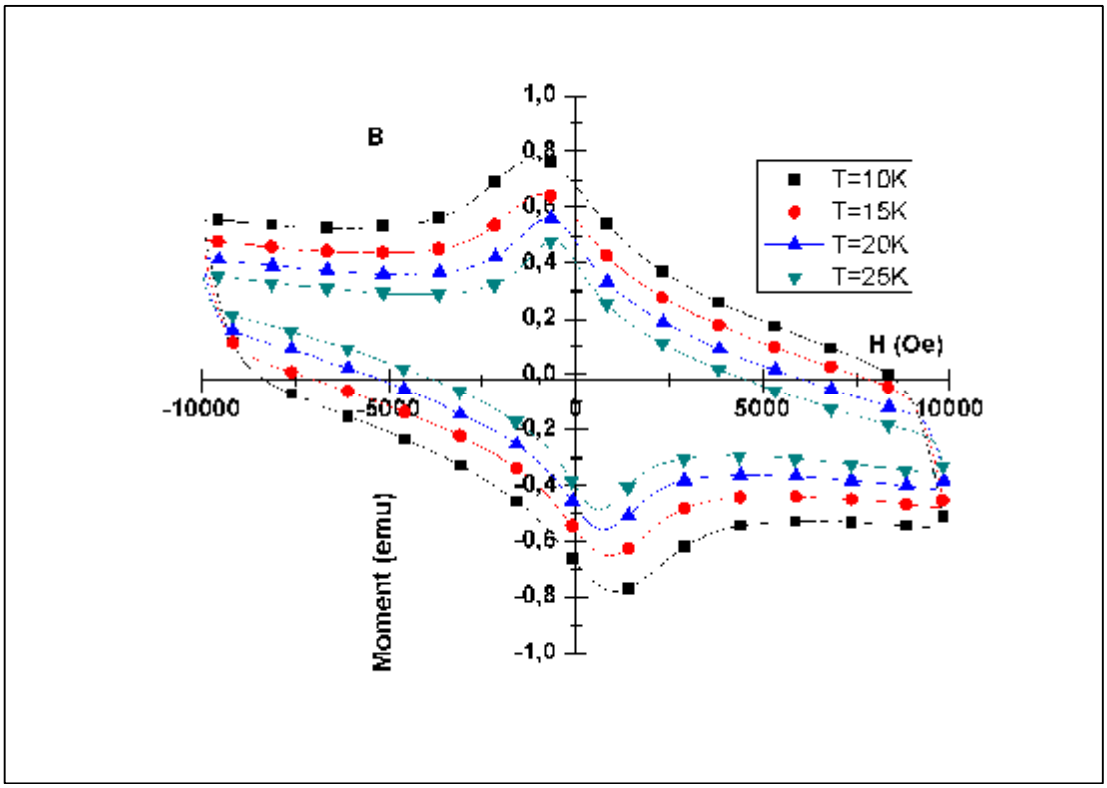
Ce katkılı örneklere ait magnetik histeresiz ölçümleri; A, B, C, D ve E örnekleri için 10K, 15K, 20K ve 25K olmak üzere dört farklı sıcaklıkta yapıldı. Bu örneklere ait histeresiz eğrileri, sırasıyla, Şekil 4.19.-23.' de gösterilmiştir. M-H eğrileri sıfır alan soğutmalı olarak elde edilmiştir. Ölçümler sırasında örneklerin boyutları hesaplanarak emu/cm^3 cinsinden manyetizasyonun uygulanan alan ile değişimleri çizilmiştir. Artan sıcaklık değerleri ile birlikte magnetizasyon değerlerinde azalma gözlenmiştir. Bu durum yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerindeki genel karakteristik bir özelliktir. Tüm histeresiz eğrileri 0-1T manyetik alan aralığında ölçülerek yapılmıştır.

Süperiletken malzemeler diamanyetik özellik gösterirler. Malzemeler üzerinde uygulanan alanla vorteks akımları meydana gelir. Oluşan bu vorteks akımları numune içine manyetik alanın sızmasını engeller. H_{c1}'e kadar uygulanan manyetik alan numune içine sızmaz. Uygulanan alan arttıkça belli bir değerden sonra numune içine sızar. Bu durumdan sonra da manyetizasyon değeri azalmaya başlar ve H_{c2}'de sıfır olur. Uygulanan manyetik alan azaltılmaya başladığı zaman akı profil ters döner ve manyetizasyon pozitif yönde değişir. Manyetik alan sıfıra indirildiğinde

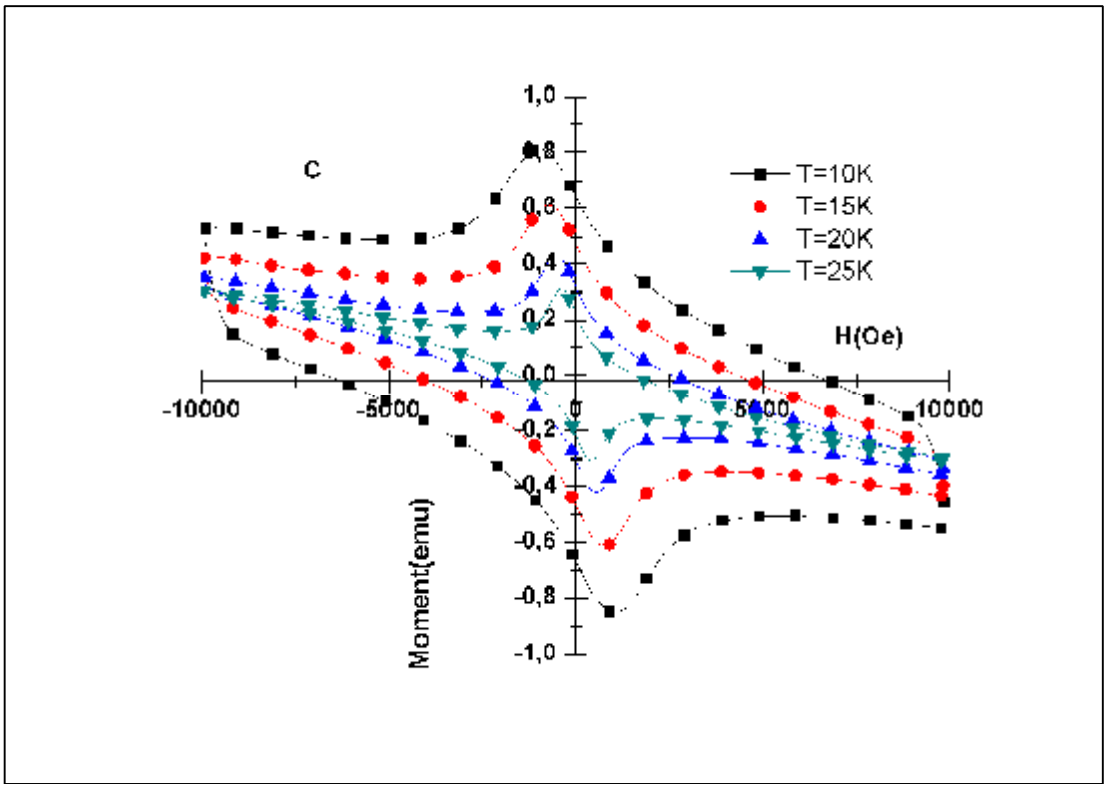
tuzaklanan akıdan dolayı kalıcı bir manyetizasyon oluşur (Orlando, Delin, 1991). Bu durumda tersinmez bir M-H eğrisi oluşur. Sıfır alandaki manyetizasyon değeri ne kadar büyük ise tuzaklanan akı değeri o kadar büyük olur. Şekil 4.24-4.27' de A,B,C,D ve E örneklerinin T=10, 15, 20 ve 25 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri birlikte verilmiştir.



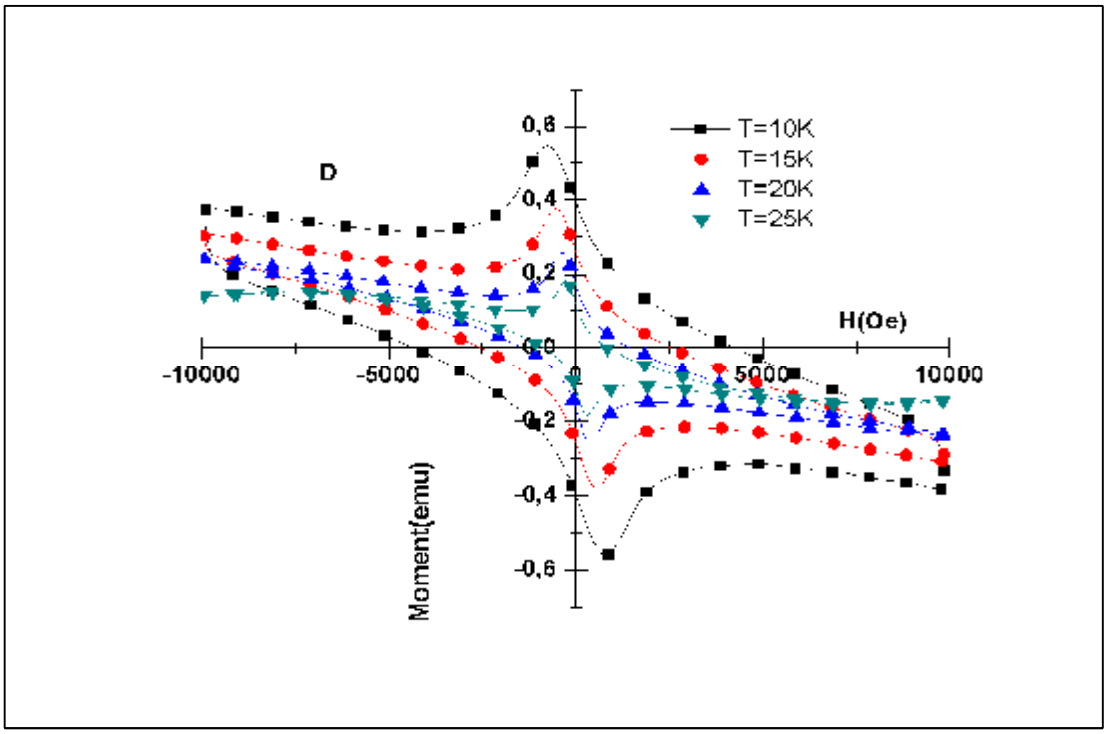
Şekil 4.19. A örneğine ait histeresiz eğrileri.



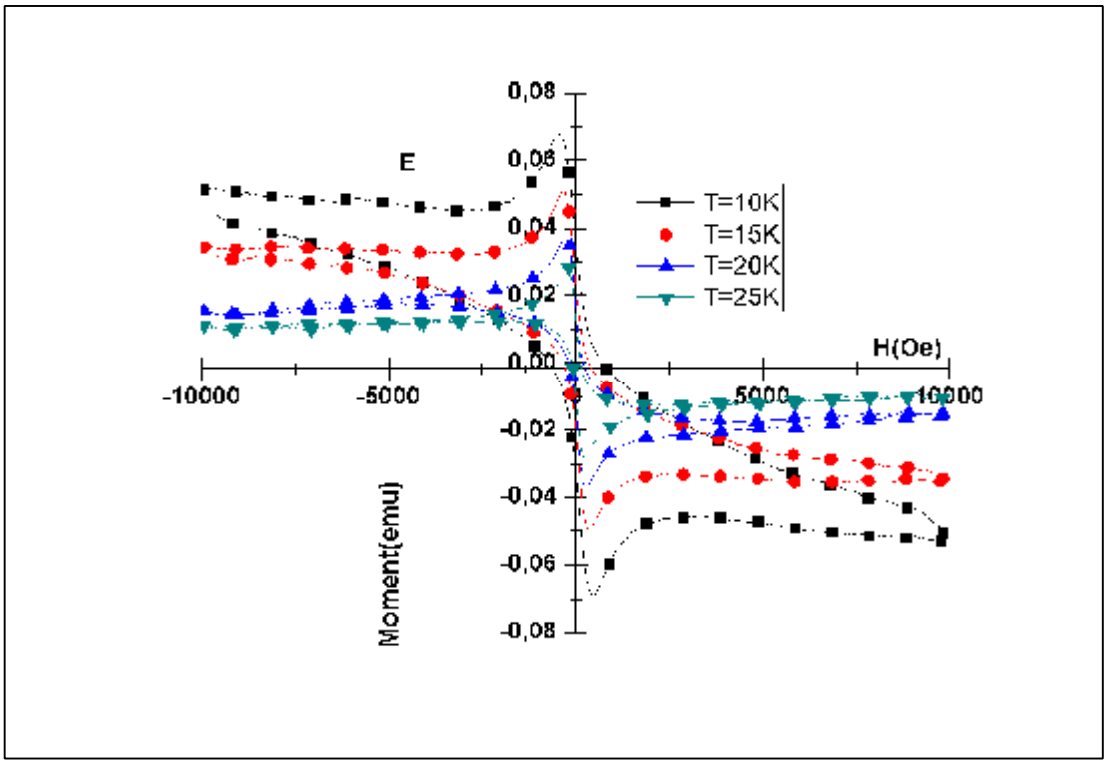
Şekil 4.20. B örneğine ait histeresiz eğrileri.



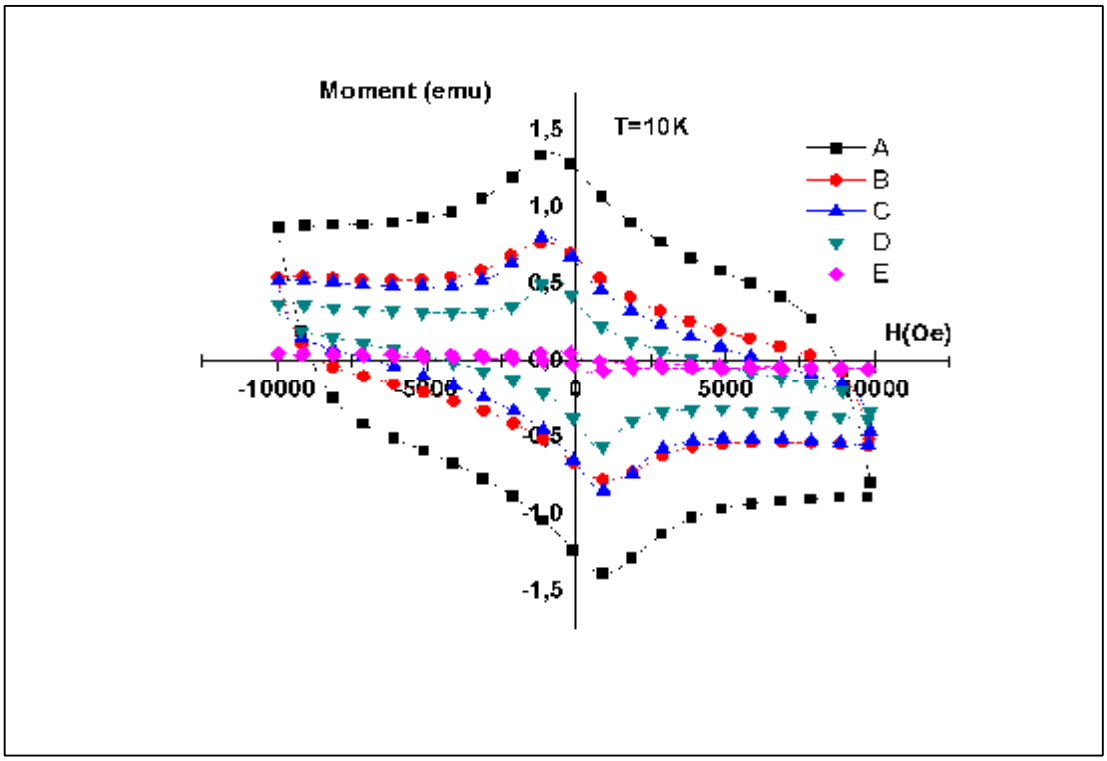
Şekil 4.21. C örneğine ait histeresiz eğrileri.



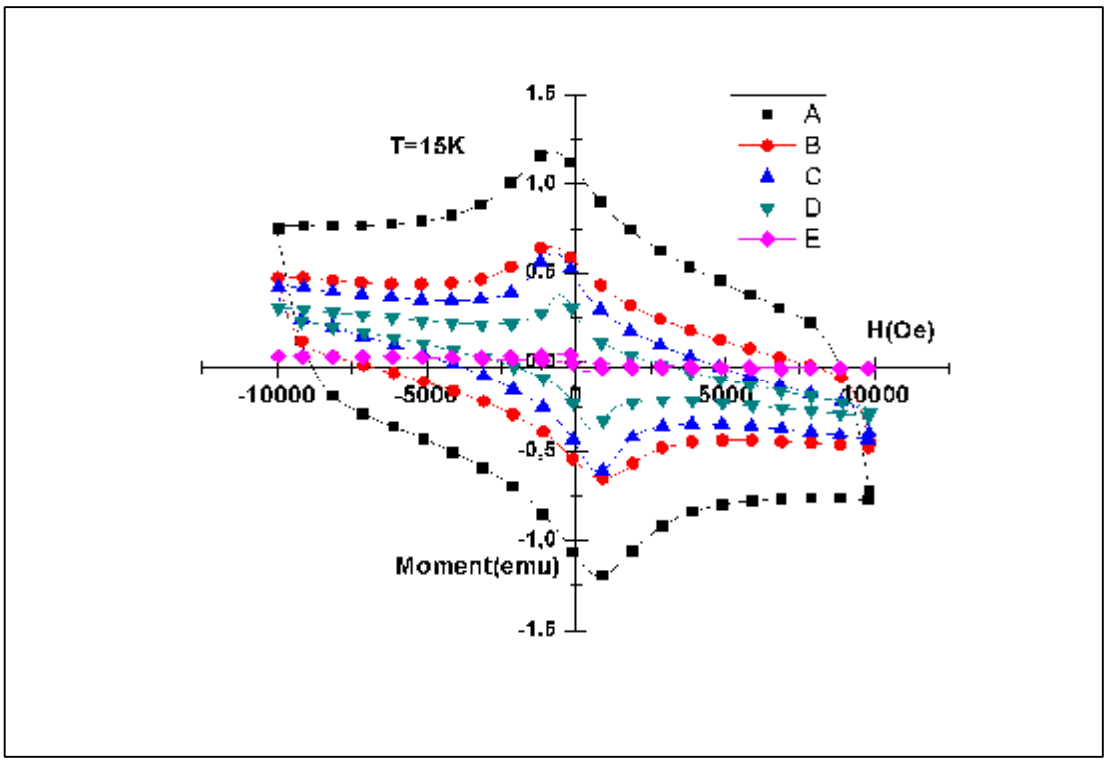
Şekil 4.22. D örneğine ait histeresiz eğrileri.



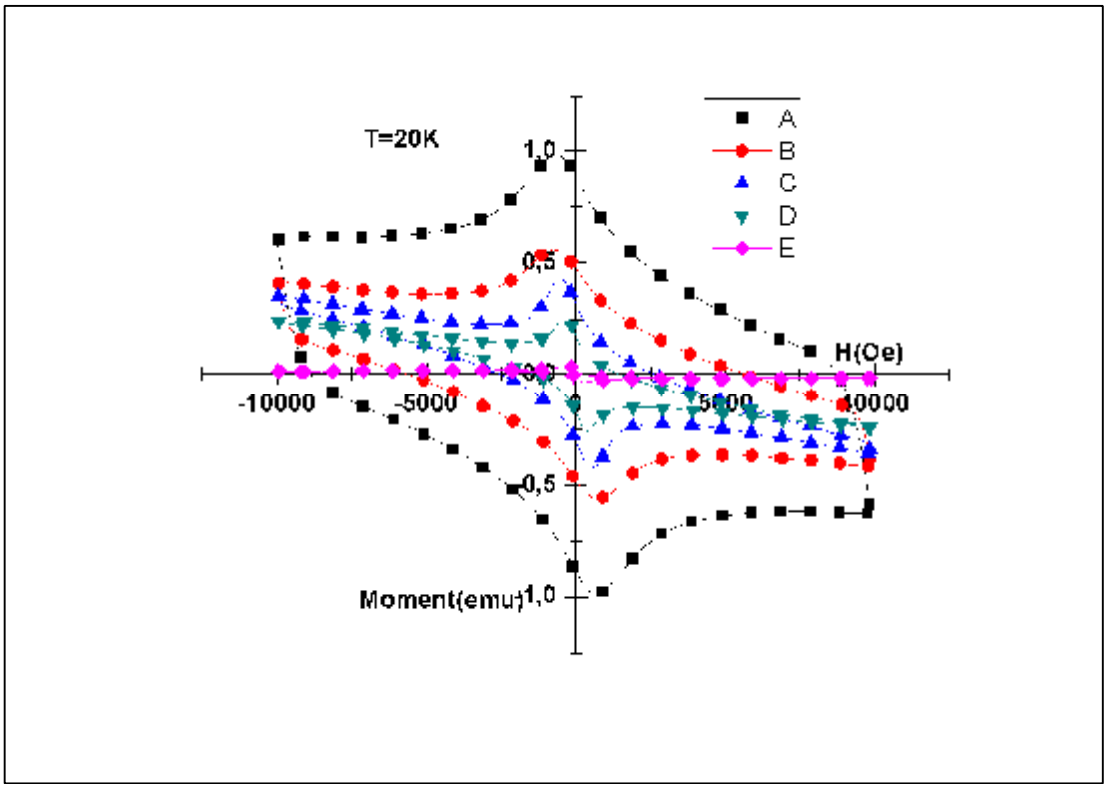
Şekil 4.23. E örneğine ait histeresiz eğrileri.



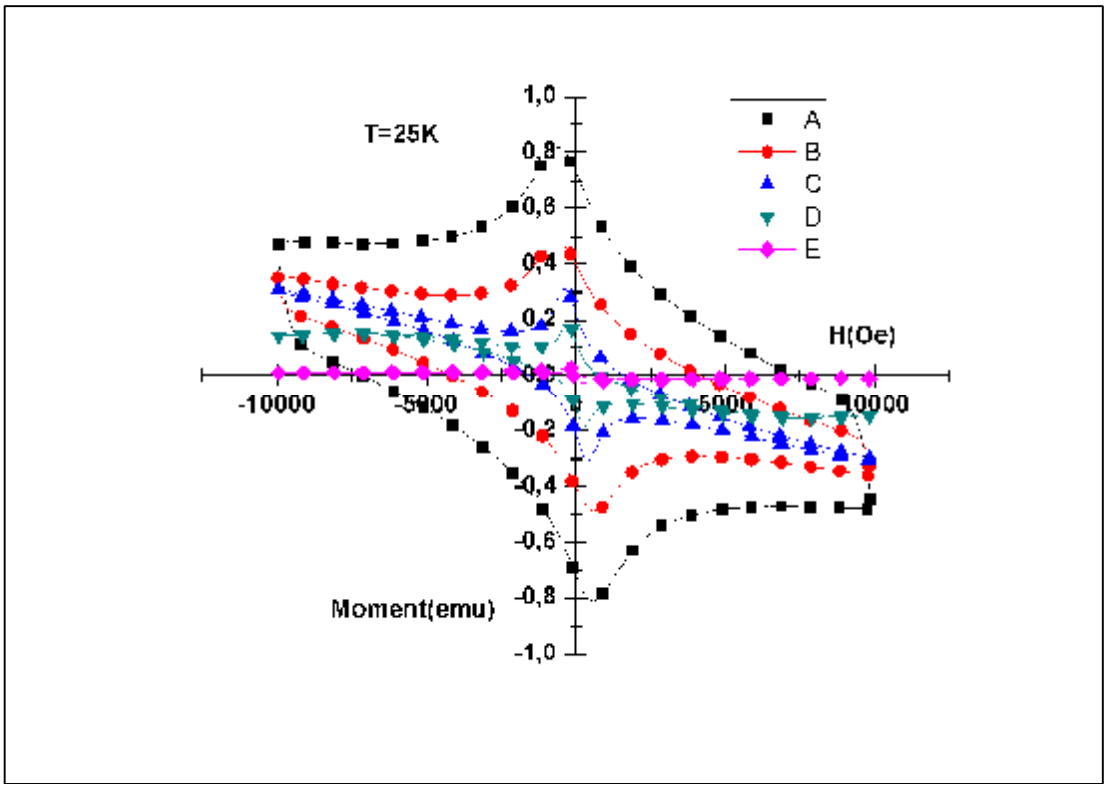
Şekil 4.24. A, B, C , D , E örneklerine ait 10 K' de elde edilen histeresiz eğrileri.



Şekil 4.25. A, B, C , D , E örneklerine ait 15 K' de elde edilen histeresiz eğrileri



Şekil 4.26. A, B, C , D , E örneklerine ait 20 K' de elde edilen histeresiz eğrileri.



Şekil 4.27. A, B, C , D , E örneklerine ait 25 K' de elde edilen histeresiz eğrileri.

Histeresiz eğrilerinin alan boyutları, artan sıcaklık değerleriyle azalmıştır. Ölçümler 10 K değerinden 15 K, 20 K ve 25 K değerlerine çıkartıldığı zaman histerisiz eğrilerinin içindeki alan ve manyetizasyon değerinde azalma gözlenmiştir. Bu durumu Cooper çiftlerinin sayısının sıcaklık artışına bağlı olarak azalması şeklinde açıklayabiliriz. Tüm sıcaklık değerleri için M-H eğrilerinin simetrik olduğu görülmektedir. Bu da bize örneklerin kristal özellikleri açısından iyi bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

Pozitif ve negatif bölgedeki mıknatıslanma büyüklüğü yani $\Delta M(H,T) = (M^- - M^+)$ artan sıcaklıkla birlikte daha da küçülmüştür. Burada M^+ ve M^- sırasıyla, uygulanan H_a magnetik alanın sabit değerinde mıknatıslanmadaki pozitif ve negatif manyetizasyon değerlerini göstermektedir.

Bean kritik durum modeline göre, mıknatıslanma ΔM(H, T)'deki bu fark, süperiletken malzemenin J_c(H, T) kritik akım yoğunluğuyla doğrudan orantılıdır (Bean, 1947). M-H eğrileri kullanılarak kritik akım yoğunluğunu Bean Modeli ile hesaplamak mümkündür.

Örneklere ait magnetik kritik akım yoğunluğu denklem (4. 3.)' de verilen

$$\vec{J_c} = 30\Delta M/d \qquad (4.\ 3.)$$

formülüne göre hesaplanmış ve Şekil 4.28-4.32' de verilmiştir. Burada d malzemenin çapıdır. $\Delta M = M_+ - M_-$ (M- H eğrisinde M_+ pozitif manyetizasyon, M_- negatif magnetizasyondur. Grafiklerden de görüleceği gibi, kritik akım değerleri artan sıcaklık ve alan değerleriyle azalmaktadır. Tüm örnekler için T=10 K' deki J_c değerlerinin uygulanan alana bağımlılığı Şekil 4.33' te gösterilmiştir. Grafikten de görüleceği gibi J_c-H davranışında herhangi bir anormallik gözlenmemiş olup, T=10 K' deki J_c değeri $2{,}6 \times 10^5$ A/cm^2' dir.

Bean Modeli kullanılarak elde edilen kritik akım yoğunlukları çizelge 4. 3.' te gösterilmektedir.

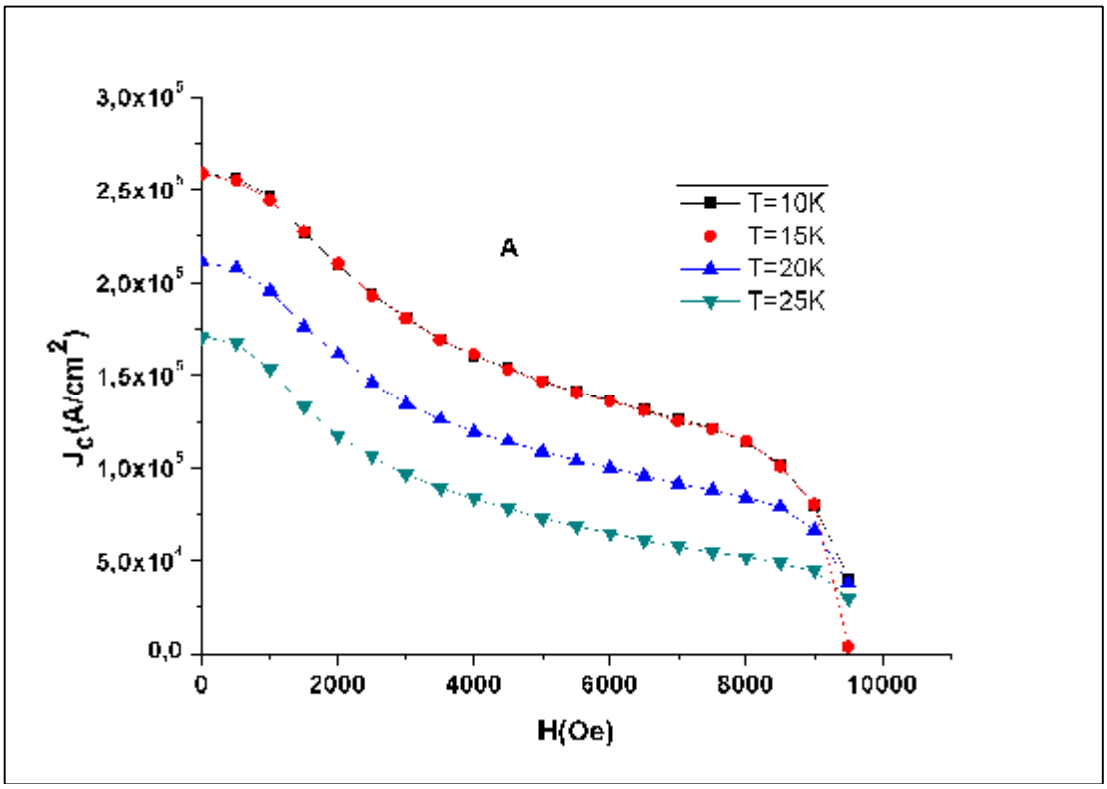
Katkısız A numunesine ait J_c değerleri sırası ile 10 K'de 2.6×10^5 Acm^{-2}, 15 K'de 2.5×10^5 Acm^{-2}, 20 K'de 2.1×10^5 Acm^{-2}, 25 K'de 1.7×10^5 Acm^{-2} olup şekil 4.28. 'de gösterilmektedir.

B numunesine ait J_c değerleri sırası ile 10 K'de $2.2x10^5$ Acm^{-2}, 15 K'de $1.8x10^5$ Acm^{-2}, 20 K'de $1.6x10^5$ Acm^{-2}, 25 K'de $1.3x10^5$ Acm^{-2} olup şekil 4.29.' da gösterilmektedir.

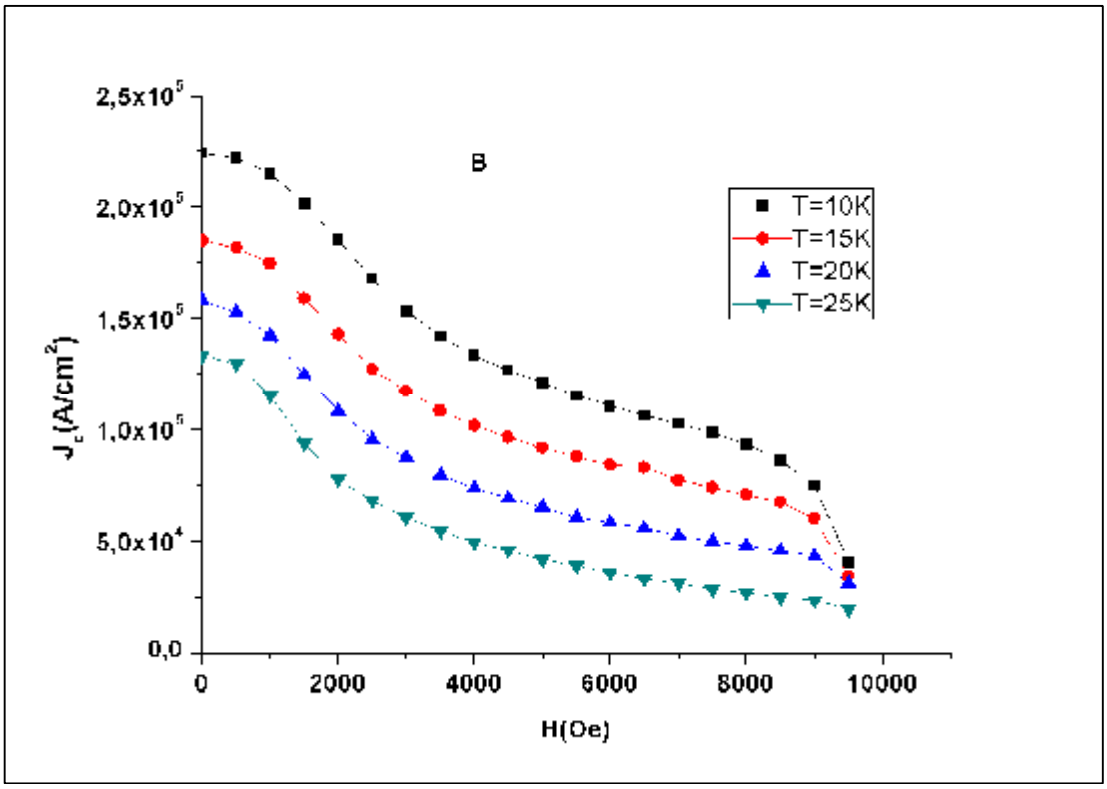
C numunesine ait J_c değerleri sırası ile 10 K'de $1.7x10^5$ Acm^{-2}, 15 K'de $1.2x10^5$ Acm^{-2}, 20 K'de $7.8x10^4$ Acm^{-2}, 25 K'de $5.4x10^4$ Acm^{-2} olup şekil 4.30.' da gösterilmektedir.

D numunesine ait J_c değerleri sırası ile 10 K'de $9.8x10^4$ Acm^{-2}, 15 K'de $6.5x10^4$ Acm^{-2}, 20 K'de $4.2x10^4$ Acm^{-2}, 25 K'de $3.3x10^4$ Acm^{-2} olup şekil 4.31.' de gösterilmektedir.

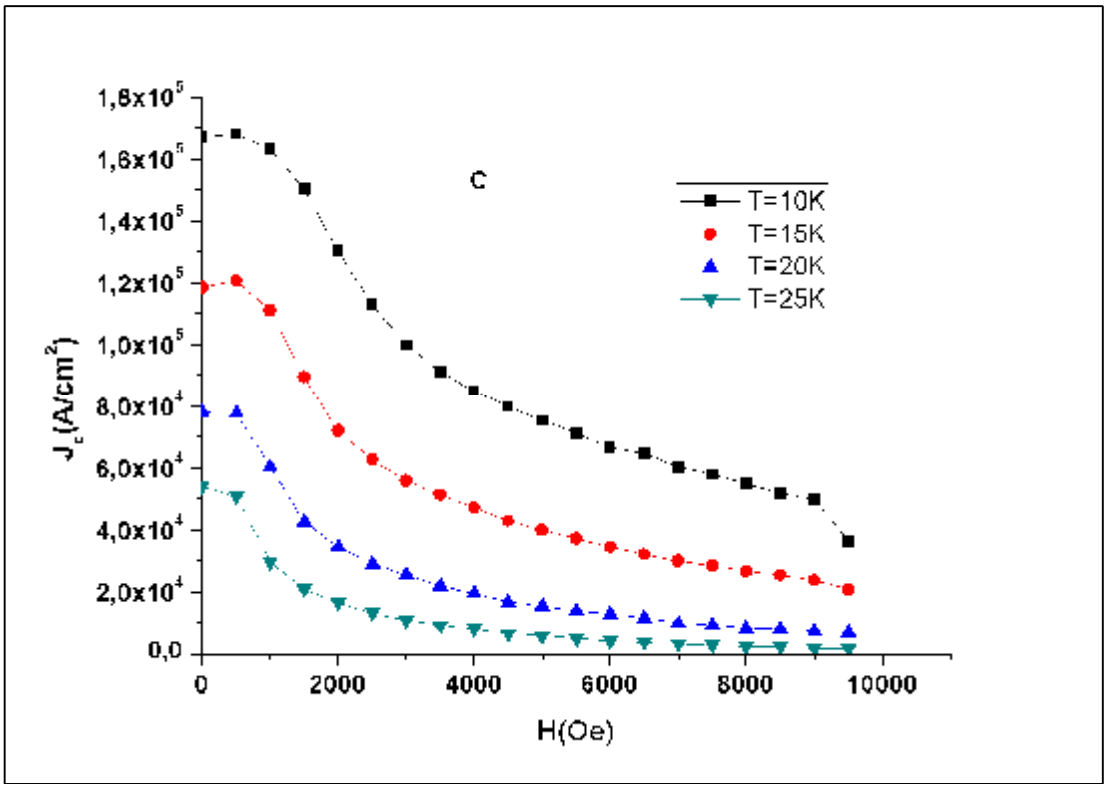
E numunesine ait J_c değerleri sırası ile 10 K'de $7.8x10^4$ Acm^{-2}, 15 K'de $5.6x10^3$ Acm^{-2}, 20 K'de $4.2x10^4$ Acm^{-2}, 25 K'de $3.2x10^4$ Acm^{-2} olup şekil 4.32.' de gösterilmektedir.



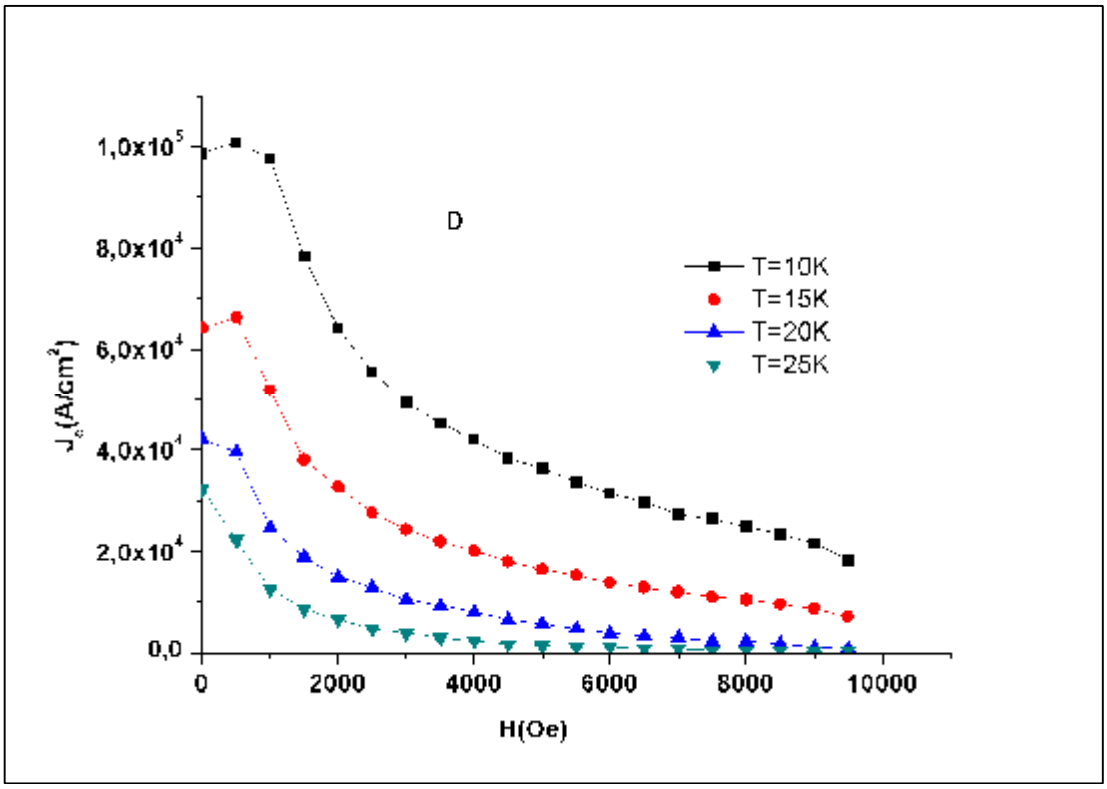
Şekil 4.28. A örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.



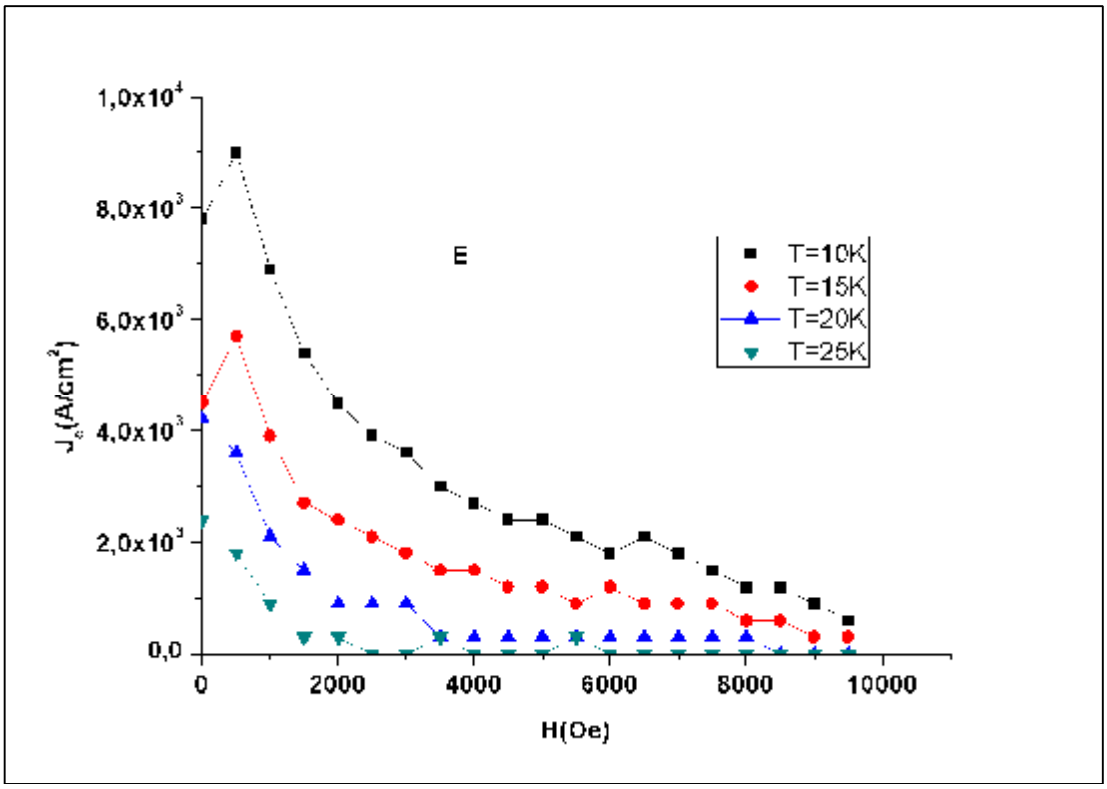
Şekil 4.29. B örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.



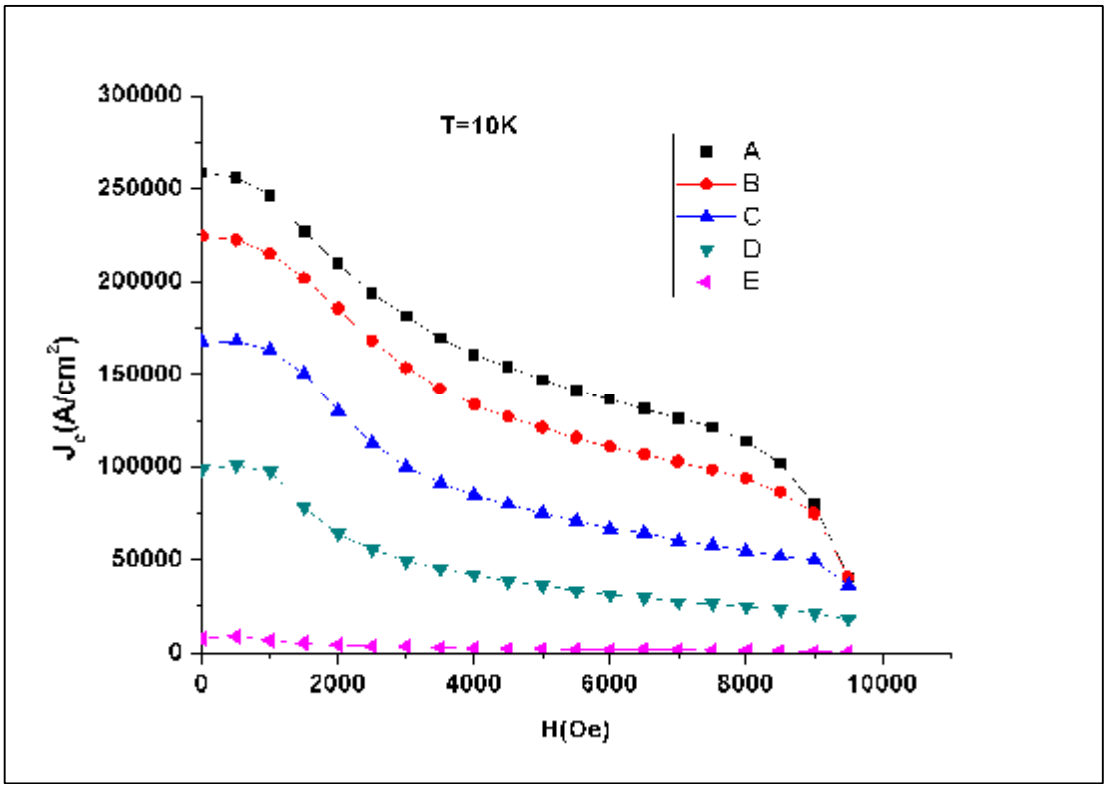
Şekil 4.30. C örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.



Şekil 4.31. D örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.



Şekil 4.32. E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.



Şekil 4.33. A, B, C, D, E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.

Çizelge 4.3. A, B, C, D, E, örneklerine ait kritik akım yoğunlukları değerleri.

Örnek Adı	**J_{cmag} (10K'de) A/cm^2**	**J_{cmag} (15K'de) A/cm^2**	**J_{cmag}(20K'de) A/cm^2**	**J_{cmag}(25 K'de) A/cm^2**
A	2.6×10^5	2.5×10^5	2.1×10^5	1.7×10^5
B	2.2×10^5	1.8×10^5	1.6×10^5	1.3×10^5
C	1.7×10^5	1.2×10^5	7.8×10^4	5.4×10^4
D	9.8×10^4	6.5×10^4	4.2×10^4	3.3×10^4
E	7.8×10^4	5.6×10^3	4.2×10^4	3.2×10^4

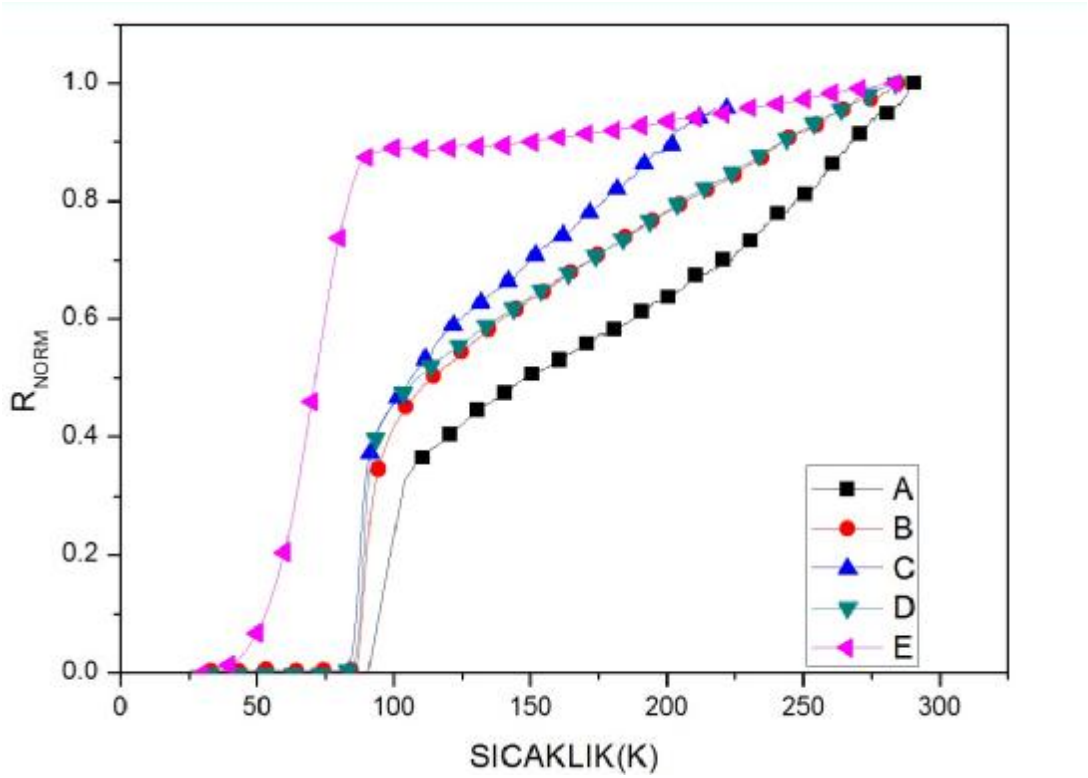
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

BSCCO sisteminde $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ (x=0.0, 0.01, 0.05, 0.1 ve 0.25) kompozisyonu katı-hal tepkime yöntemi kullanılarak, 800°C sıcaklıkta 1 saat bekletildikten sonra 5°C/dak. hızla 860°C' ye çıkıp 60 saat bekletildi. Daha sonra 800 °C 'ye yeniden soğutularak 12 saat bekletildi. Bu işlem bittikten sonra 800 °C' de fırından çıkartıldı. Bu işlemden sonra elde edilen süperiletken numunelerin analizi için direnç ölçümleri, XRD desenleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ölçümleri, EDX ölçümleri, sıfır alan soğutmalı manyetik ölçümler ve kritik akım yoğunluğu çalışmaları yapıldı.

5.1.1. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin R-T Ölçüm Sonuçları

$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ kompozisyonuna ait numunelerinde dört-nokta yöntemi kullanılarak direnç ölçümleri yapıldı. Bu sonuçlara bakıldığında, numunelerde x=0.0, 0.01, 0.05, 0.1 ve 0.25 değerleri için elde edilen kompozisyonlarda Ce'un katkı miktarı arttıkça direnç değerinde azalma olduğu gözlemlenmiştir. BSCCO sistemine Ce katkılanması $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ kompozisyonunun sıfır direnç sıcaklığının azalmasına sebep olmuştur. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı T_{conset} ve direncin sıfır olduğu $T_{coffset}$ sıcaklıklarının azaldığı şekil 5.1.' de görülmektedir. Bu sebepten süperiletkenlik geçiş aralığı olan ΔT değeri giderek genişleme göstermiştir. Bu sonuçlar bize katkılama değerinin artmasıyla birlikte süperiletkenlik özelliklerin kötüleştiğini göstermektedir. Elektriksel direnç ölçümleri XRD ve SEM analizleri ile uyum içerisindedir.



Şekil 5.1. A,B,C,D ve E örneklerine ait direnç-sıcaklık eğrileri

5.1.2. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Sonuçları

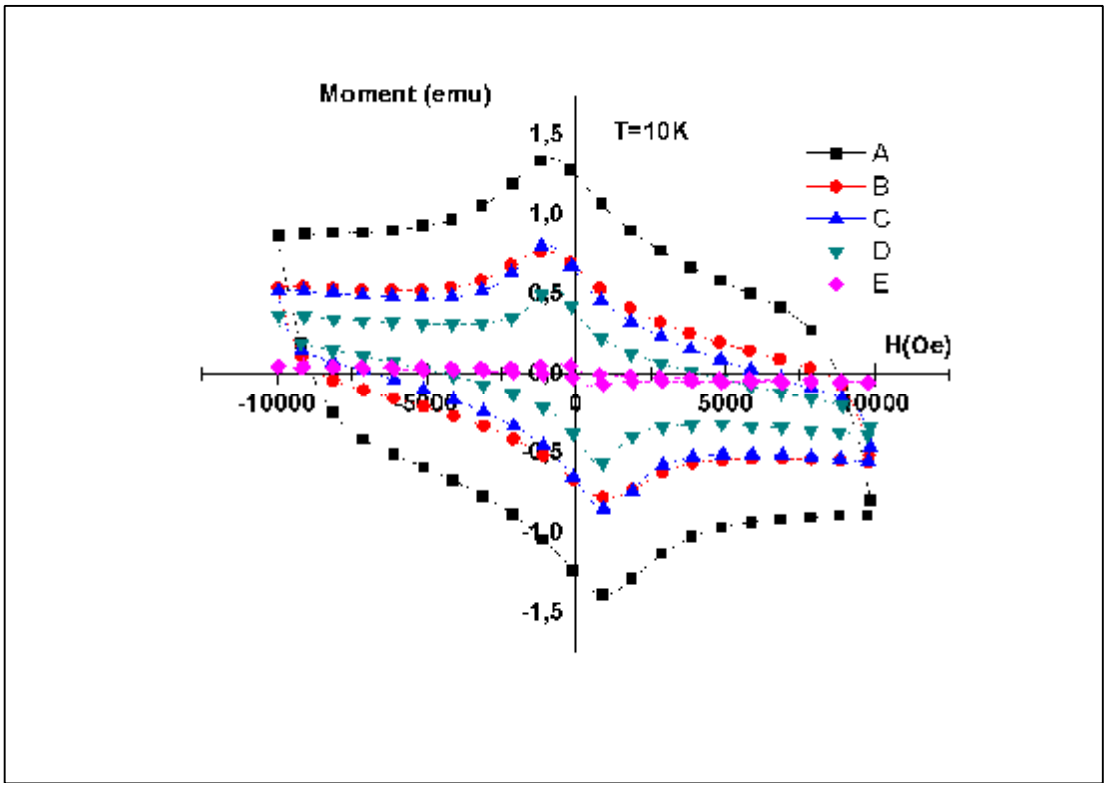
SEM sonuçlarına bakıldığı zaman tüm bölgelerde 2212 fazının hakim olduğu gözlenmektedir. Koyu gri olan bölgeye bakıldığında Bizmutsuz faz ortaya çıkarken gri olan bölgede Bi-2212 fazına rastlanmaktadır. Küçük siyah noktalar da bize CaO fazını gösterir. Katkılama miktarı arttıkça yapının bozulduğu ve kirliliklerin arttığı gözlenmektedir. Bu sonuçlar XRD ve R-T sonuçlarımız ile uyum içerisindedir.

5.1.3. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin X-ışınları Difraksiyonu Analizi Sonuçları

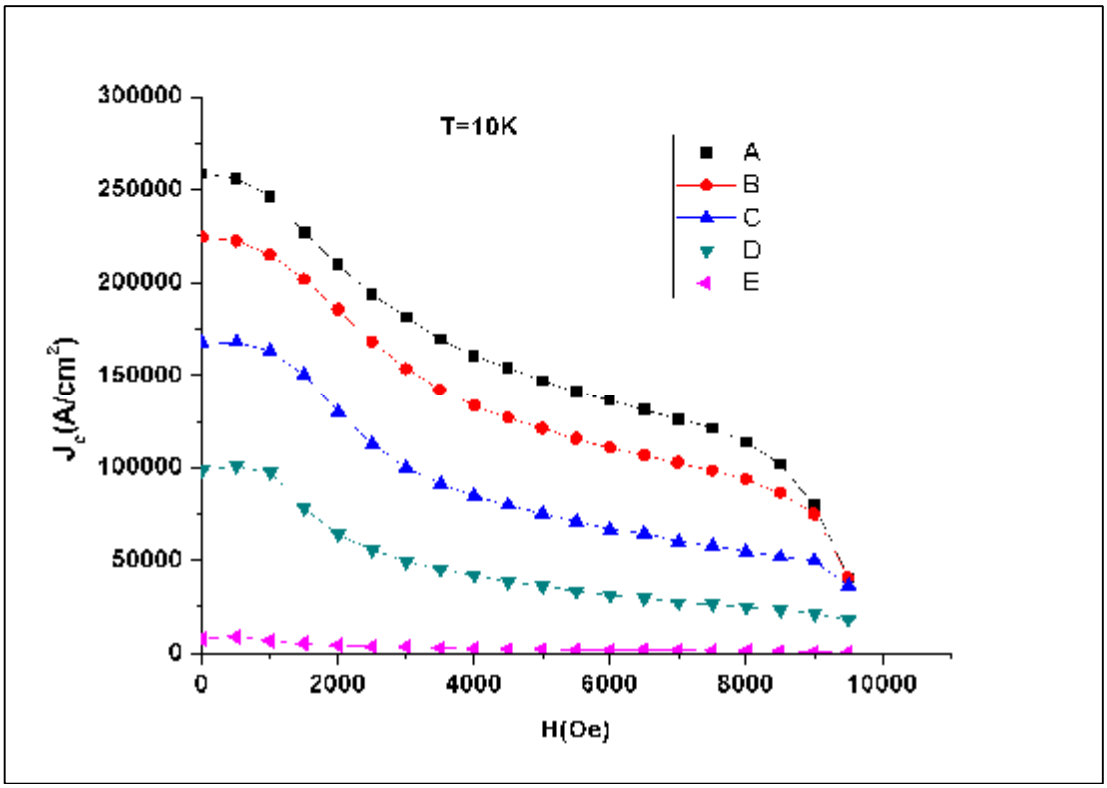
Yapmış olduğumuz bu tezde Ce katkılı kompozisyonlara ait XRD desenleri incelendi ve yapılan Ce katkısının kristalleşme üzerine olan etkileri araştırıldı. Katkısız numunelerde düşük sıcaklık fazına (2212) rastlanılmıştır. Katkısız BSCCO örneğinde safsızlık fazına rastlanılmamıştır. Ce katkılı $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ kompozisyonunda x=0.05, 0.1 ve 0.25 numunelerinde safsızlık fazı gözlemlenmiştir. Artan Ce miktarıyla beraber pik şiddetlerinde azalma meydana gelmektedir. XRD analizi sonucuna bakılarak Ce katkısıyla birlikte belli bir katkılama miktarına kadar düşük sıcaklık fazının sistemde hakim olduğunu ve artan katkıyla birlikte safsızlık fazlarının da sisteme eklendiği söylenebilinir. Bu sonuç R-T ve SEM sonuçlarıyla da desteklenmektedir.

5.1.4. $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ Örneğinin D.C. Manyetik Ölçüm Sonuçları

$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ kompozisyonunda hazırlanan bileşiğin 10 K, 15 K, 20 K ve 25 K sıcaklıklarda yapılan manyetik ölçümlerinde uygulanan manyetik alan ±10000 Oe'dir ve şekil 5.2' de görülmektedir. Bu ölçümler yapılarak uygulanan manyetik alan ile $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ numunesine ait histeresiz eğrilerinin davranışlarında nasıl bir değişme olacağına dair bilgiler elde edilmiştir. Ölçülen her sıcaklık değeri için uygulanan M-H eğrilerinin simetri göstermesi gerekir. Bu da numunelerin kristal özellikleri bakımından kaliteli olduğunu göstermektedir. Uygulanan ±10000 Oe alanda histeresiz eğrileri sıfır alan soğutmalı olarak elde edildi. Bu histeresiz eğrilerinde görüldü ki alan boyutları, artan sıcaklık değerleriyle birlikte azalmaktadır. Ayrıca katkılama miktarının artması ile birlikte kritik akım yoğunluklarında da bir azalma meydana gelmektedir. Şekil 5.3.' te bu durum açıkça görülmektedir.



Şekil 5.2. A, B, C , D , E örneklerine ait 10 K' de elde edilen histeresiz eğrileri.



Şekil 5.3. A, B, C, D, E örneğine ait kritik akım yoğunluğu-magnetik alan eğrileri.

5.2. Öneriler

Katı-hal yöntemiyle üretilen ve daha sonra Lazer Floating Zone (LFZ) metoduyla büyütülen malzemelerin $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örneğine ait R-T, XRD, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), M-H ölçümleri yapılmıştır. Bu ölçümler sonucunda numunelerin yapısal özellikleri, tanecik büyüklükleri, geçiş sıcaklıkları belirlenirken aynı zamanda M-H ölçümleri yardımıyla numunelerin kritik akım yoğunlukları hesaplandı.

Ce katkılı örnekler üzerindeki çalışmalara ek olarak $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örneklerine Geçirmeli Elektron Analizi (TEM) yapılabilir. Böylelikle daha yüksek çözme gücüne sahip olan TEM sayesinde kristal yapı hakkında daha ayrıntılı bilgi alınabilir. Ayrıca bu tez çalışması sırasında hazırladığımız $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken örneğimizin sertlik ve genleşme ölçümleri de araştırılabilir.

$Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_{8+\delta}$ süperiletken numuneleri farklı sinterleme sıcaklıkları kullanılarak hazırlanabilir. Bu yöntemle de numunenin kristal yapısındaki oluşum için gerekli olan optimum sinterleme süresi belirlenebilir.

KAYNAKLAR

ABRIKOSOV, A. A., 1957, Zh. Eksp. i Teor. Fiz., 32.

AKIMITSU, J. , 2001, Symposium on Transition Metal Oxides, Sendai.

ALTIN, S., 2005. Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi.

ALTIN, S., 2009. Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi.

ANGUREL, L.A., DE LA FUENTE, G.F., BADÍA, A., LARREA, A., DÍEZ, J.C., PEÑA, J.I., MARTÍNEZ, E., and NAVARRO, in: Studies oh High Temperature Superconductors, Vol. 20, edited by A. NARLIKAR (Nova Science, Commack, New York, 1997), p. 1.

ANGUREL, L.A., DÍEZ, J.C., DE LA FUENTE, G.F., GIMENO, F., LERA, F., LÓPEZ-GASCÓN, C., MARTÍNEZ, E., MORA, M., NAVARRO, R., SOTELO, A., ANDRÉS, N., RECUERO, S. 2006. Phys. Stat. Sol. (a) 203, No. 11, 2931-2937.

BAL, S., DOGRUER, M., YILDIRIM, G., VARILCI, A., TERZİOĞLU, C., ZALAOĞLU, Y. 2011. J. Supercond. Nov. Magn. DOI 10.1007/s10948-011-1360-9.

BARDEEN, J., COOPER, L. N., ve SCHRIEFFER, J. R., 1957. Phys. Rev. 108 1175.

BEAN, C.P. 1962. R. Mod. Phys. 36, 31 (1964).

BEAN, C.P., Magnetization of hard superconductors, Phys. Rev. Lett. 8 (1962) 250G.

BEDNORZ, J.G. and MULLER, K.A., 1986, Z. Phys. B64 (2): 189–193.

BOZDAĞ, N., 2011. Bitirme Çalışması, Mersin Üniversitesi.

CAPEL, F., MADRE, M.A., SOTELO, A., MORA, M., DIEZ, J.C., LÓPEZ-CEPERO , J.M. 2006. Advances in Science and Technology Vol. 47 (2006) pp. 82-87.

CARRASCO, M.F., COSTA, F.M., SILVA, R.F., GIMENO, F., SOTELO, A., MORA, M., DÍEZ, J.C., ANGUREL, L.A. 2004. Physica C 415 (2004) 163-171.

CARRASCO, M.F., SILVA, R.A., SILVA, R.F., AMARAL, V.S., COSTA, F.M. 2007. Physica C 460-462 (2007) 1347-1348.

CHU C. W., IEEE Trans. Appl. Supercond. 7 (1997) 80.

CHU, C.W., Nature, Vol. 365, p. 323, (1993).

COSTA, F.M., CARRASCO, M.F., FERREIRA, N., SILVA, R.F., VIEIRA, J.M. 2004. Physica C 408-410 (2004) 915-916.

COSTA, F.M., SILVA, R.F., and VIEIRA, J.M., Physica C 323, 23 (1999).

COŞKUN A., EKİCİBİL, A., ÖZÇELİK, B., 2002, Chin.Phys.Lett., Vol. 9, No. 12, 1863.

COŞKUN, A.,EKİCİBİL, A., ÖZÇELİK, B., KIYMAÇ, K., 2004.Chin.Phys.Lett, 21(10) :2041.

DIEZ, J.C., GUILMEAU, E., MADRE, M.A., MARINEL, S., LEMONNIER, S., SOTELO, A. 2009. Solid State Ionics 180 (2009) 827-830.

EKİCİBİL A., ÇOŞKUN, A., ÖZÇELİK, B. VE KIYMAÇ, K., 2004, Modern Physics Letters B, Vol. 18, N. 28&29, 1467-1478.

EKİCİBİL A., ÇOŞKUN, A., ÖZÇELİK, B. VE KIYMAÇ, K., 2005, Journal of Low Temperature Physics, Vol. 140, N. 112.

EKİCİBİL A., ÇOŞKUN, A., ÖZÇELİK, B. VE KIYMAÇ, K., 2005, Modern Physics Letters B, Vol. 19, N. 6, 331-340.

EKİCİBİL A., ÖZKURT, B., ÖZÇELİK, B. VE KIYMAÇ, K., 2006, Journal Alloy and Compound, Vol. 151, N. 143.

ELSCHNER, S., BOCK, J., BROMMER, G., and HERRMANN, P.F., IEEE Trans. Magnetics 32, 2724 (1996).

FEIGELSON, R.S., GAZIT, D., FORK, D.K., and GEBALLE, T.H., Science 240, 1642 (1988).

GARNIER, V., CAILLARD, R., SOTELO, A., DESGARDIN, G. 1999. Physica C 319 (1999) 197-208.

GENCER, A., 2009. Süperiletkenliğin Temel Prensipleri, Teorileri ve Teknolojik Uygulamaları Kış Okulu.

GHAZANFARİ, N., KILIÇ, A., GENCER, A., ÖZKAN, H., 2007, Solid State Communications 144, 210-214.

GREN, J. M., 1990. J. Appl. Phys. 67 (1), 379.

GUNDOGMUS, H., OZCELIK, B., OZKURT, B., SOTELO, A., MADRE, M., 2012. J. Supercond. Nov. Magn. DOI: 10.1007/s10948-012-1725-8.

HAZEN, R.M., FINGER, L.W., ANGEL, R.J., PREWITT, C.T., ROSS, N.L., HADIDIACOS, C.G., HEANEY, P.J., VEBLEN, D.R., SHENG, Z.Z., ELALI, A., HERMANN, A.M., 1988. Physical Review Letters, Vol. 60, pp: 1657-1660.

ISHIDA, T. VE GOLDFARB, R.B., 1990, Fundamental and Harmonic Susceptibilities of YBCO. Phys. Rev. B, 41,8937.

ISHIDA, T. VE MAZAKI, H., 1982, Phys. Letters, 87A,373.

ISHIDA, T., ve MAZAKI, H., 1987. Jap. Jour. ApplIed Phys. 26, 8.

IYO, A., TANAKA, Y., ISHIURA, Y., TOKUMOTO, M., TOKIWA, K., WATANABE, T., IHARA, H., Study on enhancement of Tc (≥130 K) in TlBa2Ca2Cu3O_Y superconductors, Supercond. Sci. Technol. 14 (2001) 504.

KALUBARME, R.S., SHIRAGE, P.M., IYO, A., KADAM, M.B., SINHA, B.B., PAWAR, S.H. 2009. J Supercond Nov Magn (2009) 22: 827-831.

KÖLEMEN, U., UZUN, O., YILMAZLAR, M., GÜÇLÜ, N., YANMAZ, E., 2005. Journal of Alloys and Compounds 415 (2006) 300-306

KUMAR, J., AHLUWALIA, P.K., KISHAN, H., AWANA, V.P.S. 2010. J.Supercond. Nov. Magn. (2010) 23: 493-499.

MAEDA, A., HASE, M., TSUKADA, I., NODA, K., TAKEBAYASHİ, S., UCHİNOKURA, K., 1989, Phsical Rewiew B Volume 41, Number 10.

MAEDA, H., ve TANAKA, Y., 1988. Jpn. J. Appl. Phys. Lett. 4, L209.

MAJEWSKI, P., SOTELO, A., SZILLAT, H., KAESCHE, S., ALDINGER, F. 1996. Physica C 275 (1997) 47-51.

MAJEWSKİ, P., J. Mater Res. 15, 854 (2000).

MEIJER, J., Mater. Process. Technol. 149, 2 (2004).

MEISSNER, W., ve OCHSENFELD, R., 1933. NaturwIsschaften, 21787.

MEISSNER, W., ve OCHSENFELD, R., 1933. NaturwIsschaften, 21787.

MITCHEL, C W., et al phys. B 68.421(1987).

MORA, M., ANGUREL, L.A., DIEZ, J.C., DROST, R.J., KES, P.H. 2002. Physica C-Superconductivity and Its Applications Vol. 372 pp. 1179-1182.

NATIVIDAD, E., DÍEZ, J.C., ANGUREL, L.A., ANDRÉS, J.M., FERRANDO, A.C., MAYORAL, M.C. 2002. Physica C 383 (2003) 379-387.

NATIVIDAD, E., DÍEZ, J.C., PEÑA, J.I., ANGUREL, L.A., NAVARRO, R., ANDRÉS, J.M., FERRANDO, A.C. 2002. Physica C 372-376 (2002) 1051-1054.

NEZİR, S.,2009. Süperiletkenlik Kış Okulu Ders Notları. 35,194.

ONNES, H. K., 1911. LeIden Comm. 120b, 122b, 124c.

OZTURK, R., AKSAN, M.A., ALTIN, S., YAKINCI, M.E., BALCI, Y. 2010. J. Supercond. Nov. Magn. (2011) 24: 1105-1110.

ÖZKURT, B., MADRE, M.A., SOTELO, A., YAKINCI, M.E., ÖZÇELİK, B. 2011. J. Supercond. Nov. Magn. DOI 10.1007/s10948-011-1346-7.

ÖZKURT, B., ÖZÇELİK, B., 2009. Journal of Low Temperature Physics, Vol. 156:22-29

PEÑA, J.I., MERINO, R.I., HARLAN, N.R., LARREA, A., DE LA FUENTE, G.F., ORERA, V.M. 2002. Journal of the European Ceramic Society 22 (2002) 2595-2602.

PFANN, W.G., Zone Melting (John Wiley and Sons, New York, 1958).

PRESLAND, M.R., TALLON, J.L., BUCKLEY, R.G., LIU, R.S., FLOEER, N.E., Physica C 176 (1991) 95.

RASEKH, S., MADRE, M.A., DIEZ, J.C., GUILMEAU, E., MARINEL, S., SOTELO, A., 2010. Boletin De La Sociedad Espanola De Ceramica Vidrio Vol. 49. pp. 371-376.

RASTOGI, P.K., Digital Speckle-Pattern Interferometry and related techniques (Wiley, 2001).

RUIZ, M.T., DE LA FUENTE, G.F., BADİA, A., BLASCO, J., CASTRO, M., SOTELO, A., LARREA, A., LERA, F., RILLO, C., NAVARRO, R., 1993. J. Mater. Res., Vol. 8, No. 6.

SARUN, P.M., SHABNA, R., VINU, S., BIJU, A., SYAMAPRASAD, U. 2009. Physica B-Condensed Matter Vol. 404 pp. 1602-1606.

SHENG, Z. Z. and HERMANN, A. M., 1987. Appl. Phys. Lett. 51, 1854−1856.SHI, D., High Temperature Superconducting Materials Science and Engineering (Pergamon Press, 1995).

SOARES, M.R.N., NICO, C., RODRIGUES, J., PERES, M., SOARES, M.J., FERNANDES, A.J.S., COSTA, F.M., MONTEIRO, T. 2011. Optical Metarials 34 (2011) 27-29.

SONG, K., ZHANG, J., JIA, X.J., SU, H.J., LIU, L., FU, H.Z. 2012. Journal of Crystal Growth 345 (2012) 51-55.

SOTELO, A., DE LA FUENTE, G.F., LERA, F., BELTRÁN, D., SAPİÑA, F., IBÁÑEZ, R., BELTRÁN, A., BERMEJO, M.R. 1993. Chem. Mater., 5, 851-856.

SOTELO, A., GUILMEAU, E., MADRE, M.A., MARINEL, S., LEMONNIER, S., DIEZ, J.C. 2008. Bol. Soc. Esp. Ceram. V., 47, 4, 225-228.

SOTELO, A., MADRE, M.A., DIEZ, J.C., RASEKH, S.H., ANGUREL, L.A., MARTÍNEZ, E. 2009. Supercond. Sci. Technol. 22 (2009) 034012 (6pp).

SOTELO, A., MAJEWSKI, P., PARK, H.-S., ANDINGER, F. 1996. Physica C 272 (1996) 115-124.

SOTELO, A., MORA, M., MADRE, M.A., DİEZ, J.C., ANGUREL, L.A., DE LA FUENTE, G.F. 2005. Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 2947-2950.

SOTELO, A., SZILLAT, H., MAJEWSKI, P., ALDINGER, F. 1997. Supercond. Sci. Technol. 10 (1997) 717-720.

TANAKA, Y., HASEBE, T., YANAGİYA, T. and MAEDA, H., 1991. Japan. J. Appl. Phys. 31, () L21.

TARASCON, M. J., ve LE PAGE, Y., 1988. Phys. Rev. B 37, 1988. Phys. Rev. B 38.

TERZİOĞLU, C., YILMAZLAR, M., OZTURK, O., YANMAZ, E., 2005. Physica C 423 (2005) 119-126.

VEVERKA, M., SMRČKOVA, O., SÝKOROVÁ, D., VAŠEK, P., 1997, Superlattices and Microstructures Volume 21, Issue 3, Pages 393-396.

VICTOR, P., DANIEL, H. and EDWARD, A. Stern, arXiv:cond-mat/9811425 v11 Dec 1998.

WU, M. K. , 1987. “Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-Ba-Cu-O Compound System at Ambient Pressure.” Physical Review Letters 58, 908.

WU, M. K., ve ASHBURN, J. R., 1987. Phys. Rev. Letters.

YAZICI, D., 2010. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi.

YAZICI, D., OZCELİK, B., ALTIN, S., YAKINCI, M.E. 2010. J. Supercond. Nov. Magn (2011) 24: 217-222.

YAZICI, D., OZCELİK, B., J. Supercond. Nov. Magn (2012) 25: 293-297.

YILDIRIM, G., DOGRUER, M., OZTURK, O., VARİLCİ, A., TERZİOĞLU, C., ZALAOĞLU, Y. 2011. J. Supercond. Nov. Magn. DOI 10.1007/s10948-011-1384-1.

YILMAZLAR , M., 2002. Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi.

ÖZGEÇMİŞ

22 Nisan 1984 İstanbul'da doğdu. 2008 yılında Çukurova Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nden mezun olduktan sonra aynı yıl Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Tezsiz yüksek lisans eğitimini aldı. 2009 yılında Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde Tezli yüksek lisans eğitimine başladı.