



T.C.

SELÇUK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

$Y_3Ba_5Cu_8O_x$ SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ayşe (ERKUŞ) EKİZER

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

Şubat-2013
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

$Y_3Ba_5Cu_8O_x$ SÜPERİLETKEN BİLEŞİĞİNİN YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

AYŞE (ERKUŞ) EKİZER

Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof.Dr.Oğuz DOĞAN

2013, 80 Sayfa

Jüri
Danışman Prof.Dr.Oğuz DOĞAN
Prof.Dr.Haluk ŞAFAK
Yard.Doç.Dr.Ömer Faruk YÜKSEL

Bu çalışmada son zamanlarda sentezlenen, YBCO ailesinin yeni bir üyesi olan Y-358 süperiletken bileşiğinin yapısal ve elektriksel özellikleri araştırılmıştır. Y-358 bileşiği katıhal tepkime yöntemi ile hazırlanmıştır. Örnekler 890˚C ve 930˚C olmak üzere iki farklı sıcaklık değerinde sentezlenmiştir. Farklı sıcaklıklarda hazırlanmış Y-358 bileşiğinin yapısal ve elektriksel özelliklerini incelemek ve aralarındaki farkları tespit etmek amacıyla SEM görüntüleri, EDX spektrumları, XRD desenleri, R-T grafikleri ve yoğunluk ölçümleri ile bileşiğin karakterizasyonları yapılmıştır.

SEM fotoğrafları ve XRD desenlerinden elde edilen sonuçlara göre; 930˚C' de ki örneklerin, 890˚C'de ki örneklere göre tanecik büyüklüğünün arttığı, tanecik yöneliminin daha düzenli olduğu, tanecikler arası boşlukların azaldığı, mikroçatlakların ortaya çıktığı ve yoğunluğun arttığı gözlenmiştir. X-ışını kırınım desenlerinden yararlanılarak, örgünün *a,b,c* parametreleri hesaplanmış ve Y358-890 örneği için $a=3.89951\ A^{\circ}$, $b=3.86213\ A^{\circ}$, $c=30.92103\ A^{\circ}$, Y358-930 örneği için $a=3.90062\ A^{\circ}$, $b=3.85822\ A^{\circ}$, $c=31.08991\ A^{\circ}$ olarak hesaplanmıştır. Son olarak elektriksel özellikleri incelemek için kullanılan R-T grafiklerinden 890˚C'de ki örneklerin T_c değerleri; T_c^{onset}=98.38K ve T_c^{offset}=96.07K, 930˚C'de ki örneklerin T_c değerleri ise; T_c^{onset}=98.99K ve T_c^{offset}=96.42K olarak bulunmuştur. Bu sonuçlara göre 930˚C'de ki örneklerin 890˚C'de ki örneklere göre daha iyi durumda olduğu ve 930˚C sinterleme sıcaklığının Y-358 süperiletken bileşiği için daha uygun bir değer olduğu ancak 930˚C sinterleme sıcaklığının bulk YBCO bileşiğini eriyik faza kaydırdığı sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: YBCO süperiletken bileşik, Y-358, Elektriksel özellikler, Yapısal özellikler.

ABSTRACT

MS THESIS

ANALYSIS OF THE PROPERTIES OF $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ SUPERCONDUCTING COMPOUND

Ayşe (ERKUŞ) EKİZER

SELCUK UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE
DEPARTMENT OF PHYSICS

Advisor: Prof.Dr. Oğuz DOĞAN

2013, 80 Pages

Jury
Advisor Prof.Dr. Oğuz DOĞAN
Prof.Dr.Haluk ŞAFAK
Asst.Prof.Dr.Ömer Faruk YÜKSEL

In this study, it is examined that the structural and electrical properties of Y-358 supercondicting compound, which is a new member of the YBCO family. Y-358 compound prepared by the solid state reaction method. The samples were syntsized at 890˚C and 930˚C temperature respectively. With the purpose of examination of structrural and electrical properties of Y-358 compound and determining differences among them; SEM photos, EDX spectrum, XRD patterns, R-T graphics, density measures were carried out with characterization of a compound.

According to the results obtained from SEM photos and XRD pattern; the samples at 930˚C has higher particle size, more regular particle orientation, less distances among the particles, more microcracks and higher density than that of the samples at 890˚C.

X-beam, benefited from diffraction patterns, *a,b,c* lattice parametres were calculated and it was found that for Y358-890 example *a=3.89951 A˚, b=3.86213 A˚, c=30.92103 A˚*, for example Y358-930 *a=3.90062 A˚, b=3.85822 A˚, c=31.08991 A˚b.* Finally, from the graphs used for electrical properties, it was found that the values of the samples at 890˚C were T_c^{onset}=98.38*K* and T_c^{offset}=96.07*K* and the values of the samples at 930˚C were T_c^{onset}=98.99*K* and T_c^{offset}=96.42*K*. As to these results, it can be concluded that samples at 930˚C were more well-conditioned than those of the samples at 890˚C and 930˚C sintering temperature was more suitable for Y-358 compound, but 930ºC sintering temperature caused solution phase.

Key Words: YBCO superconducting compound, Y-358, Electrical properties, Structural properties.

ÖNSÖZ

Bu tezin hazırlanması süresince, bilgisini ve desteğini esirgemeyen değerli danışmanım Prof.Dr.Oğuz DOĞAN'a, tezin oluşum ve yönetim aşamalarında yardımları için Arş.Gör.Dr.Mücahit YILMAZ'a, yardımlarının yanında arkadaşlığını paylaşan Arş.Gör.Ebru BALTA'ya,

SEM ve EDX analizleri için Montana State Üniversitesi'nden Imaging and Chemical Analysis Laboratuvarının(ICAL) kullanımına izin veren Prof.Dr.Recep AVCI'ya,

Malzemenin diğer analizleri için Erzurum Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Elektrik-Elektronik Mühendisliği Nanoteknoloji Araştırma Laboratuvarının kullanımına izin veren Prof.Dr.Mehmet ERTUĞRUL'a ve ölçümlerin alınmasında yardımlarını esirgemeyen Yard.Doç.Dr.Erdal SÖNMEZ'e,

Son olarak benden maddi manevi desteklerini hiçbir zaman eksik etmeyen, sabırları ve anlayışlarıyla her daim bana destek olan aileme ve eşime,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ayşe (ERKUŞ) EKİZER
KONYA-2013

İÇİNDEKİLER

TEZ BİLDİRİMİ ..... **iii**

ÖZET ..... **iv**

ABSTRACT ..... **v**

ÖNSÖZ ..... **vi**

İÇİNDEKİLER ..... **vii**

SİMGELER VE KISALTMALAR ..... **ix**

1. GİRİŞ **1**

1.1.Süperiletkenliğin Keşfi ve Kısa Tarihçesi 1
1.2. Süperiletkenliğin Temel Fenomenleri 3
1.2.1. Süperiletkenliğin özellikleri 3
1.2.1.1. Kritik sıcaklık 3
1.2.1.2. Kritik akım yoğunluğu 4
1.2.1.3. Kritik manyetik alan 4
1.2.2. Meissner etkisi 6
1.2.3. Josephson etkisi 8
1.2.4. Manyetik akı kuantumlanması 9
1.3. Süperiletkenlik Teorileri 9
1.3.1. İki-sıvı modeli ve London teorisi 9
1.3.2. Ginzburg- Landau teorisi 10
1.3.2.1. Ginzburg- Landau eşuyum uzunluğu 12
1.3.2.2. Tip-I ve Tip- II süperiletkenler 13
1.3.3. Süperiletkenliğin mikroskobik modeli (BCS teorisi) 14
1.4. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri 16
1.4.1. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin yapısal özellikleri 16
1.4.2. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin elektriksel ve manyetik özellikleri 17
1.4.3. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde süperiletkenlik mekanizması 19
1.4.4. $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ (Y-358)'in yapısı ve genel özellikleri 23
1.5. Süperiletken Malzemelerin Karakterizasyonu 25
1.5.1. X-ışını kırınımı (XRD) 25
1.5.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) 26
1.5.3. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) 27
1.5.4. Titreşim örneklemeli manyetometre (VSM) 28
1.5.5. AC manyetometre 29
1.5.6. Dört nokta yöntemi (FPP) 30
1.5.7. Elipsometri tekniği 31

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI 33

2.1. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 33
2.2. YBCO'nun Genel Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 34
2.3. YBCO Hazırlama Teknikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 34
2.4. YBCO'nun Yapısal Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 37
2.5. YBCO'nun Elektriksel Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 38
2.6. YBCO'nun Manyetik Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar 38
2.7. YBCO' ya İlişkin Diğer Çalışmalar 39
2.7.1. YBCO'da katkılama-yerdeğiştirme etkileri 39
2.7.2. YBCO'da basınç etkileri 41
2.7.3. YBCO'da oksijen konsantrasyonu 41
2.7.4. YBCO ince filmler 42
2.8. Y-358 ($Y_3Ba_5Cu_8O_x$) Üzerine Yapılan Çalışmalar 42

3. MATERYAL VE YÖNTEM 46

3.1. Giriş 46
3.1.1. Malzemenin hazırlanması 47
3.1.2. Kalsinasyon işlemi 47
3.1.3. Kalsine edilmiş malzemelerin tablet haline getirilmesi 49
3.1.4. Sinterleme işlemi 50
3.2. Malzemelerin Analizi 52
3.2.1. X-ışını kırınımı ölçümleri 52
3.2.2. Taramalı elektron mikroskobu(SEM) görüntüleri ve Enerji dağılım x-ışını spektroskopisi(EDX) ölçümleri 53
3.2.3. Yoğunluk tayini 54
3.2.4. Elektriksel direnç ölçümleri (R-T) 54

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA 57

4.1. Giriş 57
4.2. Yapısal Özellikler 57
4.3. Elektriksel Özellikler 64

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 70

5.1. Sonuçlar 70
5.2. Öneriler 72

KAYNAKLAR 73

ÖZGEÇMİŞ 80

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

$\vec{G}_{hkl}$: Ters örgü vektörü
a, b, c : Örgü Parametreleri
A^o : Angstrom (10^{-10} m)
B : Manyetik alan
B_{c1} : Alt Kritik Manyetik Alan
B_{c2} : Üst Kritik Manyetik Alan
d : Yoğunluk
h : Planck Sabiti
H : Dış Manyetik Alan
h, k, l : Miller indisleri
H_c : I. Tip süperiletkenlerde kritik manyetik alan
H_{c1} : II. Tip süperiletkenlerde alt kritik manyetik alan
H_{c2} : II. Tip süperiletkenlerde üst kritik manyetik alan
Hg : Cıva
I : Akım şiddeti
I_c : Kritik akım şiddeti
J_c : Kritik Akım Yoğunluğu
K : Kelvin
k_B : Boltzman sabiti
l : Ortalama Serbest Yol
L : İndüktans
M : Magnetizasyon
n_s : Elektron Yoğunluğu
Pt : Platin
R : Direnç
r : Akım kaynağı ile tabaka arası uzaklık
T : Sıcaklık
T_c : Kritik Sıcaklık
V : Hacim
v_f : Elektron Yoğunluğu
Δ : Enerji aralığı
Z : Eşuyum uzunluğu
κ : Ginzburg-Landau Parametresi
λ : Nüfuz derinliği
μ : Mikro (10^{-6})
ρ : Özdirenç
φ : Potansiyel
Φ_0 : Akı kuantumu
Ψ : Genlik
ψ : Düzen parametresi
Ω : (Ohm) Direnç Birimi

Kısaltmalar

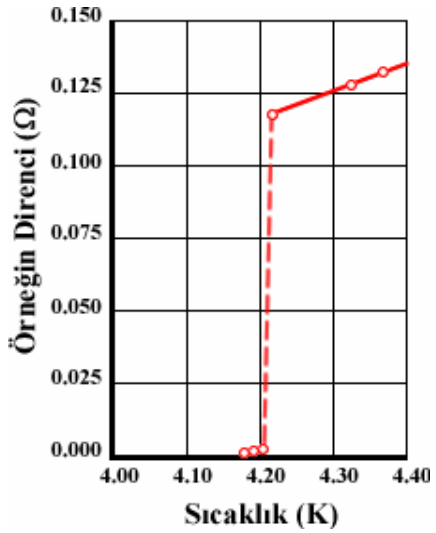
AC : Alternatif akım
BCS : Bardeen-Cooper-Schriffer
DC : Doğru akım
EDX : Energy Dispersive X-Ray (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi)
FPP : Four Point Probe (Dört nokta yöntemi)
GL : Ginzburg-Landau
HTS : Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri
SEM : Scaning Electron Microscobe (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TEM : Transmission Electron Microscobe (Geçirmeli Elektron Mikroskobu)
VSM : Vibrating Sample Magnetometer (Titreşim Örneklemeli Manyetometre)
XRD : X-Ray Diffraction (X-Işınları Kırınımı)

1. GİRİŞ

1.1. Süperiletkenliğin Keşfi ve Kısa Tarihçesi

Süperiletkenlik, 1911 yılında Heike Kamerlingh Onnes ve çalışma arkadaşları tarafından keşfedilmiş ve özellikle belli iletkenlerin 0 DC elektriksel direnç göstermesiyle açıklanmıştır**(**Onnes 1911**).**

Düşük sıcaklık fiziğinin tarihi, 1908 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerling Onnes'in kaynama sıcaklığı 4.2K (-268.8° C) olan helyumu sıvılaştırması ile başlamıştır. İlk olarak 1 K sıcaklığa kadar inilerek Platin'in (Pt) özdirenci ölçülmüş ve özdirenci ile sıcaklık arasında şekil 1.1'deki gibi bir değişim tespit edilmiştir. Aynı deney Cıva (Hg) örneği ile gerçekleştirildiğinde oldukça farklı bir sonuç elde edilmiştir. Yaklaşık 4.2 K sıcaklıkta direncinin keskin bir şekilde sıfır değerine düştüğü gözlemlenmiştir(Şekil 1.1). Bu durum süperiletkenlik olarak adlandırılmıştır.



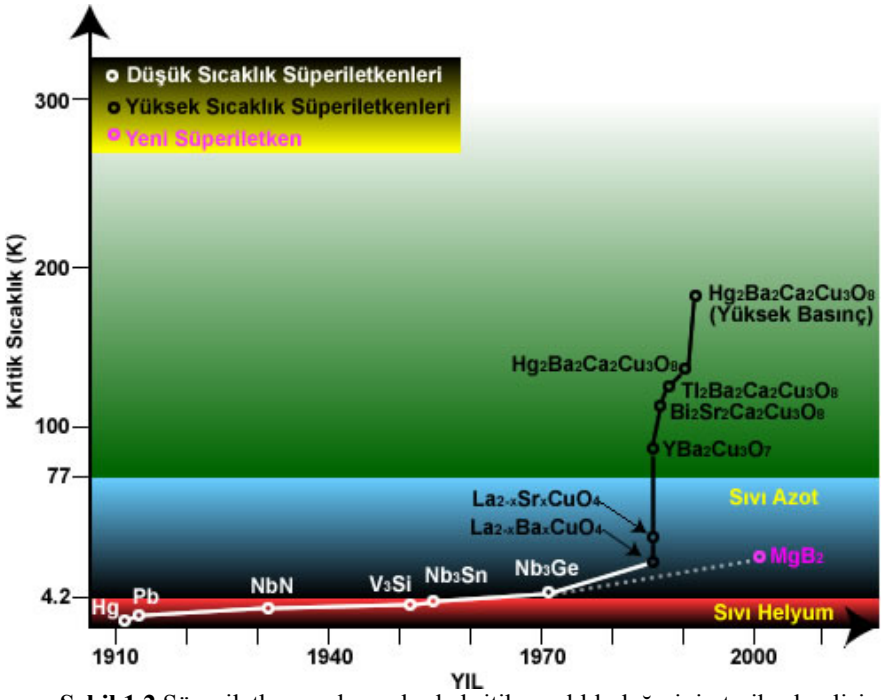
Şekil 1.1 Onnes'ın Hg örneği ile yapmış olduğu deneye ilişkin grafik (Ginzburg ve Andryushin 2004)

Grafikte görüldüğü gibi yaklaşık 4.2*K* sıcaklıkta soğutulan Civa'nın direnci hızlı bir şekilde sıfıra düşmüş ve bu yeni durum 'süperiletkenlik' olarak adlandırılmıştır. Onnes bu keşfi ile 1913 yılında Nobel ödülüne layık görülmüştür.

Malzemenin fiziksel görüntüsünün değişmemesine rağmen, normal metal durumundan süperiletken duruma geçişi, bir faz değişimini gösterir. Bu faz değişiminin gerçekleştiği sıcaklığa "Kritik Sıcaklık" denir ve T_c ile gösterilir.

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

İletkene doğru hareket eden bir mıknatıs, iletken içinde bir akım indükler. Bu elektrik üreteçlerinin temel çalışma prensibidir. Fakat bir süperiletken içinde indüklenen akım, bu alanı dışlar. Bu olay, "Mükemmel Diyamanyetizma" olarak bilinir ve günümüzde "Meissner etkisi" olarak isimlendirilir ki bu etki, bir mıknatısın süperiletken üzerinde gerçekten asılı kalabileceği kadar güçlüdür. İlerleyen yıllarda farklı süperiletken metal, alaşım ve bileşikler keşfedilmiştir(Şekil 1.2).



Şekil 1.2 Süperiletken malzemelerde kritik sıcaklık değerinin tarihsel gelişimi

1941'de metalik Niyobyum-Nitrat bileşiminin 16 K'de ve 1953'de Vanadyum-Silikon bileşiminin 17.5 K'de süperiletken faza geçtiği belirlendi. 1962'de de Westinghouse'daki bilim adamları, Niobiyum ve Titanyum alaşımı olan, ilk ticari süperiletken teli oluşturdular. Bu telin yüksek enerjideki ilk kullanımı ise, 1987'de Fermilab'da parçacık hızlandırıcı elektromıknatıslarda oldu. 1973 yılına kadar yapılan çalışmalar sonucunda, yeni bulunan süperiletkenler ile kritik sıcaklık değeri sadece 20 *K* kadar arttırılabilmiştir. 1973 yılında keşfedilen Nb_3Ge için kritik sıcaklık değeri 23 *K* olarak bulunmuştur. Bu, o zamana kadar keşfedilmiş en yüksek kritik sıcaklığa sahip metalik süperiletkendir(Wesche 1998).

J. G. Bednorz ve K.A. Müller(Bednorz ve Müller, 1986) tarafından 1986 yılında, ilk yüksek sıcaklık süperiletkeni olan LaBaCuO (LBCO) sisteminde 40 *K*'de süperiletkenliğe ulaşılmasından sonra, özellikle oksit süperiletkenler üzerinde çalışmalar hız kazanmıştır. M.K. Wu ve arkadaşları, 1987 yılında YBaCuO (YBCO) sisteminde 90*K*'de süperiletkenliğe ulaşmışlardır. 1988 yılında H. Maeda(Maeda ve ark., 1988) ve arkadaşları tarafından, 110 *K*'de BiSrCaCuO (BSCCO) ve aynı yılda Z.Z. Sheng ve arkadaşları(Sheng ve ark., 1988) tarafından, 125 *K*'de TlBaCaCuO (TBCCO) sistemlerinin, süperiletken özellik gösterdikleri gözlenmiştir. 1993 yılında, S.N. Putilin ve arkadaşları(Putilin ve ark., 1993) tarafından, en yüksek geçiş sıcaklığına sahip olan, HgBaCaCuO (HBCCO) sisteminde 134 *K*'de süperiletkenliğe ulaşılmıştır(Ateş 2001).

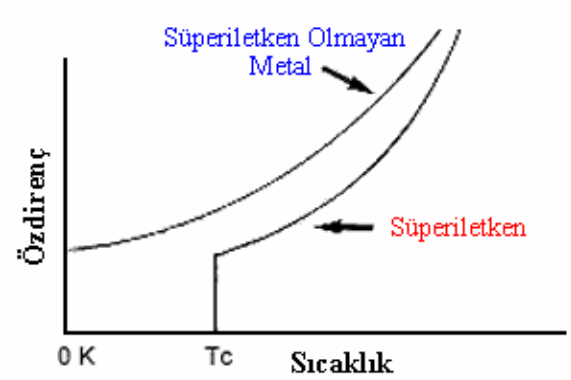
MgB_2 bileşiği, 1950'li yılların başından beri bilinen fakat 2001 yılında Akimitsu ve grubu(Akimitsu ve ark., 2001) tarafından keşfedilmiş yaklaşık 40 *K* kritik sıcaklık değerine ve basit hekzagonal yapıya sahip süperiletken bir maddedir. Oksit olmayan bu yeni süperiletkenin keşfi bilim dünyasında yankılar uyandırmış, çalışmalar yoğun bir şekilde bu malzemenin süperiletken özelliklerini araştırma ve geliştirmeye yönelmiştir(Alecu 2004).

1.2. Süperiletkenliğin Temel Fenomenleri

1.2.1. Süperiletkenliğin özellikleri

1.2.1.1. Kritik sıcaklık (T_c)

Bir kısım element, alaşım ve bileşiklerin direnç ve manyetik ölçümlerindeki ani değişimlere karşılık gelen sıcaklık kritik sıcaklık olup süperiletkenlikle ilgili temel özelliklerden biridir. Süperiletken malzeme bu sıcaklık değerinin altına kadar soğutulduğunda malzemede direncin birden bire sıfıra gittiği (Şekil 1.3) ve malzemenin tam bir diamagnet durumuna geçerek uygulanan manyetik alanı dışarladığı görülür. Bu nedenle kritik sıcaklık,direnç ölçümlerinden veya manyetik duygunluk ölçümlerinden belirlenebilmektedir.



Şekil 1.3 Süperiletken ve süperiletken olmayan iki malzeme için direncin sıcaklıkla değişimi

Süperiletkenlikte kritik sıcaklık malzemenin metalik özelliklerinin değişmeye başladığı en yüksek sıcaklığın başlangıcı olarak açıklanır. Kritik geçiş sıcaklığından sonra malzemenin direnci sıfıra düşer.

1.2.1.2.Kritik akım yoğunluğu *(J_c)*

Kritik akım, bir süperiletkende akımın bir dirençle karşılaştığı anda ki büyüklüğü olarak tanımlanır. Direnç ilk olarak yüzeyin herhangi bir kısmında toplam manyetik alan değeri kritik manyetik alan değeri H_c'ye ulaştığında görülür(Kılıç 2008).

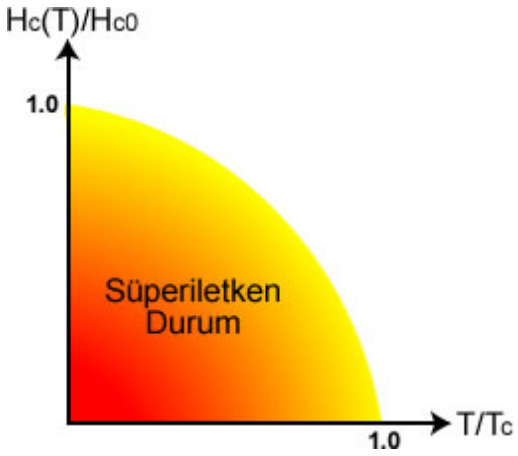
Süperiletkenler elektriği taşırken herhangi bir enerji kaybına yol açmadıkları için süperiletken malzemeden yapılmış çok ince teller bile normal iletkenle karşılaştırıldıklarında, büyük miktarlarda akım taşıyabilirler. Bununla birlikte, süperelektronların net momentumu belirli bir limitin üzerine çıkarsa malzemenin süperiletkenlik özelliği sona erer ve normal duruma geçer. Bu olay 'Silsbee Etkisi' olarak isimlendirilir. Sıcaklık geçiş sıcaklığının çok altında olsa bile durum değişmez.

1.2.1.3.Kritik manyetik alan *(H_c)*

Bir malzemenin süperiletkenlik özellikleri sadece yüksek akım uygulanması ile değil aynı zamanda manyetik alan etkisi ile de son bulabilir. Uygulanan manyetik alan belirli bir düzeyin üzerine çıktığında süperiletkenlik özellikleri ortadan kalkar(Şekil 1.4).

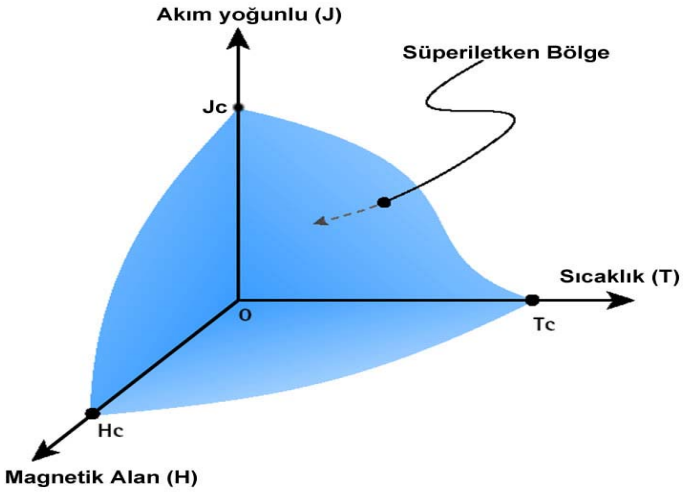
Aslında manyetik alanın süperiletkenliği yok etmesi doğrudan kritik akım yoğunluğu ile ilgilidir. Şöyle ki, bir süperiletkenin mükemmel diyamanyetizma göstermesi yüzeyde oluşan dirençsiz yüzey veya diğer adıyla perdeleme akımları sağlar.

Bu akımlar, malzemenin içerisinde ki manyetik akıyı sıfırlamak için dışarıdan uygulanan manyetik alana zıt yönde ve eşit büyüklükte manyetik alan üretirler. Uygulanan manyetik alan değeri arttıkça yüzey akımları kritik akım yoğunluğuna ulaşır ve geçerse metal süperiletkenliğini yitirir. Böylece manyetik alan artık malzeme içerisine rahatlıkla girebilir. Bu nedenle malzemenin süperiletken kalabilmesi için uygulanan manyetik alan belirli bir değerin altında kalmalıdır. Bu değere 'Kiritik Manyetik Alan' denilir ve H_c ile sembolize edilir. Deneysel olarak kritik manyetik alan değerinin hemen hemen sıcaklığın karesiyle orantılı olduğu bulunmuştur(Özabacı 2008).



Şekil 1.4 Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi

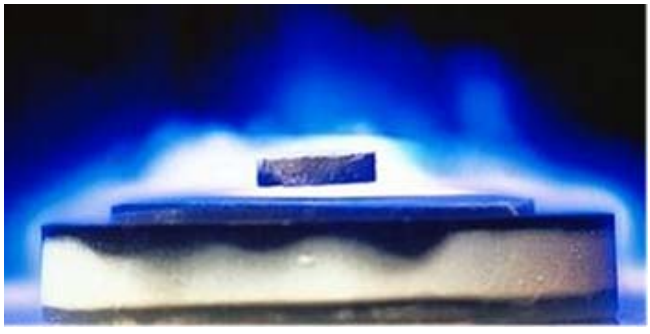
Kritik sıcaklık, kritik akım yoğunluğu ve kritik manyetik alan arasındaki değişim grafiği Şekil 1.5'da gösterilmiştir.



Şekil 1.5 Kritik yüzey faz diyagramı

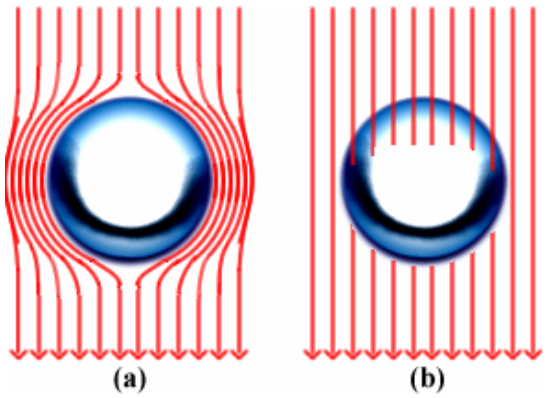
1.2.2.Meissner etkisi

Süperiletkenlerde elektriksel direncin tamamen yok olduğunun en iyi kanıtı, süperiletken bir halkadan kesintisiz olarak bir süperakımın akmasıdır. Bu bağlamda 'mükemmel iletkenlik', süperiletkenliğin ilk ayırtedici özelliği olarak bilinir. Süperiletkenlerin bilinen en temel özelliği ise, 1933'de Meissner ve Ochsenfeld tarafından keşfedilen, mükemmel diamanyetik karakterleridir(Kittel 1996). Manyetik alan içinde ki bir süperiletken, T_c sıcaklığı altında uygulanan H manyetik alanını dışlayarak, süperiletken içinde $H=0$ durumunu oluşturmaktadır. Bu olay 'Meissner Etkisi' olarak adlandırılır(Şekil 1.6).



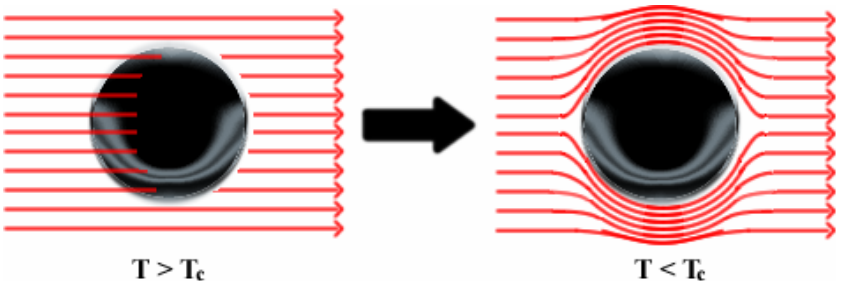
Şekil 1.6 Meissner etkisi ile havada asılı kalan daimi bir mıknatıs

İdeal iletkenliği bozmayacak kadar zayıf bir dış manyetik alanda ideal iletkenin davranışı iki şekilde incelenir: İlk olarak ideal iletken kritik sıcaklığın altına kadar dış manyetik alanın olmadığı bir ortamda soğutulur. Daha sonra dış manyetik alan uygulanırsa; ideal iletkene nüfuz eden alan, Lenz Kanunu'na göre uygulanan manyetik alanın tersi yönünde bir manyetik alan oluşturacak şekilde, ideal iletkenin yüzeyinde bir akım indükler. Bu yüzden malzemenin içindeki toplam manyetik alan sıfırdır. Bu durum Şekil 1.7(a)'da gösterilmiştir. Eğer dış manyetik alan $T > T_c$ durumunda malzemeye uygulanır ve daha sonra $T < T_c$ durumuna getirilirse, ideal iletken için elektrodinamik öngörüler tamamen farklı bir sonuç ortaya koyar. $T > T_c$ durumunda malzemenin özdirenci sonlu bir değerdedir. Bu yüzden manyetik alan malzemenin içine nüfuz eder. Malzeme T_c sıcaklık değerinin altına kadar soğutulursa manyetik alan malzemenin içinde kalır. Bu durum Şekil 1.7(b)'de gösterilmiştir(Yılmaz 2008).



Şekil 1.7 İdeal bir iletkenin manyetik durumu (a) Dış manyetik alan $T < T_c$ iken uygulanmakta (b) Dış manyetik alan $T > T_c$ iken uygulanmakta ve $T < T_c$ durumuna getirilmektedir

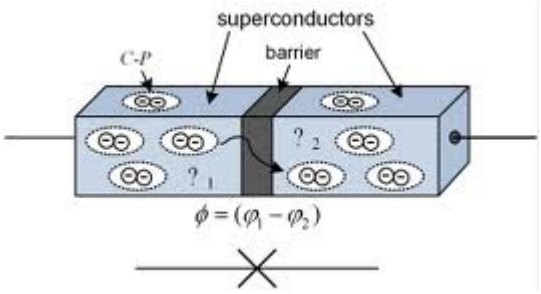
Süperiletken malzeme bir dış manyetik alan içinde iken $T < T_c$ durumuna getirildiğinde veya $T < T_c$ durumunda bir dış manyetik alana maruz bırakıldığında malzeme içindeki manyetik alan daima sıfır olmaktadır (Şekil 1.8).



Şekil 1.8 Süperiletkenler $T < T_c$ durumunda dış manyetik alanı dışlarlar

1.2.3.Josephson etkisi

Josephson etkisini henüz 22 yaşında iken 1962 yılında İngiliz fizikçi Brian David Josephson bulmuştur(Josephson 1974). Elektronların iki süperiletkeni ayıran çok ince yalıtkan bir filmden tünelleme yoluyla geçerek oluşturdukları akımın incelenmesiyle süperiletken bir metaldeki enerji aralığının deneysel olarak doğrudan ölçülmesi sağlanmıştır(Şekil 1.9). Tünelleme sırasında enerji korunmalı, yani sistemin tüm enerjisi tünelleme öncesi ve sonrası aynı olmalıdır. Ayrıca eletronların tünelleme yapacakları boş parçacık durumları bulunmalıdır. Aksi takdirde tünelleme gerçekleşmez.



Şekil 1.9 İnce bir yalıtkan tabakayla ayrılmış iki süperiletkenin oluşturduğu eklem

Tünelleme için gerekli bir diğer şart ise süperiletkenler arasındaki mesafenin çok büyük olmamasıdır. Süperiletken için bu mesafe eşuyum uzunluğu mertebesinde olmalıdır. Normalde elektron çiftlerinin (Cooper çiftleri) tünelleme olasılığının tek bir elektronun tünelleme olasılığından daha düşük olması beklenmektedir. Ancak deneysel sonuçlar tünelleme olasılığının Cooper çiftleri ve tek parçacıklar için aynı olduğunu göstermiştir. 1962 yılında Brian Josephson farklı iki süperiletkenden yapılan bir eklemde dışarıdan voltaj uygulanmaksızın bir doğru akım geçebileceği DC Josephson

olayını ve daha sonra ekleme dışarıdan bir voltaj uygulandığında eklemden bir alternatif akım geçebileceği AC Josephson olayını teorik olarak öngörmüştür(Ginzburg ve Andryushin 2004).

1.2.4. Manyetik akı kuantumlanması

Bir süperiletken halkada sonsuza kadar var olan akımlar oluşturmak mümkündür. Süperiletkenlerin direnci sıfır olduğu için akımı sağlayacak bir güç kaynağına da gerek yoktur. Böyle bir akım oluşturmak için halka $T>T_c$ sıcaklığında iken bir manyetik alana konulur. Bu durumda manyetik alan çizgileri halkanın içerisinden geçmektedir. Daha sonra T_c sıcaklığının altına soğutulan halka süperiletken faza geçer. Dış manyetik alan kapatılırsa bu andan itibaren Faraday'ın indüksiyon yasası gereğince azalan manyetik akıyı karşılamak üzere halkada bir akım indüklenir. Bu akımın oluşmasının nedeni başlangıçta ki manyetik akının azalmasıdır. Dış alan kapatıldığı için meydana getireceği akı aynı büyüklükte olmalıdır. Burada halka sonlu bir R direncine sahip olsaydı, L halkanın indüktansı olmak üzere, L/R mertebesinde bir süre içerisinde halkada oluşan manyetik akı sona erecekti. Süperiletken halkada $R=0$ olduğu için akının sıfırlanması sonsuz zaman sonra olacaktır. Bu ise süper akım ya da süperiletkenlik akımı denilen akım var iken manyetik akının 'donmuş' halde olacağı anlamına gelir(Schmidt ve Campman, 1997).

Donmuş olarak ifade edilen bu manyetik akı herhangi bir değerde de olabilir. Bu konuyla ilgili yapılan deneyler çok önemli bir gerçeği ortaya koymuştur: Bir süperiletken içinden geçen manyetik akı sadece $\phi_0=2.07\times10^{-7}\ Gcm'$ in katları olan değerler alabilir. Yani manyetik akı kuantumludur. ϕ_0, manyetik akı kuantumudur. Bilinen temel sabitler cinsinden $\phi_0=\pi\hbar c/e$ olarak yazılır. MKS birim sisteminde ise ϕ_0=h/2e şeklinde ifade edilir.

1.3.Süperiletkenlik Teorileri

1.3.1.İki-sıvı modeli ve London teorisi

1934 yılında Gorter ve Casimir iki-sıvı modelini geliştirmiştir(Gorter ve Casimir). Bu model, normal durumda bulunan bir iletkende elektrik iletimini sağlayan elektronların yoğunluğuna n_n, süperiletken fazda elektrik iletiminden sorumlu

süperelektronların yoğunluğuna n_s denilirse, geçiş sıcaklığının altında bir süperiletkende her iki elektron grubunun iki farklı paralel iletken tabaka gibi bir arada bulunduğunu söyler. Bu tabakalardan biri normal direnç gösterirken diğeri, süperelektronlardan hiçbir saçılmaya maruz kalmadan hareket ettikleri için, dirençsiz olacaktır. Elektronların oranının ise sıcaklığa bağlı olduğunu belirtir. Mutlak sıfıra yaklaştıkça n_s yoğunluğu artarken, n_n yoğunluğu düşer. Geçiş sıcaklığına doğru çıkıldıkça tam tersi olur, n_s yoğunluğu azalır ve n_n yoğunluğu artar. Geçiş sıcaklığına varıldığında n_s sıfır olur. Bu ilişki aşağıdaki gibi formülize edilmiştir(Gorter ve Casimir);

$$n_s = n[1-(T/T_c)^4] \tag{1.1}$$

Burada $n=n_s+n_n$ toplam elektron yoğunluğudur. Süperiletken durumda direnç sıfır olduğu için bütün akım süperelektronlar tarafından taşınır. Bir nevi süperelektronların, normal elektronlara kısa devre yaptığı söylenebilir.

Fritz ve Heinz London kardeşler süperiletkenliğin bu özelliğinden ve Meissner etkisi olarak bilinen, uygulanan manyetik alanın bir süperiletken tarafından dışlanması ilkesinden yola çıkarak London denklemlerini elde etmişlerdir.

London kardeşler bir süperiletken içerisinde manyetik alan ve elektrik akımının nasıl davrandığını açıklayan denklemler türetmişlerdir. Bu denklemlerin temelinde aslında Maxwell denklemleri vardır ve denklemleri bir süperiletken malzemenin kendine özgü şartlarına uyarlamışlardır.

Sonuç olarak London denklemleri temel özelliklerinden yola çıkılarak türetilmiş değildir. Sadece, sıradan elektromanyetizma eşitliklerine süperiletkenlikte deneysel olarak gözlemlenen özelliklerin uyarlanmış halidir. Yani genel denklemlerin belirli koşullara indirgenmiş halidir.

1.3.2.Ginzburg- Landau teorisi

1950 yılında geliştirilen Ginzburg-Landau teorisi London teorisinin bir alternatifidir. Tamamen klasik olan London teorisinin aksine manyetik alanın etkisini tahmin edebilmek için kuantum mekaniğinden yararlanmıştır. Ginzburg-Landau(GL) teorisi sayısal mantığı çok iyi kullanmıştır ve manyetik alanın yokluğunda faz geçişini doğru tarif edebilmiştir(Özabacı 2008).

London teorisi süperiletkenlik elektronları n_s'in değişen durumlarına uygulanamamaktadır. Uygulanan alan veya akım ile n_s arasında bir ilişki yoktur. Bu yüzden n_s'i dış parametrelerle ilişkilendirecek daha genel bir ifade gerekmektedir. Bu bir düzen parametresiyle ilişkiyi ortaya koyan, ikinci derece faz geçişinin genel (Landau) teorisini kullanan GL teorisi yaklaşımıdır.

GL serbest enerjisi tanımı, sezgisel olarak bir süperiletkende, süperiletkenlik elektronları yoğunluğu n_s ile süperiletkenlik elektronu olmayan elektronların yoğunluğunun n-n_s olması fikrine dayanmaktadır. Ginzburg ve Landau süperiletkenlik elektronlarını tanımlamak için bir çeşit dalga fonksiyonu kullanmışlardır. Bu fonksiyon kompleks sayılar içermektedir ve;

$$\Psi(r)=|\psi(r)|e^{i\varphi(r)} \qquad (1.2)$$

şeklinde verilir. Bu eşitlik düzen parametresi olarak isimlendirilmiştir.

a) Bir r noktasındaki n_s süperiletkenlik elektronları sayısı $|\psi^*\psi|$ şeklinde ifade edilmektedir.
b) Kuantum mekaniğindeki gibi, faz $\varphi(r)$, T_c değerinin altında malzemenin bir ucundan diğer ucuna doğru akan süperakımla ilşkilidir.
c) Süperiletkenlik durumunda $\psi \neq 0$ ve normal durumda $\psi=0$'dır.

Eğer düzen parametresi uzayda değişmiyorsa, minimize edilerek London denklemlerine ve London serbest enerjisine dönüşebilir. Eğer manyetik alan yoksa ve düzen parametresi faza sahip değilse bilinen Landau Denklemi elde edilir. Bu yüzden GL serbest enerjisi, bilindik ikinci derece faz geçişinde London'un düşüncesinin ifade şeklidir.

Ginzburg-Landau denklemleri düzen parametresi $\psi(r)$' yi ve süperiletken içinde akan süperakımı tanımlamayı mümkün kılar.

Ginzburg-Landau parametresi: Karakteristik uzunluklar λ ve ζ'nin oranları sıcaklıktan bağımsız olan GL parametresi olarak isimlendirilir ve κ ile gösterilir.

$\kappa=\lambda/\zeta$ olarak ifade edilir.

κ, sadece GL denkleminde görülen bir parametredir. İki farklı durumu ayırt eden κ değeridir.

- $\kappa < 1/\sqrt{2}$ ise süperiletken malzeme tip- I süperiletkenler grubundadır.
- $\kappa > 1/\sqrt{2}$ ise süperiletken malzeme tip-II süperiletkenler grubundadır.

1.3.2.1.Ginzburg- Landau eşuyum uzunluğu

Eşuyum uzunluğu, süperiletkenlikte ikinci temel uzunluk ölçüsüdür ve ilk olarak Pippard tarafından bulunmuştur(Pippard 1953). Bir süperiletken malzeme geçiş sıcaklığının altına soğutulduğunda, iletim elektronlarının farklı bir düzen aldığı bilinir. Ayrıca bir süperiletkende normal ve süperelektronların paralel iletken iki farklı tabaka gibi birarada bulunduğuda bilinmektedir. Termodinamik açıdan bakıldığında, süperelektronlar bir şekilde normal elektronlardan daha yüksek bir düzenliliğe sahiptirler ve bir süperiletkendeki düzenlilik derecesi süperiletken elektronların yoğunluğu n_s ile tanımlanabilir. Pippard n_s'in pozisyona bağlı olarak hızlı bir şekilde değişmeyeceğini ancak saf bir süperiletken için 10^{-4} cm mertebesinde olan belirli bir mesafenin katedilmesi ile kaydadeğer bir değişiklik olacağını öngörmüştür ki bu mesafeye de 'eşuyum uzunluğu' denir ve ζ ile gösterilir(Pippard 1963).

Eşuyum uzunluğunun bir sonucu olarak, normal ve süperiletken bölgeler arasındaki mesafe keskin olamaz. Çünkü süperelektronların yoğunluğu normal bölgedeki sıfır değerinden, süperiletken bölgedeki n_s değerine ancak eşuyum uzunluğu ζ, kadar bir mesafede derece derece yükselir.

Eşuyum uzunluğunun önemli bir özelliği de malzemenin safsızlığına bağlı olmasıdır. Eğer malzemede safsızlık var ise eşuyum uzunluğu düşer. Mükemmel saflıkta süperiletkenin eşuyum uzunluğu ki bu, süperiletkenin karakteristik özelliklerinden biridir, ζ_0 ile sembolü ile gösterilir. Pippard tarafından saf metaller için ζ_0 değeri aşağıdaki eşitlikte tanımlanmıştır;

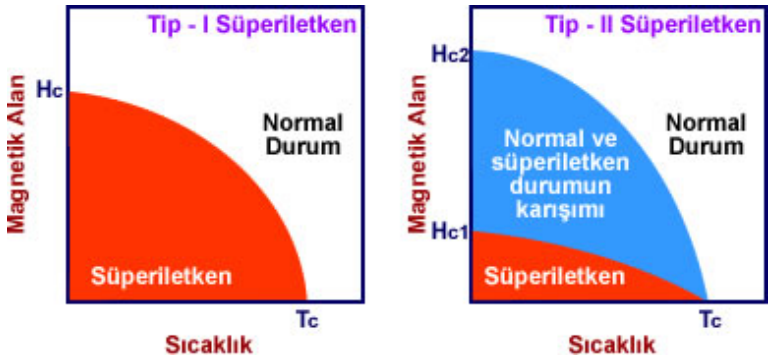
$$\zeta_0 \approx (\hbar v_f / \pi \Delta(0)) \approx 0.18 (\hbar v_f / k_B T_c) \qquad (1.3)$$

Denklemde k_B, Boltzmann sabiti, $\Delta(0)$, süperiletken durumda mutlak sıfırda oluşan fermi yüzeyindeki enerji aralığı, v_f, Fermi enerji seviyesinde elektronların hızıdır.

Gerçek durumda ise yeterince saf olmayan süperiletkenler için eşuyum uzunluğu ζ sembolü ile gösterilir. Elektron ortalama serbest yolunun l_e ile gösterildiği ve safsızlıkların çok fazla olduğu süperiletkenlerde eşuyum uzunluğu yaklaşık olarak $(\zeta_0 l_e)^{1/2}$ değerine düşmektedir.

1.3.2.2.Tip- I ve Tip- II süperiletkenler

Süperiletken malzemeler manyetik alan altındaki davranışlarına göre iki farklı özellik gösterirler ve Tip- I ve Tip- II olarak adlandırılırlar. Tip- I süperiletken grubunu genellikle saf metaller oluştururken alaşımlar ve geçiş metalleri Tip- II süperiletkenlik özelliği gösterir. Tip-I ve Tip-II metalik süperiletkenlerin süperiletkenlik mekanizmalarında farklılık yoktur. Her ikiside sıfır manyetik alanda süperiletken-normal geçişinde benzer özelliklere sahiptir. Fakat Tip- I ve Tip- II süperiletkenler arasında Meissner etkisi farklılık gösterir. Tip- I süperiletkenlerde manyetik alanın dışlanması indüksiyon ile oluşan yüzey akımlarından kaynaklanmaktadır. Bu süperiletkenler uygulanan manyetik alanı dışarıda tutar ancak kritik manyetik alan değerinde manyetik alanın tümü içeri girer ve malzeme normal hale geçer. Yine benzer şekilde Tip-I süperiletkenlerde kritik manyetik alan değerine kadar mıknatıslık negatif yönde hemen hemen lineer olarak artar ancak kritik manyetik alan değerinde keskin bir şekilde düşerek ölçülemeyecek kadar küçük değerlere gider ve neredeyse sıfır olur.



Şekil 1.10 Tip- I ve Tip-II süperiletkenlerde manyetik alanın sıcaklıkla değişimi

I.tip süperiletkenlerde normal- süperiletken geçişler keskindir ve ayrıca I.tip süperiletkenlerin kritik manyetik alan değerleri H_c çok küçük olduğundan süperiletken mıknatıs yapımında kullanışlı değillerdir. Yüksek kritik manyetik alan değerine sahip

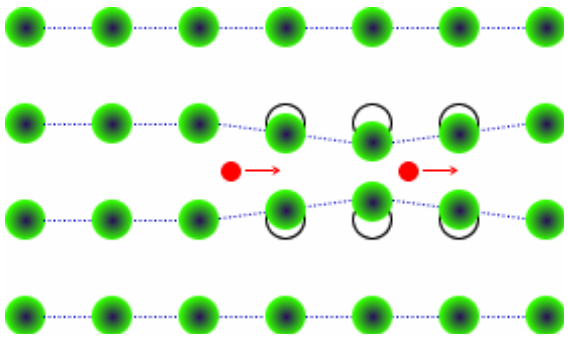
olan II.tip süperiletkenler mıknatıs yapımında kullanılmaktadır ve bu nedenle teknolojik uygulamalarda önemli bir yere sahiptir(Şekil 1.10).

II.tip süperiletkenler H_{c1} kritik manyetik alan değerine kadar I.tip süperiletkenlerin özelliğini gösterirler yani H_{c1} değerine kadar alanı dışarıda tutar ve negatif yönde mıknatıslanırlar. Bu kritik manyetik alan değerine "alt kritik manyetik alan" denir. Bu değerin üstünde uygulanan alanlarda alanın bir kısmı dışlanmakta ve bir kısmı da malzemeye nüfuz edebilmektedir. Bu durumda dahi malzeme süperiletkenliğini sürdürmeye devam etmektedir. Ancak manyetik alan H_{c2} olarak ifade edilen üst kritik manyetik alan değerine ulaştığında alan tümüyle malzemeye girer ve süperiletkenlik yok olur. H_{c1} ve H_{c2} değerleri arasında uygulanan alanlarda, madde "karışık durum" olarak tanımlanmıştır. Karışık durumda süperiletken hala sıfır dirence sahiptir ancak kuantize akı çizgileri malzemenin içinde ki bazı bölgelere girebilir(Annet 2003).

1.3.3. Süperiletkenliğin mikroskobik modeli (BCS teorisi)

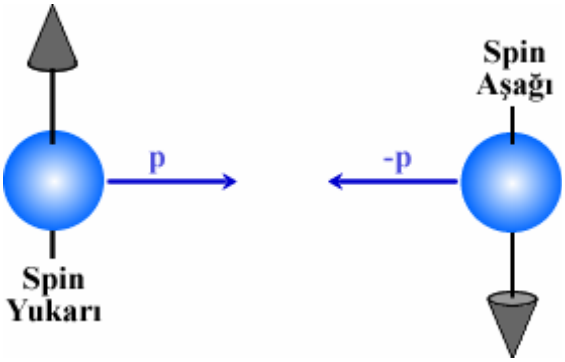
BCS teorisi, süperiletkenliğin ilk mikroskobik teorisidir ve 1957 yılında John Bardeen, Leon Cooper ve Robert Schriffer tarafından kurulmuştur. Bu teori termal düzensizliklerin ve Coulomb itmesinin üstesinden gelen düzenli elektronlar düşüncesini temel almaktadır. Elektronlar istatistiksel olarak aynı enerji ve momentumda olmayı tercih ederler. BCS teorisinin temel düşüncesi, örgü titreşimlerinin süperiletkenlikte etkin rol oynadığı ve elektron-fonon etkileşiminin süperiletkenliğe neden olabileceğidir.

Bu teorinin özü ise, fermi yüzeyine yakın dar bir enerji aralığında bulunan elektronlar arasındaki net bir çekimsel etkileşme olup mutlak sıfır civarındaki süperiletkenliği açıklamaya yöneliktir(Şekil 1.11).



Şekil 1.11 İki elektron arasındaki örgü bozulmasından doğan çekici etkileşmenin şematik gösterimi

Her elektron zıt momentum ve spine sahip diğer bir elektron ile çiftlenmiş olup bu elektronlar Cooper çifti olarak adlandırılırlar(Şekil 1.12). Elektronlar zıt momentum ve spine sahip oldukları zaman bağlanma enerjileri en büyük değerini almaktadır. Elektronlar arasındaki bu çekim etkileşmesi, taban durumu (süperiletken) üst durumdan (normal) ayıran bir enerji aralığı oluşturur. Bu enerji aralığı fermi enerji düzeyine yerleşmiştir(Bednorz ve Müller 1986).



Şekil 1.12 Cooper çifti şematik gösterimi

Cooper, atomik örgü titreşimlerinin doğrudan bütün elektronları birleştirmekten sorumlu olduğunu farketmiştir. Bu titreşimler, elektronların bir takım halinde çiftlenmesini sağlamakta ve bunların kristal örgü içerisindeki engellerle herhangi bir temasa girmeden aralarından geçmesini sağlamaktadır. Elektronlar arasındaki etkileşmede elektronların birbirini coulomb etkisi ile itmeleri beklentisine karşın elektronların birbirini çekmesi oldukça ilgi çekici olmuştur. BCS teorisine göre bu çekimsel etkileşim şu şekilde açıklanabilir; süperiletken örgü içerisindeki pozitif yüklenmiş bir bölgeden negatif yüklü bir elektron geçtiğinde örgü uyarılır ve pozitif yüklerin hareketi ile örgüde bir büzüşme meydana gelir. Pozitif yüklerin bu hareketi örgüde momentum taşıyan bir dalga gibi yayılacaktır. Yani sözü edilen elektron fonon salmaktadır. Elektron bu bölgeden çıkmadan ve örgü eski pozisyonuna dönmeden önce bu bölgede bulunan ikinci bir elektron bu fononu yutarak birinci elektronu takip eder. Öndeki elektronun ikinci elektronu itmesi beklenmesine rağmen elektronlar arasındaki bir miktar momentum değiş-tokuşu ile birbirilerini çekmeleri sağlanmış olur. Sonuç olarak BCS teorisine göre, elektronlar arasında coulomb ve fonon indüklemeli etkileşimlerin sonucu oluşan net etkileşim çekimsel olduğunda metaller süperiletken

davranış gösterirler. Öyleyse süperiletkenliğin oluşumu için elektronların çekimsel etkileşim(zayıf bağlı) ile Cooper çiftleri oluşturmaları gerekiyor(Şekil 1.12).

1.4. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenliği terimi T_c değerine baklımaksızın günümüzde sadece Cu-O düzlemi içeren tabakalı yapıya sahip süperiletkenler için kullanılmaktadır. 1986 yılına kadar yapılan süperiletkenlik çalışmalarında kritik sıcaklığın 30K civarında olduğu bulunmuştur. Ancak 1986 yılından itibaren ard arda bulunan La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O sistemleri ile bilinen en yüksek kritik sıcaklık, günümüzde Hg-tabanlı süperiletken sistem için 166*K*'e kadar yükseltilmiştir. Bu yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinden görüldüğü gibi yüksek T_c 'li malzemelerin hemen hepsi bakır-oksit tabakası içermektedir.

1.4.1. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin yapısal özellikleri

Süperiletken bileşikler, perovskit olarak adlandırılan kristal yapı cinsinden sınıflandırılabilir. Ortorombik yapıya sahip *($a \neq b \neq c$),* $YBa_2Cu_3O_7$ *($Tc \approx 92$ K)* çok tabakalı perovskitlerdendir. Bu sınıftaki bileşik metallerin bağıl oranlarından dolayı, bazen 1-2-3 malzemeleri olarak adlandırılmaktadırlar(Bilgeç 2004).

Bu malzemelerin kristal yapıları; CuO_2 düzlemli ve eksik-oksijene sahip perovskit yapılar olarak tanımlanabilir. Daima güçlü bir anizotropiye yani süperiletkenlik özelliklerinde yön duyarlılığına sahiptirler. Etkin süperakımlar; Josephson çiftlenimi ile birbirlerine bağlanmış CuO_2 düzlemleri boyunca akar. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin 1021/cc'lik taşıyıcı yoğunluğu; elementel düşük sıcaklık süperiletkenlerinkinin yaklaşık iki katı kadardır. Eşuyum uzunluğu ise düşük sıcaklık süperiletkenlerine göre daha küçüktür ve düzlem doğrultusuna göre farklılık gösterir. Yani; CuO_2 düzlemine dik doğrultuda yaklaşık 3 *Å,* bu düzlem boyunca 10 *Å* olarak değişime sahiptirler. Buradan maksimum süperakımlar bakır-oksijen düzlemlerinde yüksek, bu düzlemlere dik doğrultuda ise çok düşük olduğu sonucuna varabiliriz.

Y-Ba-Cu-O oksit süperiletken sistemi pratik uygulamalar için oldukça çekicidir. Çünkü sıvı azot sıcaklığında süperiletken olabilmektedir(Murakami 1992). Şuana kadar, La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O olmak üzere beş temel yüksek sıcaklık oksit süperiletkenleri keşfedilmiş ve çalışılmıştır.

Bi-Sr-Ca-CuO ve Tl-Ba-Ca-CuO ailelerinin genel formülü $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ ve $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$'dir. Burada n = 1,2 ve 3 değerleri alabilmekte ve birim hücredeki CuO_2 düzlemlerinin değerini göstermektedir. Üç temel tabakalanmış fazı vardır. Bu bileşikler ortorombik yapıya sahip olup Cu-O zincirleri içermezler.

$HgBa_2Ca_{n-1}Cu_2O_y$ ailesinin yapısı, n adet CuO_2 ve (n-1) adet Ca tabakasının BaO/HgO/BaO kaya tuzu arasında sandviçlenmesi ile inşa edilir. Bu Hg bileşikleri yüksek kritik sıcaklığa sahiptir. T_c, CuO_2 tabakasının (n sayısının) artması ile artar ve $n > 3$ için azalır. n = 1,2,3,4 ve 5 bileşikleri için sırasıyla 94 K, 127 K, 134 K, 126 K ve 112 K kritik sıcaklıklar kaydedilmiştir (Dzhafarov 1996).

$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) bileşiği ilk sentezlenen ve halen en yaygın olarak incelenen malzemelerden biridir. Her bir YBCO birim hücresi; İtriyum atomlarının bir düzlemi ile ayrılmış ve iki BaO tabakası arasında kalmış iki CuO_2 düzlemi içerir. Cu-O tabakalarındaki oksijen dağılımına ve miktarına bağlı olacak şekilde; olası iki simetriye (tetragonal ya da ortorombik) sahiptir.

1.4.2. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin elektriksel ve manyetik özellikleri

Yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinden gözlemler, yüksek T_c'li malzemelerin hemen hepsinin bakır-oksit tabakası içerdiğini gösterir. Bileşiklerdeki bakır-oksit tabakalarının sayısı ile kritik sıcaklık arasında doğrudan bir ilişki olduğu görülmektedir. Bakır-oksit tabakalarının, yapı periyodik olarak kendini tekrarlayana kadar eklenmesi T_c ' yi artırır. CuO ve CuO_2 tabakalarındaki bakırın değerliğinin ve kimyasal bağ doğrultusunun yönü araştırılmaktadır. Bu araştırmalardan elde edilecek sonuçlara bağlı olarak bazı araştırmacılar, T_c için 200K'in üzerindeki değerlere erişebileceği beklentisi içerisindedirler. Süperakımların maksimum değerlerinin, bakır-oksit düzlemlerinde yüksek ve bu düzlemlere dik doğrultuda çok düşük olduğu gerçeği kesin olarak bilinmektedir. Maalesef sınır etkileri gibi faktörler nedeniyle, hacimli (bulk) seramiklerde akım yoğunluğu çok daha düşüktür. Mesela çok kristalli yapıdaki $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ örneklerinde kritik akım yoğunluğu $10\text{-}10^{10}$ A/m^2 arasındadır. Pek çok uygulama için bu değerlerin çok düşük olduğu görülmüştür. Bu malzemelerde içinde akımın çok iyi aktığı tanecikler ve bu tanecik ara yüzeylerinde yalıtkan gibi davranan safsızlıklar mevcuttur. Akım hem taneciklerden hem de tanecikleri ayıran sınırlardan geçmek zorundadır. Bundan dolayı tanecikler arası akım sadece zayıf bağ davranışı olarak bilinen Josephson olayı ile geçer. Pek çok bilim adamı, bu malzemelerdeki kritik

akımı bu etkilerin sınırladığına inanmaktadır. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde uyum uzunluğu, nüfuz derinliğinden çok küçük olduğundan bu malzemelerin hemen hepsi II. Tip süperiletkenlerdir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin alt kritik manyetik alanı B_{c1} değeri düşük, üst kritik manyetik alan B_{c2} değeri çok yüksektir. Böylelikle manyetik vortekslerin sabitlenmesi zayıflamakta ve bu durum kritik akım I_c' yi azaltmaktadır. Yeni oksit süperiletkenlerde fluksoidler için enerji bariyer büyüklüğünün konvaksiyonel süperiletkenlerden daha küçük olduğu ve küçük eşuyum uzunluğunun küçük enerji bariyerine neden olduğu belirlenmiştir(Yeshurun ve ark 1988). Hemen hemen tamamı izotropik olan düşük sıcaklık süperiletkenlerinin aksine, yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde yüksek uzaysal anizotropi görülmektedir. Anizotropi; kritik alan, kritik akım yoğunluğu, manyetik alanın girme derinliği ve direnç ölçümlerinde kendini göstermektedir. Bi-tabanlı bileşikler La ve Y-tabanlı bileşiklerden daha anizotropiktir. Tl bileşikleri ise muhtemelen hepsinden daha anizotropiktir. Anizotropi, yüksek sıcaklık süperiletkenliği için esas olduğu varsayılan tabakalı kristal yapıdan kaynaklanmaktadır. Yüksek kritik sıcaklıklı yeni malzemeler yapmak için araştırmacılar yüksek sıcaklık süperiletkenlerine çeşitli nadir element iyonları katkıladılar. Bu değişimlerin bazıları T_c' yi artırmasına rağmen bazılarının azalttığı bulunmuştur. Düşük sıcaklık süperiletkenleri ile yüksek sıcaklık süperiletkenleri arasındaki önemli bir farklılıkta yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin homojen olmamalarıdır. Süperiletken malzemeler için serbest gözenek, yüksek yoğunluk, tanecikler arası güçlü bağlantı ve şekillendirilebilir homojen yapı gibi özellikler önemlidir. Bu yeni bakır oksitli süperiletkenlerin sıfır direnç ve diamanyetizma gibi, süperiletkenlerin iki belirgin özelliğine sahip oldukları gerçeği de iyice yerleşmiştir. Buna ek olarak bu malzemelerin aşağıdaki özelliklere de sahip oldukları bilinmektedir:

- Bu malzemeler, üst kritik alanları 100T'dan daha büyük olan II.tip süperiletkenlerdir.
- Bu malzemeler aşırı derecede anizotropiktirler, yani yöne bağımlı özelliklere sahiptirler. Bunun en belirgin kanıtı; direncin, bakır-oksijen düzleminde çok küçük, bu düzleme dik doğrultuda ise çok büyük olmasıdır.
- Bunlar tanecikli veya seramik yapıdadırlar. Seramik yapıda olmalarından dolayı, esnek olmamak ve kırılgan olmak gibi uygun olmayan mekanik özelliklere sahiptirler.

- Bu malzemelerin süperiletkenlik özellikleri ile kristal yapıları arasında doğrudan bir ilişki olduğu görülmektedir. Bu kristal yapı, oksijen eksiği olan bakır-oksit tabakaları ve zincirleri olan bir yapıdır.
- Bakır- oksit tabakalarındaki atomların yerine başka atomların yerleştirilmesi süperiletkenliği bozmakta ve yok etmektedir. Başka konumlara yapılan yerleştirmelerin süperiletkenliğe etkileri ise çok küçüktür.
- Band aralıkları, yüksek sıcaklık özdirençleri, kritik akım yoğunlukları, kritik manyetik alanlar ve benzeri özellikleri farklı olmalarına rağmen, hemen hemen tüm yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerinin T_c kritik sıcaklıkları $90K$'e yakındır.
- Hacimli (bulk) çok kristalli yapıdaki malzemeler için kritik akım yoğunlukları çok düşüktür. Bu akım iyi yönlendirilmiş ince filmlerden çok daha yüksektir.

1.4.3. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde süperiletkenlik mekanizması

Bakır oksit süperiletkenleri, diğer oksitlere kıyasla kimyasal, yapısal ve elektriksel iletkenlik bakımından bir takım farklılıklar gösterir. Daha önce çalışılmış olan iletken oksitlerin büyük çoğunluğu, geçiş metallerindeki *d* orbitallerinin etkileşiminden şekillenen enerji bantlarındaki elektronların hareketini temel alır. Her geçiş-metali atomik orbitalleri üst üste biner ve etkileşir. Bunun sonucunda elektronlar tarafından kısmen doldurulması mümkün olan enerji durumlarının izinli olduğu bant şekillenir. Oksijenlerin enerji durumları çok küçük bir rol oynar ya da önemsizdir, elektronegatifliğin aynı tip bir yansıması, farklı olarak oksitlerin çoğunda yasak bant aralığına sebep olur. Bu tip iletken oksitlere örnek olarak V_6O_{13} gösterilebilir. Bununla birlikte bakır oksitlerde, oksijen orbitalleri ve metal orbitalleri arasında enerjideki farklılık çok küçüktür ve en yüksek işgal edilmiş elektronik durumlar dolaylarında büyük bir rol oynayan oksijen orbitalleri elektronik enerji bantlarına sebep olur. Bu yüzden oksijen, iletkenlikte bakır kadar önemli bir yere sahiptir. İletken oksitlerde bu nadir bir durumdur.

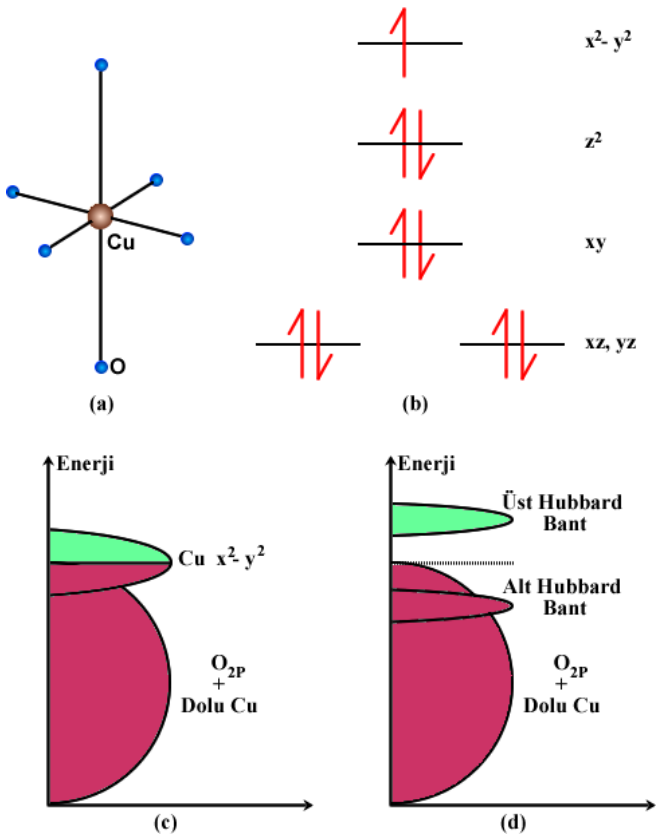
İkinci ve en ilginç etken, süperiletken bileşikler için temel oluşturan Cu^{2+} iyonlarının elektronik konfigürasyonlarından elde edilir. Cu^{2+} için elektronik konfigürasyon $3d^9$'dur. *d* orbitalinde mümkün enerji durumlarının on tanesinden dokuzu doludur. Bakır tabanlı süperiletkenlerde şekillenen Cu-O koordinasyon çok yüzlüsünde

(polyhedra) (sekizyüzlü, piramitler ve kareler) bu enerji seviyeleri dejenere değildir. Oksijen atomları arasında yönelen t_{2g} orbitalleri çok düşük enerjidedirler ve bundan dolayı elektronlar tarafından (altı elektron) tamamen doldurulmuş durumdadırlar. Cu-O koordinasyon çok yüzlüsünün şekilleri, dört tane oksijen atomu bir düzlemde komşu olacak şekilde ve bir oksijen (piramit) veya iki oksijen (sekizyüzlü) atomu oluşan düzlemin tepesinde olacak şekildedir. Orbitallerin enerjileri, *z* bileşenleriyle daha düşük olur. Çünkü oksijen orbitallerinden tepki daha küçüktür. Bu sonuç, düzlem oksijen atomlarına doğru gösterilen $dx^2 - y^2$ orbitalinde (Şekil 1.13 (b)) bir tane çiftlenmemiş elektronu olan dokuz-elektron konfigürasyonudur. Tek çiftlenmemiş elektron 1/2 spine sahiptir. Bu düşük spin değeri, katıda, spinler arası klasik olmayan (kuantum mekaniksel) etkileşimleri hesaba dâhil eder. Bu durum ferritlerde (iki değerlikli ve üç değerlikli katyonlar ihtiva eden seramik oksitler) spinlerin oldukça bilinen durumundan farklıdır. Örneğin, büyük spinler arası etkileşimler (Fe_3O_4 için 5/2 spin) daha geleneksel fizik tarafından tanımlanabilir.

Yalıtılmış atomlarda, bu orbitaller ayrı enerji durumlarıdır ama atomların birbirine yakın olduğu katılarda orbitaller etkileşir ve keskin atomik enerji durumları enerji bantları halini alır. O 2*p* durumlarının ve Cu 3*d* durumlarının benzer enerjisi Şekil 1.13 (c)'de gösterilen durum ile sonuçlanır. Cu $dx^2 - y^2$'nin elektronlarla yarı doldurulması bandı türetir ve oksijenin bandı türeten yüksek enerjili kısmı hemen hemen bakırdaki en yüksek işgal edilmiş durumun enerjisi ile aynıdır. Bu, iletken oksitlerdekinden daha karmaşıktır. Bu tip bir resim, süperiletkenlik yapısal tiplerinde Cu^{2+} oksitlerin metalik iletken olmasını gerektiğini öngörmektedir (Elektronlarla kısmen doldurulmuş bantlar tarafından mümkün enerji durumları yaklaşmaktadır). Hâlbuki onlar elektriksel yalıtkanlardır. Katıların elektronik özellikleri için standart durum elektronların birbirleri ile etkileşmediğini yalnızca atomik örgüye esas teşkil ettiğini kabul eder. Bakır oksitlerde durum bu değildir. Etkileşim söz konusudur. Erken fark edilen bu durum teorik fizikçiler için büyük fırsatlar sunmuştur. Bu umulmadık etkileşim yüksek sıcaklık süperiletkenliğinin mekanizmasının anlaşılmasının nedenlerinden biri olmuştur.

Tam olarak bakır tabanlı süperiletkenler için olan yarı dolu bantlardaki elektronlar arası etkileşimler en büyük değerindedir. $dx^2 - y^2$ orbitaline ikinci bir elektron ilavesinde, zaten orada bulunmakta olan elektronun itmesiyle orbital önemli miktarda ekstra enerji alır. Sonuçta ikinci elektron için enerji durumları ilk elektron için olandan daha yüksektir ve ikisi arasında izinli olmayan enerji değerlerinin olduğu bir boşluk vardır. Bu en yüksek işgal edilmiş oksijen durumları ile ikiye ayrılmış Cu dx^2 –

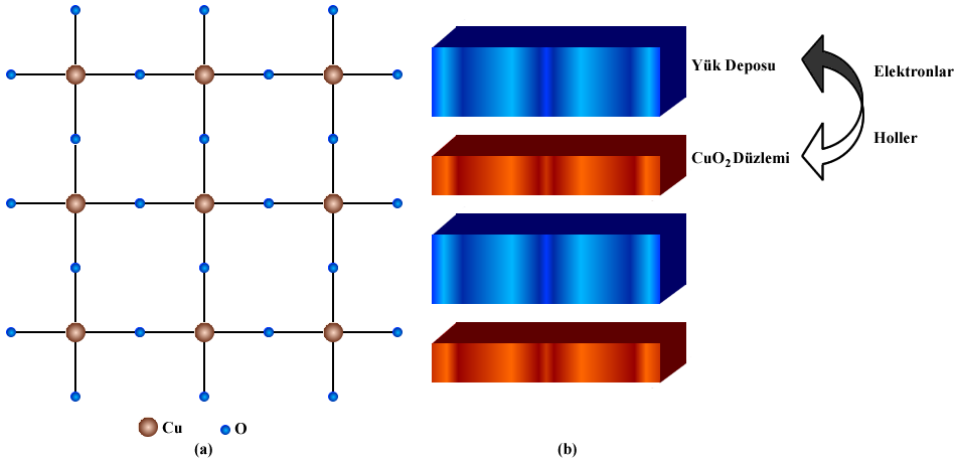
y^2 bandının boş bölümü arasındaki yasak bant aralığı yalıtkan davranışa neden olan şeydir (Şekil 1.13 (d)) (Cava 2000).



Şekil 1.13 (a) Bakır oksit süperiletkenlerde bulunan Cu-O koordinasyon çok yüzlüsü, (b) Cu^{2+} için *d* elektron konfigürasyonu, (c) Bakır oksit süperiletkenlerde enerji durumlarının şematik gösterimi, (d) Bakır tabanlı süperiletkenlerde elektron etkileşiminden dolayı $dx^2 - y^2$ bandının ayrılması

Elektronlar ilave edildiğinde ya da Şekil 1.13 (d)'de gösterilen ayrılmış elektronik temel durumda tam olarak olan şey, bakır tabanlı süperiletkenlerdeki bakır-oksijen örgüsünün özel geometrisidir. Bu durum günümüzde de çözüme ulaşmamıştır. Bakır tabanlı süperiletkenlerin yapısına genel bir bakış Şekil 1.14'da gösterilmiştir. Yapının kalbini oluşturan, birbirleriyle köşeleri paylaşan CuO_x koordinasyon çok yüzlüsünün (Şekil 1.13 (a)) temel karesi olan ve dama tahtası benzeri (Şekil 1.14 (a)) dokudan meydana gelen sonsuz CuO_2 düzlemleridir. CuO_4 karesinde dört oksijenin her biri bir başka bakır ile paylaşılır. Bu, 180^o (ya da ~180^o) Cu-O-Cu bağları ve baştan başa CuO_2 stokiyometrisi ile sonuçlanır. Bu CuO_2 tabakaları arasında diğer tabakalar vardır. Bu tabakalar yük depo tabakaları olarak bilinir (Şekil 1.14 (b)). Bu tabakalar CuO_2 düzlemlerinde mümkün elektronik durumlardaki elektronların sayısını kontrol

etmeye ve üçüncü boyutta CuO_2 düzlemlerini yalıtmaya ya da elektronik olarak bağlamaya yarar. Bakır tabanlı süperiletken ailesi içinde süperiletkenlik geçiş sıcaklığını tanımlamada anahtar bu yük depo tabakalarıdır.

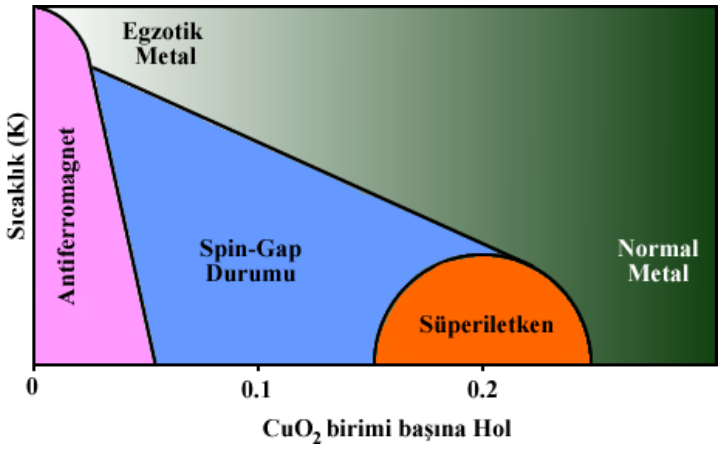


Şekil 1.14 (a) Köşelerindeki oksijeni paylaşan CuO_4 karelerinden meydana gelen CuO_2 düzlemleri, (b) Bakır oksit süperiletkenlerdeki elektronik tabakaların şematik gösterimi

Bakır oksit süperiletken ailesi malzemelerinde CuO_2 düzlemlerindeki 1/2 spinli iyonlar (her bakırda $dx^2 - y^2$ orbitalinde çiftlenmemiş bir elektron) yüksek sıcaklıkta antiferromanyetik olarak düzenlenir. Antiferromanyetik düzenlenme bakır spinlerinin çok güçlü şekilde çiftlenmesine işaret eder. CuO_2 düzleminde hesaba katılan bir elektron, bakır başına bir elektrondan değiştirildiğinde süperiletkenliğe neden olunur. Örneğin bileşikler Cu^{2+}'dan farklı bakır valansları yapmak için (tipik olarak daha yüksek) katkılanırlar. Bu, ya oksijen ilavesiyle ya bir atomun daha düşük veya daha yüksek valansa sahip bir başka atomla kısmi yer değiştirmesiyle ya da bileşiklerdeki atomların valanslarından dolayı doğal olarak meydana gelmesiyle yük depo tabakalarının manipülasyonu sağlar. Bu üç duruma ait örnekler sırasıyla söyle verilebilir. YBCO-123 bileşiğinde $YBa_2Cu_3O_6$'dan $YBa_2Cu_3O_7$'ye kadar oksijenin araya ilave edilmesi, $La_{2-x}Sr_xCuO_4$ katı çözeltisinde La için Sr'un kısmi yerdeğiştirmesi ve $Tl_2Ba_2CaCu_3O_8$ stokiyometrik bileşiğinde bakır valanslarının doğal olarak meydana gelmesi süperiletkenliğin sebepleridir.

Yarıiletken dilde, bileşik ailesi, ya elektronlarla ya da hollerle katkılanır ve antiferromanyetik düzenleme süperiletkenliği değiştirir. Bu bakır başına ~0.2 elektron katkılaması aşımında (Cu'nun normalde indirgemesi $Cu^{1.8+}$'dır) ya da elektron eksikliği

durumunda (Hol katkılaması; Cu'nun nolmalde oksidasyonu $Cu^{2.2+}$'dır) olur. Yüksek katkılama konsantrasyonlarında malzeme normal metalik iletken olur, süperiletken değildir. Pek çok deneye dayanarak hazırlanan geniş kapsamlı elektronik faz diyagramı elektron konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak şekil 1.15'de gösterilmiştir(Cava 2000).



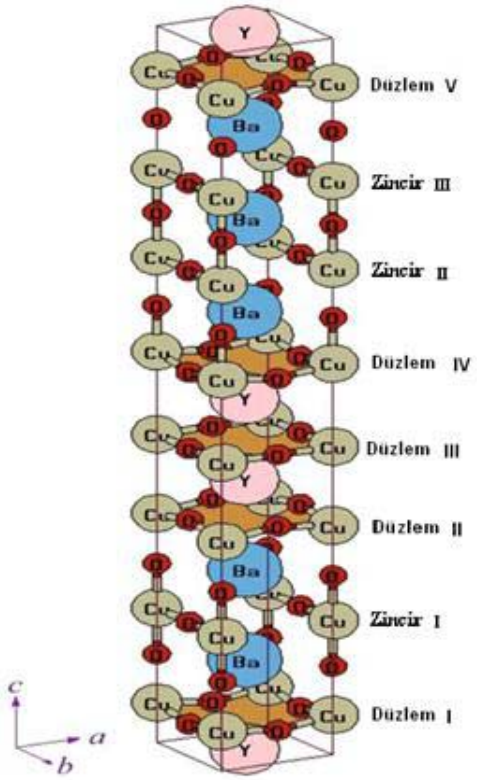
Şekil 1.15 Bakır oksit süperiletkenler için genel elektronik faz diyagramı

1.4.4. $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ (Y-358)'in yapısı ve genel özellikleri

Y–123 yapısı üzerine yüksek basınçla yapılan kritik sıcaklık artırma çalışmaları YBCO ailesi içerisindeki bileşiklere kimyasal katkılama ya da yapısal değişiklikler yapılarak ortam basıncında kritik sıcaklığın yükseltilebileceğini işaret etmiştir. Bu doğrultuda herhangi bir katkılama yapılmadan yapısal değişiklikle 100*K*' den yukarıda kritik sıcaklığa sahip YBCO ailesine ait yeni bir üye keşfedilmiştir. Bu yeni üyenin formülü $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ şeklindedir ve adlandırılması Y–358 şeklindedir. Y–358 fazı yapısında beş CuO_2 düzlemi ve üç CuO zinciri bulundurur(Tavana ve Akhavan 2009). Y-358 süperiletken bileşiğinin, Y-123 süperiletken bileşiğinden fazla sayıda CuO zinciri ve CuO_2 düzlemi olması dışında Y-123'e benzer kristal yapısı vardır. CuO_2 düzlemlerinin artması ve CuO zincirlerinin pozisyonunun, Y-358 bileşeninin geçiş ısı değerinde önemli etkileri vardır(Aliabadi ve ark., 2009).

Bu fazın kristal yapısının birim hücresi Şekil 1.16' da gösterilmiştir. Şekil 1.16'da CuO_2 düzlemi I' den V' e şeklinde, CuO zinciri ise I' den III' e biçiminde

işaretlenmiştir. III düzlemi yapısında tepe oksijen atomu bulundurmaz. (Tavana ve Akhavan, 2009).



Şekil 1.16 Y–358 yapısının kristal yapısının birim hücresi

Sebebi net olarak açıklanamamakla beraber bakır-oksit(Cu-O) ailelerinin içinde maksimum kritik sıcaklığa sahip bireylerin hep üç adet CuO_2 düzlemine sahip oldukları iddia edilmişti. Y–358 fazı aslında izole edilmiş sıralı ikili düzlem grubu ve sıralı üçlü düzlem grubu şeklinde iki sıralı düzlem grubundan oluşmuştur. Yapılan ölçümlerde diğer YBCO ailesinin üyelerine kıyasla Y–358 fazının beş düzleminde hol miktarı artmış tepe oksijen atomu bulunmayan tek düzlemde ise azalmıştır. Hol miktarları artan bu dört düzlemdeki hol miktarlarının daha da artırılması bileşiği aşırı katkılı duruma (overdoped) geçirecektir (Tavana ve Akhavan 2009).

Manyetik alanın Y-358 elektrik iletim özellikleri üzerindeki etkisi Y-123 sistemleri ile oldukça benzerdir(Mirzadeh ve ark., 2005). Bu yüksek cuprate süperiletkenlerin tanecik özelliklerinden dolayı beklenen bir durumdur. Burulma açısı, tepe oksijeni gibi birçok yapısal parametreler, CuO_2 düzlemleri, CuO zincirleri, CuO çifte zincirleri ve yüksek-T_c cuprate süperiletkenlerin farklı yönelimleri ve yerleşmeleri ve dolayısıyla T_c'nin artmasını etkileyen farklı yönelimler ve yerleşimler vardır. Son zamanlarda, düzlemlerdeki gözenek konsantrasyonu üzerindeki DFT(Fonksiyonel

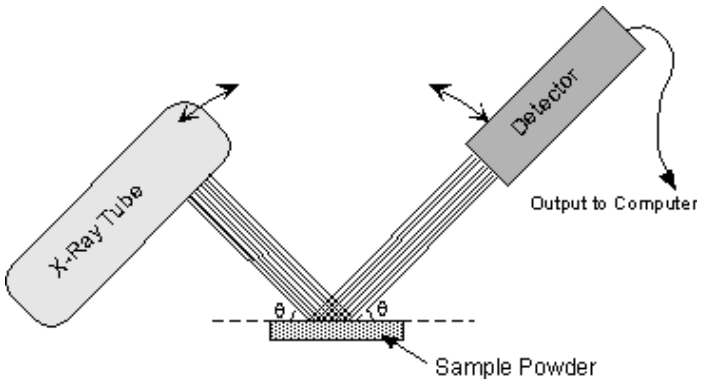
Yoğunluk Teorisi)(Tavana ve Akhavan, 2009) hesaplamaları ve YBCO ailesinin farklı üyelerinin zincirleri ve Y-358 bileşiğinin band yapısı, Y-358'de bulunan beş düzlemden dördündeki gözenek içeriğinin arttığını ve hiç tepe oksijeni olmayan beşinci düzlemde, gözenek içeriğinin düştüğünü göstermiştir. Dört düzlemden birinde gözenek içeriğinin artması bu düzlemi aşırı katkılama düzenine sokar. Bunların tümü bir araya getirildiğinde, Y-358 sisteminde sadece iç CuO_2 düzleminin süperiletkenlik düzeninde olması önerilmektedir, ki bu da üç Cu-O düzlemin cuprate'larda en yüksek T_c'ye sahip olduğu iddiasını teyit etmektedir(Nakajima ve ark., 1987).

Değişik hazırlama koşullarına bağlı olarak $102K$ ile $116K$ arasında değişen kritik sıcaklık değerlerine sahip Y–358 fazının daha yüksek kritik sıcaklık değerlerine sahip olabilmesi için, CuO zincirlerinden CuO_2 düzlemlerine hol aktarılmasının faydalı olacağı yapılan çalışmalarla ortaya konmuştur.

1.5. Süperiletken Malzemelerin Karakterizasyonu

1.5.1. X-ışını kırınımı (XRD)

Kristal yapı, üç boyutlu uzayda düzgün tekrarlanan bir deseni temel alan bir atomik yapıya sahiptir. Bu nedenle, katıların kristal yapısı, yapıda bulunan atom gruplarının ya da moleküllerin katıya özgü olacak şekilde geometrik düzende bir araya gelmesi ile oluşur. İlk kez Max van Laue tarafından kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir.



Şekil 1.17 X-ışını oluşumunun şematik gösterimi

X-ışını kırınımı kristal yüzeyine gelen ve alt tabakalardan yansıyan ışınların aldıkları yol, dalga boyunun tam katına eşit olduğu zaman gerçekleşmektedir. Eğer alınan yol, dalga boyunun tam katları değilse ışınlar birbirini sönümleyerek kaybolacaktır. Kırınım demetlerinin şiddeti, birim hücre içindeki atomların yerleri hakkında bilgi verir. Kırınım doğrultuları ise yalnız birim hücrenin şekli ve büyüklüğü ile belirlenir.

İlk bakışta x-ışınlarının kristalden kırınımı ile görünür ışığın aynadan yansıması çok benzer görünür. Çünkü her iki olayda da geliş açısı yansıma açısına eşittir. Fakat kırınım ve yansıma birbirinden oldukça farklı olaylardır. Görünür ışığın yansıması herhangi bir geliş açısında olur ve yansıma hemen hemen yüzde yüz verimlidir.

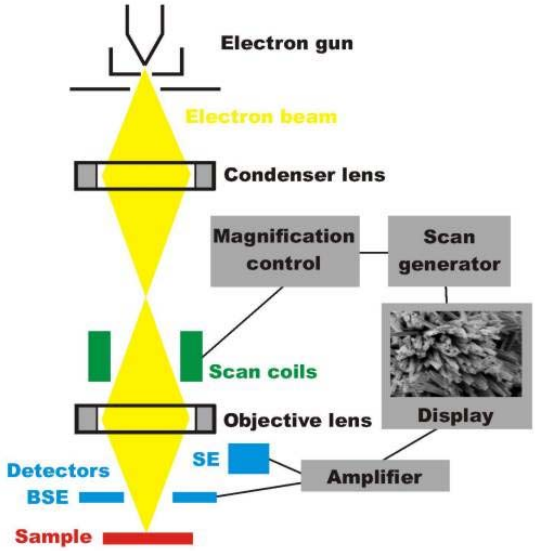
Bir kristalin kırınım demeti, gelen demetin yolu üzerinde bulunan bütün kristal atomlarının saçtığı ışınlar tarafından meydana gelmektedir. Kırınıma uğramış x-ışını demetinin şiddeti, gelen demetin şiddetine göre çok zayıftır. Görünür ışığın yansıması herhangi bir geliş açısında olur(Şekil 1.17). Tek dalga boylu x-ışınlarının kırınımı yalnız Bragg yasasını sağlayan özel açılarda meydana gelir.

X-ışını difraktometresi kullanılarak kırınım açıları elde edilir ve bu açı değerlerinden düzlemler arası mesafe(*hkl*) miller indisleri bulunabilir.

1.5.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu yani SEM, çok küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranması prensibiyle çalışır. Manfred von Ardenne öncülüğünde 1930'lu yıllarda geliştirilmiştir. En sık kullanıldığı biçimiyle yüzeyden yayılan ikincil elektronlarla yapılan ölçüm, özellikle yüzeyin engebeli(topografik) yapısıyla ilişkili bir görüntü oluşturur.

Taramalı Elektron Mikroskobu, optik kolon, örnek hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır(Şekil 1.18).

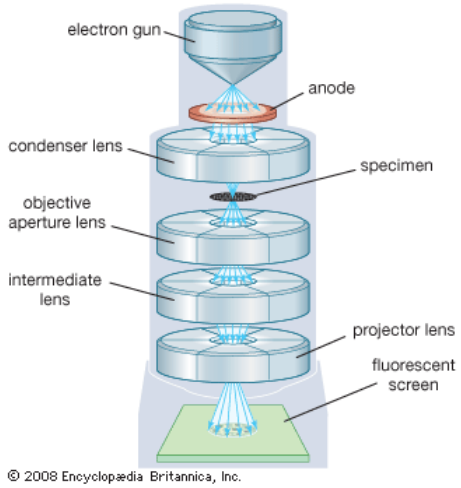


Şekil 1.18 Taramalı elektron mikroskobu şematik gösterimi ve görüntü alınımı

Yüksek enerjili demet elektronları örnek atomlarının dış yörünge elektronları ile esnek olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar örnek yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları örnek yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron olarak tanımlanır. İkincil elektronlar örnek odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar örnek yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için örneklerin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.

1.5.3. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM)

Geçirmeli elektron mikroskobu veya TEM cismin içinden geçirilen yüksek enerjili elektronların görüntülenmesi prensibine dayanır. Max Knoll ve Ernst Ruska tarafından 1930'larda yapılan çalışmalar sonucu ortaya çıkan geçirmeli elektron mikroskobu, optik mikroskoba kıyasla çok daha küçük ayrıntıları görmeye olanak sağlar. TEM'de elektron demeti örneğin içinden geçerek yol alır, elektron demeti kaynaktan yayıldıktan sonra mercekler yardımıyla örneğe odaklanır. Örneğe gelen elektron demeti malzemenin içinden geçerek malzemenin yapısı ile ilgili görüntü verir(Şekil 1.19).



Şekil 1.19 Geçirmeli elektron mikroskobu şematik gösterimi

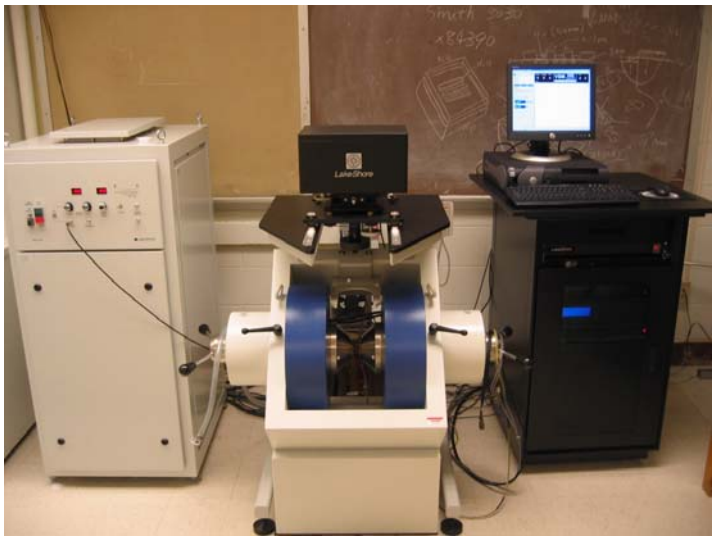
Geçirmeli elektron mikroskobu, günümüzde kullanılan en güçlü elektron mikroskobudur. Kullanım kolaylığının yanında görüntüleme kararlılığı ve 100-500 Kv faz aralığı ile birçok çalışma için öncelik tercihidir. Cihaz 0.14 nm'ye kadar gösterim olanağı sağlar. Bu yöntemde elektronların dağılımı incelenerek malzemenin manyetik yapısı hakkında bilgi edinilebilir.

1.5.4. Titreşim örneklemeli manyetometre (VSM)

Malzemelerin manyetik ölçümleri, en az elektriksel ve kristalografik ölçümleri kadar önemlidir. Bildiğimiz gibi tüm malzemeler dışardan uygulanan bir manyetik alana karşı tepki vermektedirler. Dışardan uygulanan bu manyetik alan, malzeme içerisinde bir manyetizasyona neden olmaktadır ki her malzeme uygulanan alana karşı kendine özgü bir manyetizasyona sahip olur. Bu durum malzemenin uygulanan alana karşı göstermiş olduğu duyarlılıkla ilişkilidir. Bu duyarlılığın ölçüsüne malzemenin manyetik duygunluğu denmektedir. Yani manyetizasyonun, uygulanan alana göre değişim hızı dM/dH, malzemenin duyarlılığının yani duygunluğunun bir ölçüsüdür. Bu durumda dışarıdan uygulanan alanın malzemede manyetizasyonun oluşumuna neden olduğunu söyleyebiliriz.

Manyetik ölçümler için Foner tarafından geliştirilen VSM'in çalışma prensibi, titreştirilen örnek yanındaki sarımlarda meydana gelen akı değişimlerinin ölçülmesine dayanır ve maksimum 8 kOe'lik bir dış manyetik alan uygulayabilen bir normal sarımlı manyete sahiptir(Şekil 1.20). VSM'de sıcaklık aralığı ise 300-650*K*'dir. VSM'de örnek, uygulanan bir manyetik alanda sabit frekans ve genlikte algılama kangalının içinde

titreştirilmektedir. Örneğin oluşturduğu değişken manyetik alan nedeni ile algılama kangalında indüklenen gerilim kilitlemeli yükselteç ile ölçülmektedir. Kilitlemeli yükseltecin faz ayarı, örneği titreştiren AC kaynaktan gelen referans işaretine göre yapılarak sistemden gelen gürültü süzülmektedir. Ölçülen bu gerilim, kalibrasyon sabiti ile çarpılarak manyetik moment birimi emu'ya çevrilmektedir (Cullity 1972). VSM'nin ölçüm duyarlılığı 10^{-5} emu'dur.



Şekil 1.20 Mıknatıslanma ölçümlerinde kullanılan titreşimli örnek VSM manyetometresi

1.5.5. A.C. Manyetometre

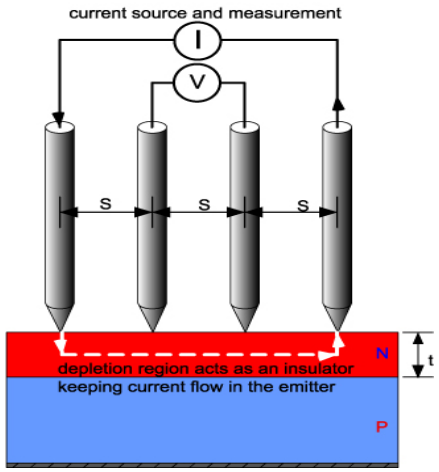
Bu metodla yapılan ölçümlerde küçük bir A.C.-sürücü manyetik alan üzerine bir D.C.-alan bindirilerek örnekte zaman bağımlı bir moment oluşumuna yol açılır. Zaman bağımlı momentin alanı algılama bobinlerinin uçlarında bir akım oluşturur ki bu da örneğin hareket etmesine gereksinim duyulmadan ölçüm yapılmasına yol açar. Dedektör devresi, normalde A.C.-sürücü frekansın temel frekansında oldukça dar bir frekans bandında algılamaya göre ayarlanmıştır. A.C.-magnetometre ile ne gibi nicelikler ölçüldüğünü anlamak için ölçüm sonuçlarının D.C.-magnetometre ölçümlerine son derece yakın olan çok düşük frekans aralığı göz önüne alınır. Bu durumda örneğin manyetik momenti D.C. deneylerde ölçülen M(H) eğrisini izler.

A.C. ölçümlerinin avantajlarından en önemlisi, sistemin bütünü en küçük bir değişime bile çok hassas olduğundan, oldukça küçük manyetik değişimler kolaylıkla algılanıp ölçülebilir. Yüksek frekans değerlerinde, örneğin A.C.-momenti örnek

içerisindeki dinamik etkiler nedeniyle D.C.-mıknatıslanma eğrisini izleyemez. Bu nedenle A.C.-duygunluk genellikle dinamik duygunluk olarak adlandırılır.

1.5.6. Dört nokta yöntemi (FPP)

Özdirenç ölçümleri için kullanılan yaygın ve kullanışlı bir teknik standart dört nokta yöntemidir(Şekil 1.21). Valdes (1954) tarafından ρ özdirenç, voltaj ve akımın okunan değerleri arasındaki fonksiyonel ilişki, farklı geometriler için verilmiştir. Uhlir (1955) daha farklı geometriler için fonksiyonel ilişkileri genişletmiştir. Bütün bu çalışmalar üç boyutlu sonsuz yapılarda, bir doğrultu için incelenmiştir. Sonlu malzemeler için olan ilişkiyi ise Smith (1958) yayınlamıştır.



Şekil 1.21 Dört nokta yöntemi şematik gösterimi

Bir akım kaynağı sonsuz genişlikteki bir tabaka için potansiyelde uzaklığa bağlı bir değişim verir:

$$\varphi-\varphi_0=(I\rho_s/2\pi)\ln r \qquad (1.4)$$

Burada φ potansiyel, I akım, ρ_s tabaka özdirenci ve r akım kaynağının tabakaya olan uzaklığıdır.

Bir dipol (+kaynak ve -kaynak) için potansiyel ise aşağıdaki gibi olur:

$$\varphi-\varphi_0=(I\rho_x/2\pi)\ln(r_1/r_2) \quad (1.5)$$

Bu durumda tabaka üzerindeki FPP'un iki dış noktası dipol gibi görünür. Buradan hareketle, sonsuz genişlikte bir tabaka için potansiyel farklıdır:

$$\Delta\varphi=V=(I\rho_s/\pi)\ln 2 \quad (1.6)$$

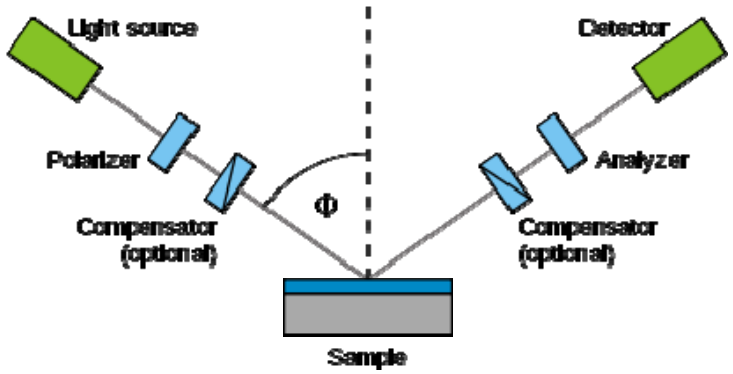
Buradan tabaka özdirenci:

$$\rho_s=(V/I)(\pi/\ln 2)=(V/I)4.5324 \quad (1.7)$$

olarak bulunur.

1.5.7. Elipsometri tekniği

Dairesel kutuplanmış ışığın elde edilmesiyle başlayan teknolojik gelişmeler, ışık kırılmasıyla ilgili 19.yy da Fresnel tarafından geliştirilen formüllerle ilerleyerek elipsometrenin hayata geçirilmesinde rol oynamıştır. Bu gelişmelerin sonucu olarak, 1960'lı yıllarda, yüzey fizikokimyasının özelliklerinin bilinmesiyle silikon teknolojisinin gelişmesi sağlanmış, daha küçük elektronik sistemlerin oluşturulması için yol açılmıştır.



Şekil 1.22 Elipsometrenin şematik gösterimi

Elipsometre, ışığın bir malzemeden geçmesi veya yansıması sırasında kutuplanmasında oluşan değişikliği ölçer(Şekil 1.22). Kutuplanmadaki değişim genlik oranı Ψ ve faz değişimi Δ ile ifade edilir. Elde edilen veriler her bir malzemenin optik

özelliklerine ve ölçülen filmin kalınlığına bağlıdır. Bu sayede elipsometre film kalınlığı tayininde ve malzemelerin optik sabitlerinin belirlenmesinde kullanılabilmektedir. Ayrıca elipsometre, malzemelerin bileşiminin, kristalleşme seviyesinin, pürüzlülüğünün ve katkılama oranlarının belirlenmesinde de kullanılabilir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

1986 yılına kadar yapılan süperiletkenlik çalışmalarında kritik sıcaklığın 30*K* civarında olduğu bulunmuştur. Ancak 1986 yılından itibaren ard arda bulunan La-Ba-Cu-O, Y-Ba-Cu-O, Bi-Sr-Ca-Cu-O, Tl-Ba-Ca-Cu-O ve Hg-Ba-Ca-Cu-O sistemleri ile bilinen en yüksek kritik sıcaklık, günümüzde Hg-tabanlı süperiletken sistem için 166 *K*'e kadar yükseltilmiştir. Bu yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerinden görüldüğü gibi yüksek T_c'li malzemelerin hemen hepsi Cu-O tabakası içermektedir. Bu bileşiklerdeki Cu-O tabakalarının sayısı ile kritik sıcaklık arasında doğrudan bir ilişki olduğu görülmektedir. Yani Cu-O tabakalarının, yapı periyodik olarak kendini tekrarlayana dek eklenmesi T_c'yi artırır.

[Y-Ba-Cu-O], [Bi-Sr-Ca-Cu-O] ve [Tl-Ba-Ca-Cu-O] oksit süperiletken sistemleri pratik uygulamalar için oldukça çekicidir. Çünkü sıvı azot sıcaklığında süperiletken olabilmektedirler (Murakami 1992).

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinde uyum uzunluğu nüfuz derinliğinden çok küçük olduğundan bu malzemelerin hemen hepsi II.tip süperiletkenlerdir. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin alt kritik manyetik alan B_{c1} değeri düşük, üst kritik manyetik alan B_{c2} değeri çok yüksektir. Böylelikle manyetik vortekslerin sabitlenmesi zayıflamakta ve bu durum kritik akım I_c'yi azaltmaktadır. Yeni oksit süperiletkenlerde fluksoidler için enerji bariyer büyüklüğünün konvaksiyonel süperiletkenlerden daha küçük olduğu ve küçük eşuyum uzunluğunun küçük enerji bariyerine neden olduğu belirlenmiştir(Yeshurun ve Malozemo).

Seramik yüksek sıcaklık süperiletken ailelerinin bulunuşu bu alandaki çalışmalara bir ivme kazandırmıştır. Yüksek sıcaklık süperiletken ailelerinden biri olan BSCCO sisteminde Bi_2O_3 cam yapıcı Sr, Ca ve Cu elementleri cam düzenleyici olarak hareket ederler. Araştırma grupları BSCCO sistemine çeşitli katkılar yaparak (Komatsu ve Tohge 1989, Sato ve ark. 1989, Kishore ve ark. 1996, Yakıncı ve ark. 1996, Khan ve ark. 1997) cam oluşum bölgesini iyi yönde geliştirmeyi ve elektriksel özelliklerini artırmayı amaçlamışlardır.

Yeni yüksek T_c'li malzemelerinin birçoğu bakır oksit bileşikleridir. Ortorombik yapıya sahip ($a = b \neq c$) $YBa_2Cu_3O_7$, ($T_c \approx$ 92 K) çok tabakalı perovskitlerdir. Bu tür

bileşik metallerin bağıl oranlarından dolayı, bazen 1-2-3 malzemeleri olarak adlandırılmaktadırlar (Bilgeç 2004).

2.2. YBCO'nun Genel Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

YBCO süperiletken bileşikleri oksijen eksikliğine duyarlıdırlar. Oksijen miktarındaki düşme Cu-O düzlemlerini etkileyerek örneğin süperiletkenlik göstermesini engelleyebilir. Oksijen eksikliği olan YBCO (Y211) örneği tetragonal yapıda olmaktadır. Buna karşılık oksijeni yeterince alarak süperiletkenlik gösteren YBCO (Y123) örneği ortorombik yapıda olmaktadır (Kikuchi ve ark. 1987).

Tüm yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin, süperiletiminde baskın rol oynayan CuO_2 düzlemlerinin oluşturduğu tabakalanmış yapısı vardır. Diğer bileşenler CuO_2 düzlemlerinde yük yoğunluğunu düzenleyen yük deposu olarak davranırken taşıyıcılar yalnızca bu düzlemler boyunca hareket ederler. YBCO'nun özel durumunda, her birim hücre iki adet BaO tabakasıyla araya alınmış ve Y atomuyla ayrılmış iki adet CuO_2 düzlem içerir (Çelik 2006, Cava 2000).

Y-Ba-Cu-O sisteminin kristal yapısı, Bakır ve Oksijenin CuO zincirini ve CuO_2 düzlemlerini içerir. Y-Ba-Cu-O sisteminde bütün yapılarda iki adet CuO_2 düzlemleri mevcut olup, $YBa_2Cu_3O_7$ yapısında bir, $YBa_2Cu_4O_8$ yapısında iki ve $Y_2Ba_4Cu_7O_{15}$ yapısında da *c* ekseni boyunca ardışık olarak bir ve iki adet CuO zincirleri bulunur (Dzhafarov 1996 ve Çelik 2006).

Diğer yüksek T_c süperiletkenleri gibi; YBCO'da II.tip süperiletken sınıfına girer. Yani bu yapıda da manyetik alanın dışlanması için bir enerji kullanımının gerekliliği yerine, manyetik alan süperakımlarla çevrelenmiş, girdap denilen akı tüpleri içine hapsedilmiştir (Bilgeç 2004).

2.3. YBCO Hazırlama Teknikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

Bulk yüksek sıcaklık süperiletkenlerini üretmek için çeşitli yöntemler kullanılmıştır. Sinterleme, seramik yönteminde sıklıkla kullanılır ve pratik iletkenler yapmada çeşitli avantajlar sağlar. Bununla birlikte yüksek J_c'ye sahip malzemeler yapmada başarısız bir yöntemdir. Sinterlenmiş bulk örneklerde tanecik kıyılarında ki zayıf bağların düşük J_c değerlerinin kaynağı olduğuna inanılmaktadır (Murakami 1992).

YBCO örnekleri elde etme işlemlerinin çoğu oksijence fakir bir ortamda yapılır ve bu yapı tetragonaldir. Bu durumda, ortorombik süperiletken fazı elde etmek için örneklere oksijen verilmelidir. Optimum oksijen içeriğine sahip malzemeleri elde etmek için örneğin ölçütlerine bağlı süre boyunca yaklaşık 400 ^{o}C – 550 ^{o}C sıcaklıkta oksijen akışında ısıtılması gerekir (Çelik 2006, Murakami 1992).

Eriyik yöntemiyle hazırlanmış YBaCuO da büyük J_c değerleri elde edilebilirken bazı örneklerin uzunluğu sınırlıdır. Uzun iletkenler üretmek için toz metalurjikal metodlar sıklıkla kullanılmaktadır. Bu metodlar oksit süperiletkenlere uygulanabilmekte ve Bi tel/şerit üretiminde, YBaCuO sistemlerinde J_c değerlerinin hala küçük olmasına rağmen başarılı sonuçlar elde edilmiştir (Murakami 1992).

Sinterleme seramik yönteminde sıklıkla kullanılır ve pratik uygulamalar için ihtiyaç duyulan tam şekilli seramikler hazırlamada pek çok avantaj sunar. Bileşikler, nispeten düşük sıcaklıklarda katıhal reaksiyon tekniği ile üretilebilir. Ayrıca ısıl işlem şartlarının kontrol edilmesiyle tanecik boyutu gibi mikroyapının karakteristikleri kontrol edilebilir. Bununla birlikte, iyi J_c değerlerinin kolaylıkla elde edilebilmesine rağmen sinterlenmiş bulk oksit süperiletkenlerdeki küçük J_c değerlerinin olduğu kabul edilmiştir. Düşük J_c değerleri sinterlenmiş malzemelerin pratik uygulamaları için engel teşkil etmektedir. Sinterlenmiş bulk YBaCuO'da J_c'yi tanımlamada birkaç parametrenin önemli olduğu düşünülmektedir. Bunlar: homojenlik, yoğunluk, oksijen içeriği(J_c), çatlaklar ve tanecik kıyılarındaki bağlar.Bu parametreler üretim koşulları ile güçlü bir şekilde etkilenmektedir(Murakami 1992).

Zayıf bağları azaltmak için Jin ve arkadaşları bir erimiş doku yöntemi (MTG) kullandı. Sinterlenmiş YBaCuO eritildi ve yavaşça bir termal gradyent içinde soğutuldu. Tanecik büyütme için tercih edilen yönelimin *a-b* düzleminde olduğu bilinmektedir ve böylece tanecikler bu yön boyunca yönelmiştir. MTG örneğinin geçiş J_c değerleri 10^4 A/cm^2 'yi $77K$ de ve sıfır alanda aşmıştır. Bu da tanecik yöneliminin bazı zayıf bağları elimine edebildiğini göstermektedir. Bununla birlikte J_c değerleri akı tutulumunun (flux pinning) yetersiz olduğu önerisince, manyetik alanda hala çok küçüktür(Murakami 1992).

Kritik akım yoğunluğunu artırmak için zayıf bağların elimine edilmesi ve etkili pinning merkezlerinin bilinmesi gereklidir. Eriyik YBaCuO yönteminde zayıf bağlar olmaksızın yeterli büyüklükteki bir hacim üretilebilir. Bununla birlikte akıyı tutma davranışı tam olarak anlaşılmıştır. Bir kaç grup akının bir yerde tutulmasına ilişkin çelişkili sonuçlar elde edilmiştir. Bu J_c değerlerinin oksit süperiletkenlerde oldukça

anizotropik olduğu sonucuna ve sadece akıma ve alan yönelimine değil aynı zamanda J_c değerlerini ölçüm metodlarına da çok güçlü bir şekilde bağlı olduğu sonucuna varılmıştır(Murakami 1992).

Katıhal tepkime yöntemi, kolaylığı ve ucuzluğu bakımından süperiletkenlik araştırma grupları tarafından en geniş kullanım alanına sahip olanıdır. Bu yöntemde bileşikler, oksit, karbonat, nitrat gibi başlangıç maddeleri ile hazırlanır. Başlangıç maddelerinin saflığı uygun sonuçlar elde edebilmek için şarttır. Başlangıç maddeleri, uygun oranlarda karıştırılır ve ince tozlar haline getirebilmek için havanda öğütülür (amaç homojen bir karışım elde etmektir). Öğütme işleminden sonra malzeme üzerindeki ilk ısıl işlem olan kalsinasyon aşamasına geçilir. Bu işlemin amacı öğütme sırasında toz karışım içerisine giren yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır. Bu da katıhal tepkime yönteminin temelini teşkil eder. Kalsinasyon için tozlar bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir fırın içerisinde belirli sıcaklıklarda belirli sürelerde tutulur. Daha sonra fırından çıkarılan tozlar tekrar havan yardımıyla öğütülür (ara öğütme) ve bu işlem birkaç kez tekrarlanabilir. Kalsinasyondan sonra sinterleme öncesi şekil vermek ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için presleme yapılır. Presleme için genellikle 4–6 ton arası basınç uygulanarak tozlar tabletler haline getirilir. Son aşama ise süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arası bağlantıları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek ve bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirli sürelerde tabletleri sinterlemektir. Bu sinterleme işlemi, örneğin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve belirli süre bekledikten sonra yavaşça oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir. Katıhal tepkime yönteminde ara öğütme (Sing, 1998), optimum tavlama süre ve sıcaklığı (Asada ve ark 1988) ile yavaş soğutma oranları çok önemlidir (Kase ve ark 1990). Tabletlerin ısıtılmasından sonra örnek içinde meydan gelebilecek iç zorlanma ve gerilmelerden kaçınmak için fırın yavaş soğutulmalıdır. Bu yöntemde örneğin öğütülme, kalsinasyon ve sinterleme süresi ve sıcaklığı süperiletken malzemenin cinsine göre değişmektedir. Kalsinasyon sırasında sıcaklık YBCO ailesi için 850 – 950ºC arasındadır.

Çalışmada YBCO süperiletken örnekler aşağıda verilen reaksiyon denklemine göre üretilmiştir.

$Y(NO_3)3.\ 6H_2O + Cu(NO_3)2.\ 3(H_20) + Ba(NO_3)2 \rightarrow YBa_2Cu_3O_7 + k(N_2O) + b(NO_2) + t(NO) + 6H_2O$

Örnekleri hazırlamak için gereken nitratlı bileşikler, bir beher içerisine konularak çeker ocakta ısıl işleme tabi tutulmuş, sıcaklık artırıldığında nitratlı bileşiklerde bulunan nitratlar yavaş yavaş erimeye ve azot içeren gazlar yayılmaya başlamıştır. Karışım siyah bir hal aldıktan sonra, elde edilen bu karışım, içinde kalması muhtemel azotlu bileşiklerin ortamdan uzaklaştırılabilmesi için kalsinasyona tabi tutulmuştur. Havanda yarım saat kadar öğütülen bu karışım, soğuk preslenerek elde edilen tabletler, oksijen atmosferinde sinterlenmiş ve süperiletken tabletler haline getirilmiştir. XRD desenleri incelendiğinde ağırlıklı fazın Y123 olduğu ve az da olsa Y211 fazının olduğu görülmüştür. 970ºC'de 20 saat sinterlenerek üretilen katkısız örnek için kritik geçiş sıcaklık değeri T_c=92K ve kritik akım yoğunluğu J_c=150A/cm^2 olarak ölçülmüştür(Türköz ve ark).

2.4. YBCO' nun Yapısal Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

YBCO'nun kristal örgüsü a = 0.382, b = 0.389 ve c = 1.168 nm örgü parametrelerine sahip ve Pmmm/4 kristal simetrili ortorombik yapıdadır. Bununla birlikte bu malzeme oksijensiz ortamda ısıl işleme maruz kalırsa, oksijen atomlarından birini kaybederek benzer bir yapıda (tetragonal yapıda) fakat çok farklı karakterde olan $YBa_2Cu_3O_6$ yarıiletkenine dönüşür (Bilgeç 2004).

YBCO sisteminde normal ve süperiletken durumlar oksijen konsantrasyonu ve ortorombik fazdaki oksijen düzenlenmesine çok bağlıdır. Bu sistem ısıl işlem ortamında bulunan gazların cinsine ve oksijen basıncına bağlı olarak 600ºC'den 750ºC'ye kadar ortorombik-tetragonal faz geçişi gösterir. Oksijen miktarı arttıkça kritik sıcaklık değeri yükselmekte, birim hücre hacmi küçülmekte, ortorombiklik artmaktadır. Yine oksijen miktarının artışıyla birim hücre parametrelerinden a, azalmakta; b, artmakta ve belli bir değerden sonra azalmakta; c, azalmaktadır (Çelik 2006, Conder K. 2000).

Bileşik iki mümkün yapıda bulunabilir. Bu yapılar tetragonal ($a = b \neq c$) ve ortorombik ($a = b \neq c$)'dir. Bu yapıların oluşumu hücre kenarlarındaki son Cu-O tabakalarındaki oksijen dağılımı miktarına bağlıdır. Düşük oksijen konsantrasyonu için ($\delta \leq 1$), birim hücredeki alt ve üst CuO düzlemlerindeki Cu atomlar arasına oksijen atomları rastgele dağılırlar. Bu durumda tetragonal yapı oluşumuna öncülük eder. Yine de, δ'nın değeri sıfıra yakınsa, oksijen atomları bu tabakalardaki Cu atomlarının b eksen

yönünde aralarına düzenli bir şekilde yerleşerek ortorombik yapıyı oluştururlar ve CuO zinciri olarak isimlendirilirler (Çelik 2006).

YBCO örneklerinin nemli havadan ve sudan korunması son derece önemlidir. Bunun nedeni suyun YBCO ile reaksiyona girerek Y_2BaCuO_5 süperiletken olmayan faza dönüşmesidir (Çelik 2006).

YBCO sisteminin, geçiş sıcaklığı 80*K* olan YBCO-124 ve 50*K* olan YBCO-247 fazları da vardır. Bu iki faz normal koşullarda oluşturulamazlar. Yani oldukça yüksek oksijen basıncına ya da normal basınçta hava ortamındaki ek alkali metal bileşiklerine ihtiyaç vardır. Y-124, $YBa_2Cu_4O_8$ yapısında olmak üzere sabit oksijen miktarı içerir (Bilgeç 2004).

2.5. YBCO' nun Elektriksel Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

Malzemelerin elektriksel özelliklerini belirlemek amacı ile farklı sıcaklıklarda akım-gerilim değerleri ölçülmüş, malzemelerin 45*K* sıcaklığında kritik akım yoğunluğu değerleri bulunmuştur. Bu değerler, malzeme üzerindeki gerilim kontakları arasında $1\mu V/cm$'lik elektrik alan oluştuğundaki akım değerinin saptanması ile bulunmuştur(Jensen 1992).

Yapı içerisindeki ikincil fazlar, kritik akım yoğunluğuna etkendir. Akı tuzak merkezi olara davranan bu fazlar, eşuyumluluk uzunluğundan (~2*nm*) büyük olduğu zaman kritik akım yoğunluğu değeri artmaktadır(Lian ve ark 1990, Murakami 1999, Langhorn ve ark 1999).

2.6. YBCO' nun Manyetik Özellikleri Üzerine Yapılan Çalışmalar

Tanecikli $YBa_2Cu_3O_{7-x}$'de doğrusal olmayan manyetik davranış incelenmiş, tanecikler arası zayıf bağlanmanın Josephson eklemlerine benzer bağlardan oluştuğu önerilmiştir(Jeffries ve ark 1989).

YBCO tek kristallerinde T_c'ye yakın sıcaklıklarda doğrusal olmayan manyetik davranış gözlemlenmiş, doğrusal olmayan manyetik davranışın ana kaynağının akı sürüklenmesi ile açıklanabileceği önerilmiştir(Xenikos ve ark 1990).

Çalışmada mevcut I-V ölçüm sistemi yeniden tasarımlanarak 77-300*K* sıcaklık aralığında YBCO yüksek sıcaklık üstüniletkeninin kritik akım değerleri bilgisayar kontrollü olarak ölçülmüştür. Oda sıcaklığından sıvı azot sıcaklığına sıfır manyetik alan

altında soğutulan örneklere 77*K*'de 0 *mA*'den başlayarak 100 *mA*'e kadar 5'er *mA*'lik artışlarla akım uygulanarak gerilim değerleri ölçülmüştür. 1 $\mu V/cm$ kriteri esas alınarak yapılan hesaplamalar sonucunda üç farklı örnek için kritik akım yoğunlukları Y1, Y2 ve Y3 örnekleri için sırası ile 37.5x103± 4x103 A/m^2, 3.2x103 ± 0.5x103 A/m^2 ve 40x103± 5x103 A/m^2 olarak bulunmuştur(Şentürk ve ark).

Çalışmada ardışık ısıl çevrimlerin malzemenin transport özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Standart katıhal reaksiyonu ile hazırlanan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ yığın süperiletkeninin kritik sıcaklığı AC direnç-sıcaklık ölçüm sistemi kullanılarak ölçülmüştür. Yapılan ardışık akım-gerilim ölçümlerinin malzemenin transport özelliklerine etkisini incelemek amacıyla DC akım-gerilim ölçüm sistemi tasarlanmış, tasarlanan sistemde ısıtma, soğutmalarla birlikte ardışık olarak akım-gerilim ölçümlei sıfır alanda ve iki farklı manyetik alan değerinde ölçülmüştür. Sıfır alanda yapılan ölçümlerde malzeme süperiletken durumda kalmış ve alınan ardışık ölçümler hata sınırları içinde birbirine özdeş çıkmıştır. Manyetik alanda yapılan ölçümlerde ise ardışık ölçümler sonucu transport özelliklerinin kötüye gittiği gözlenmiştir. Malzeme oda sıcaklığında bir süre bekletilerek ölçümler tekrarlandığında alınan birinci ölçümlerin hata sınırları içinde birbirine özdeş çıktığı gözlenmiştir. Sonuç olarak malzemenin maruz kaldığı ısıl işlemler ve magnetostriction'a bağlı olarak malzeme içinde çatlaklar oluşmakta ve bu çatlaklar nedeniyle malzemenin süperiletkenlik özellikleri kötüye gitmiştir. Sözü edilen çatlaklar malzeme oda sıcaklığına ısıtılıp orada bir süre (çatlakların durumuna bağlı) bekletildiğinde kendiliğinden ortadan kalkmıştır(Öncü ve ark).

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ yüksek sıcaklık seramik süperiletkeninin T=77K'de magnetizasyonunun analitik ifadesi ve ölçümleri sunulmuştur. Magnetizasyonunun davranışı dış alanın bir fonksiyonu olarak çalışılmıştır. Magnetizasyon ölçümleri balistik metod ile yürütülmüştür. Analitik ifadeler, Bean kritik modelinde H_{c1} alanı hesaba katılarak elde edilmiştir. Örneğin polikristal yapısının deneysel histeresiz tanımları ve granüle yapının anizotropisi de hesaba katılmıştır(Gamkrelidze ve ark 2008).

2.7. YBCO' ya İlişkin Diğer Çalışmalar

2.7.1. YBCO' da katkılama-yerdeğiştirme etkileri

İtriyum tabanlı (YBCO) süperiletkeni diğer Talyum tabanlı (TBCCO), Bizmut tabanlı (BSCCO) ve Civa tabanlı (HBCCO) süperiletkenlerle kıyaslandığında daha küçük T_c değerine sahiptir ancak yapısında toksin elementler barındırmaması, kullanılan elementlerin kararlı olması, kolay bir şekilde bulk olarak sentezlenebilmesi gibi nedenlerden dolayı katkılama çalışmalarında en çok tercih edilen bileşik haline gelmiştir (Skakle 1998).

Katkılama çalışmaları, YBCO'nun kimyası üzerine sağlıklı veriler elde etmede oldukça yardımcı olmuştur. Örgüdeki hol miktarı da, bu yapılan katkılamalarla kontrol altına alınabilir. Örneğin; La^{+3} iyonunun Ba^{+2} yerine katkılanması ile hol miktarı artar ve kritik sıcaklık (x=0.05) 94*K*' e çıkar. İyonik yarıçaplar, valans elektronları, katkılama yapılan bölge, elektron konfigürasyonu ve manyetik yapı, katkılama da sonucu etkileyen temel etkenlerdir.

YBCO'ya yapılan katkılama çalışmalarının temelde iki sebebi vardır. Bunlardan ilki; malzemenin süperiletkenlik özelliklerini (Kritik Sıcaklık T_c, Kritik Alan $H_{c1,2}$, Kritik Akım Yoğunluğu J_c vb.) değiştirmek ve böylece olası süperiletkenlik mekanizması ile ilgili daha fazla bilgi edinmek. İkincisi ise malzemenin yoğunluk, tanecik yapısı ve kırılganlık gibi fiziksel özelliklerini geliştirebilmektir. YBCO-123 bileşiğinin, hem anyonik hem de katyonik katkılamalara karşı uyumlu bir malzeme olduğu yapılan çeşitli incelemeler sonucunda ispatlamıştır (Bilgeç 2004).

YBCO süperiletken bileşiğinde, Y(itriyum) bölgesine toprak elementleri (lantanitler) katkılanmış ve momentler genellikle antiferromanyetik olarak etkileşimde bulunmuştur ve her biri dört ya da altı oksijen atomu ile çevrelenmiş tek kare düzlem Cu atomlarının, oksitlerin süperiletkenliğinde çok önemli bir yeri olduğu ifade edilmiştir (Xiao ve ark. 1987, Hor ve ark. 1987, Nakabayashi ve ark 1988). Y Bölgesine Tb katkılaması ile elde edilen $Y_{1-x}Tb_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ bileşiklerinde süperiletkenlik geçiş sıcaklığı *x*'e bağlı değildir. Ancak özdirenç, belirgin şekilde saf YBCO-123'ten daha büyüktür ve $x = 0.08$ değerinde en düşük değeri vermiştir (Kasper ve ark. 1988).

Ba(Baryum) bölgesine La(Lantanyum) katkılanmış ve farklı bir faz gözlenmiştir (Liang ve ark. 1989, Chandrachood ve ark. 1988, De Groot ve ark 1988, Tokiwa ve ark. 1988). Ba'un Sr(Stronsiyum) ile yerdeğiştirmesi sonucu 3 farklı yapı gözlenmiştir (Babu ve Greaves 1993, Den ve Kobayashi 1992, Harlow ve ark. 1996, Slater ve ark. 1994). Ba bölgesinde Ca(Kalsiyum) miktarının artması sonucu kritik sıcaklık değeri azalmıştır (Zhang ve ark. 1989, Zhao ve ark. 1988, Baldha ve ark. 1989).

Cu(Bakır) bölgesine yapılan bir kısım geçiş metali (Zr, Ta, Ti, Pt, Rh ve Re) katkılamalarında süperiletkenlikte bir değişim gözlenmemiş ancak bazı geçiş metalleri (Nb, V,Fe, Co, Ni, Pd ve Ru) katkılandığında kritik sıcaklıkta bir düşme gözlenmiştir(Skakle 1998).

2.7.2. YBCO' da basınç etkileri

YBCO süperiletken bileşiğine ilişkin alçak ve yüksek basınç altında çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalardan hareketle; basınç altında hazırlanan YBCO süperiletkeninde basıncın; özdirencin ve eşuyum uzunluğunun azalmasına , kritik sıcaklığın ise artmasına neden olduğu bulunmuştur(Ferreira ve ark 2004).

Basınç altında hazırlanan YBCO süperiletkenine orta şiddette alan uygulanarak yapılan başka bir çalışmada boşluk konsantrasyonu, kritik sıcaklık ve basınç arasındaki ilişkiler incelenmiştir. Araştırma sonunda; kritik sıcaklık değişimlerinin tamamiyle etkin terimden kaynaklandığı, basıncın düzlem üzerindeki boşluk konsantrasyonunu azalttığı gözlemlenmiştir(Caixeiro 2002).

Farklı oksijen bileşimli $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ tek kristallerinde hidrostatik basıncın direnç ve süperiletkenlik geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisinin incelendiği çalışmada ise süperiletkenlik geçiş sıcaklığının basınçtan oldukça etkilendiği ve basınç uygulaması ile direncin azalıp denge değerine ulaştığı bulunmuştur. Dirençteki azalmanın Cu-O düzlemindeki oksijen düzeniyle ilgili olduğu anlaşılmıştır(Balla ve ark 1997).

Erimiş karakterli YBCO'nun yüksek basınç ve yüksek sıcaklıkta oksidasyonu maddenin kritik akım yoğunluğunun artmasına ve makro çatlakların miktarının azalmasına neden olduğu bulunmuştur(Prikhna ve ark 2007).

2.7.3. YBCO' da oksijen konsantrasyonu

Değişen oksijen konsantrasyonlarına sahip $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ kristallerine 11 *Kbar*'a kadar yüksek basınç uygulandığında örneklerdeki oksijen miktarı azaldıkça *a-b* düzlemindeki direncin arttığı, kritik sıcaklığın azaldığı ve *a-b* düzlemine dikey eşuyum uzunluğunun arttığı gözlenmiştir(Vovk ve ark 2007).

$YBa_2Cu_3O_x$ süperiletken malzemesinin oksijen molekülleri ile 450-650˚C düşük sıcaklıklarda hazırlandığı çalışmada, *a*-ekseni yönelimli fazın yüzeyin ve kristalliğinin oksijen molekülleri ile geliştirildiği bulunmuştur. *a* fazının büyütmesinin, kısmi oksijen

basıncına oksijen molekülü miktarına bağlı olarak arttığı bulunmuştur(Endo ve ark 2000).

2.7.4. YBCO ince filmler

YBCO süperiletken bileşiği çeşitli teknikler(sputtering, sol-gel, CVD, PVD, PLD,vs) ve farklı altlıklar(STO, LAO, MgO_2, YSZ, Au, Ag, Si vs.) kullanılarak birçok ince film büyütme çalışmasında sıklıkla kullanılmıştır.

PLD tekniği kullanılarak $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ince filmler üretilmiş, yüksek kaliteli YBCO ince filmleri elde edebilmek için öncelikle optimum büyütme şartları araştırılmıştır. YBCO için uygun kristal örgüye ve termal genleşme katsayısına sahip LAO($LaAlO_3$) altlık olarak kullanılmıştır.. YBCO için optimum büyütme şartlarını belirledikten sonra LAO altlıklar üzerine yüksek kaliteli YBCO ince filmler büyütülmüştür. Son olarak PLD ile büyütülen ince filmlerin kristalliklerini ve homojenliklerini tayin etmek amacıyla, Yansımalı Yüksek Enerji Elektron Kırınımı (RHEED), X-Işını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX) ve Kritik Sıcaklık (T_c) ölçümleri yapılmıştır(Yurtcan ve ark 2011, Tozan 2010).

YBCO üstüniletken ince filmler RF Sputtering yöntemi ile hazırlanarak karakterizasyonu yapılmıştır. Hedef katıhal reaksiyonu yöntemi ile hazırlanan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ üstüniletkenidir. Filmler 15-35 *mTorr* olan argon-oksijen ortamında oluşturulmuştur. X-Işınları difraksiyonu yöntemi ile filmlerin c-yönelimli olduğu belirlenmiştir. Elektriksel direnç ölçümleri, dört nokta tekniği ile AC-direnç-sıcaklık ölçüm sistemi kullanılarak yapılmıştır. B= 0*G* ve B= 95*G* alanlarında kritik akım ölçümleri, DC akım-gerilim ölçüm sisteminde ardışık ısıtma ve soğutmalar ile birlikte yapılmıştır(Calınlı ve ark).

2.8. Y-358 ($Y_3Ba_5Cu_8O_x$) Üzerine Yapılan Çalışmalar

Y–358 fazı üzerine yapılan araştırmada YBCO ailesinden Y–124, Y–247, Y–358 ve Pr katkılı Y–123 (Pr–123) fazlı bileşiklerin Y–123 fazına oranla farklı CuO_2 düzlemlerindeki hol miktarlarındaki değişimi ve bu değişimin süperiletkenlik mekanizması üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapılan çalışma doğrultusunda toplam hol konsantrasyonu Y–124, Pr–123 bileşikleri ve Y–358 fazının düzlem 3 şeklinde

belirtilen düzleminde Y–123 fazına kıyasla az diğer düzlemlerde fazladır. Y–247 ve Y-358 fazlarının hol miktarları fazla olmasına rağmen Y–358 fazının kritik sıcaklığı, Y-123' den yüksek Y–247 fazının kritik sıcaklık değerinin ise düşük olması CuO_2 düzlemlerindeki hol miktarlarının kritik sıcaklığı etkileyen tek faktör olmadığını göstermektedir. Sonuçlar hol miktarının azalmasının süperiletkenlik mekanizmasını kesinlikle azalttığını fakat artmasının yeterli biçimde daha yüksek kritik sıcaklığa yol açmadığını göstermektedir. Y–358' in 3 ve 4 nolu düzleminin Cu bölgesindeki hol miktarı azalmıştır. 4 nolu düzlemdeki bu azalmayı oksijen atomlarındaki artma iyileştirir ve sonuçta bu düzlem daha iyi katkılanmış hale gelir. Fakat 3 nolu düzlemde hol miktarı toplamda Y–123' e göre azalmıştır bunun nedeni ise üç numaralı düzlemde, komşu düzlemlerin katkılanmasında çok önemli yük transferi rolü üstlenen tepe oksijen atomunun bulunmamasıdır. Bu durum Y–358'in mümkün süperiletkenlik özelliklerini azalttığı gibi en azından tüm sistemin süperiletkenliğinin üzerine küçük de (marginal) olsa etkisi vardır(Tavana ve Akhavan 2009).

Nanokristallerden oluşan $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ süperiletken tozu, sitrat-nitrat kendiliğinden yanma yoluyla hazırlanmıştır. Bir dizi $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ jel madde, 0.3-1.0 aralığında ki farklı sitrat-nitrat oranlarına, çeşitli miktarlarda sitrik asit eklenmesiyle hazırlanmıştır. Kurutma süreci esnasında kendiliğinden yanma reaksiyonu, kül tozu içindeki jel maddeye dönüştürülmüştür. $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ nanokristalik toz ürünü 900°C de kalsine edilmiştir. TG/DTA analizleri , $0.3 \leq c/n < 1.0$ aralığındaki jel maddenin, 230°C sıcaklıkta tek aşamalı kendiliğinde yanma reaksiyonu ile ayrıştığını ortaya çıkarmıştır. Kalan maddelere göre, kalsine edilerek hazırlanan $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ tozu c/n=0.7 oranından ötürü en küçük parçacık boyutlu(~10nm) ortorombik yapıya sahiptir ve bu XRD ve SEM karakterizasyonu ile belirlenmiştir. Bu çalışmada, c/n=0.5 ve 0.7 oranlı örnekler 100K'in üzerindeki sıcaklıklarda elektriksel süperiletken olarak bulunmuş ve bu standart dört nokta yöntemi kullanılarak ölçülmüştür. Ayrıca analizlerin sitokiyometrik reaksiyonu ve sitokiyometrinin korunması üzerinde durulmuştur(Suan ve ark 2012).

Yapılan çalışmada, Y-358 sistemlerinin ısıl iletkenlik ve ısıl elektrik gücü gibi, elektriksel ve geçiş özellikleri, yapısal/mikroyapısal üzerindeki ısıl işlem şartlarının etkisi incelenmiştir. Y-358'in aksine Y-123 fazının ısıl şartları incelenmiştir. XRD ve SEM analizleri sonucu en iyi yapısal örnek oluşumu 24 saat boyunca 900ºC de sinterlenerek elde edilmiştir. Tüm örnekler T_c değerini yaklaşık $91K$ olarak göstermiştir. Ayrıca S(T) değeri tüm örneklerde pozitif olarak bulunmuştur. S(T) verileri "Lineer T-terimli iki bantlı model" kullanılarak analiz edilmiştir. Örneklerin termal iletkenliğinde,

HT_c cupratların aksine T_c'nin hemen altında göze çarpan maksimum pik ile küçük pik bulunmuştur(Aksan ve ark 2012).

$Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ (Y-358) ve $Y_3Ba_5Ca_2Cu_8O_{18}$ (YCa-358) süperiletken bileşikleri sol-gel metodu kullanılarak sentezlenmiştir. Bu yüzden, Y-358 bileşiği içindeki Ca katkılamasının etkisi özdirençler, M(H) ve M(T) DC magnetizasyonları, akı iğneleme özellikleri, katkılı ve katkısız bileşiklerin kritik akım yoğunlukları ve AC alınganlıkları düşük sıcaklıklarda karşılaştırılarak çalışılmıştır. AC alınganlığı ve özdirenç ölçümleri gösterir ki; süperiletken geçiş sıcaklığı T_c, ana bileşik içindeki Ca 'nın eklenmesiyle yaklaşık $6K$ baskılanmıştır. YCa-358'in histerisis eğrileri piki, $45K$'in altındaki sıcaklıklarda ve sıfır alan uygulandığında yansımış bölgeler gibi görünür, sebebi belki YCa-358 bileşiğinin bölgesel modülasyonundan dolayıdır. Bu tür bir davranış ilk sefer için gözlenmiştir. Kritik akım yoğunluğu J_c, Y-358'in içine Ca eklenmesiyle azalan histerisis ölçümlerinden belirlenmiştir. YCa-358 ve Y-358 bileşikleri için $15K$'de J_c'nin maksimum değeri sırasıyla, 4.5×10^4 A/cm^2 ve 8×10^4 A/cm^2 bulunmuştur. Akı iğneleme kuvveti F_p, J_c değerlerinin bağıl alanlarından hesaplanmıştır. Y-358 içine Ca katkılamasıyla, tersinmezlik çizgisi alt manyetik alana doğru yön değiştirmiştir. Ayrıca, Ca eklenmesiyle Y-358'in süperiletken yoğunluk bölümü azalmıştır. Ters çıkış bileşenleri ve eş fazlı ölçümler AC alınganlığını açıkça göstermiştir(Ekicibil ve ark 2011).

Çalışmada $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ bileşiği, standart katıhal reaksiyon tekniği kullanılarak sentezlenmiştir. CuO, $BaCO_3$ ve Y_2O_3' ün 3N tozlarının uygun stokiyometrik oranları karıştırılmış, taşlanmış ve 12 saat boyunca 840℃ havada tepkimeye sokulmuştur. Daha sonra 5saat içinde oda sıcaklığına soğutulmuştur. Sinterleme sıcaklığı, 16400 STA sistemi kullanılarak TGA ve DT analizlerine uygulanarak belirlenmiştir. Sentezlenen örnekler oksijen atmosferinde 24 saat boyunca 890˚C -930ºC de bulunmaktadır. Daha sonra 10 saat boyunca oksijen akışında tutulan örnekler 500ºC'ye soğutulmuştur. Son olarak örnekler fırında oda sıcaklığına soğutulmuştur. Örneklere uygulanan XRD denemeleri, MAUD yazılım geliştirme programı yoluyla analiz edilmiştir. Analiz sonuçları, sembolik başlangıç stokiyometreli 358 faz yapısı göstermiştir. Y-358'in elektriksel direnci ve farklı manyetik alan değerleri altında davranışı ölçülmüştür. Elektriksel direnç, geçiş sıcaklığını T_c^{onset}=$102K$ ile geçiş enini ΔT_c=$2.4K$ gösterir. Bu Y-merkezli bileşiklerde böyle bir yüksek geçiş sıcaklığının gözlenmesi ilktir. Manyetik alan uygulanması, geçiş bölgesinin altına doğru yayılan özdirenç akımını doğurur ve $T_c(\rho=0)$ alt sıcaklıklara doğru yön değiştirmiştir. Ayrıca, T_c^{onset} bölgesinde yüksek

manyetik alanın uygulanmasıyla küçük bir genişleme gözlenmiştir. Örneklerin kristal yapısı, JXA-840 Joel model difraktometre kullanılarak analiz edilmiştir. X-ışını örnekleri MAUD yazılım geliştirme programı kullanılarak, örneğin lattice parametreleri ve ortorombik yapısı belirlenmiştir. Örneklerin özdirençleri ve manyetik dirençleri 0-15 *kOe* manyetik alan ve 10-300*K* aralığında dört nokta yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Örneklerin boyutu 10×3×1 mm^3 tür. Lattice parametreleri a=3.888 Å, b=3.823 Å, c=31.013 Å, birim hücre hacmi V=460.971 $Å^3$ olarak elde edilmiştir. Y123'ün a ve b parametreleri Y358'in hesaplanan a ve b parametrelerine çok yakındır, fakat Y358'in c parametresi, Y123'ün c parametresinin neredeyse 3 katıdır(Aliabadi ve ark 2009).

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Giriş

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin özellikleri, hazırlanma yöntemlerine önemli ölçüde bağlılık göstermektedir. Bu nedenle, seramik süperiletkenler amaca yönelik olarak değişik yöntemlerle hazırlanmaktadır. Bu yöntemlerden bazıları, katıhal tepkime yöntemi, çözelti-jel yöntemi, cam-seramik yöntemi, eritme döküm yöntemi, ince film ve kalın film üretme yöntemleridir. Bu yöntemlerin birbirlerine göre üstün tarafları bulunmaktadır. Yöntemlerin ortak hedefleri ise küçük parçacık boyutuna sahip istenilen stokiyometride homojen örneklerin elde edilmesiyle süperiletken malzemenin kalitesinin arttırılabilmesidir.

Çalışmada kullanılan katıhal tepkime yöntemi seramik süperiletken hazırlamak için kullanılan en genel yöntemdir. Bu klasik hazırlama tekniği, malzemelerin birbirileri ile homojen olarak karışmasını ve bu karışmış örneklerin yüksek sıcaklık fırınlarında bir takım ısısal işlemlere tabi tutulmasını içermektedir. Hazırlamak istenilen malzemeyi elde edecek şekilde tartılıp karıştırılan başlangıç tozları, genellikle agat havan kullanılarak öğütülür. Öğütme işleminin süresi hazırlanacak malzemenin cinsine ve miktarına göre değişiklik göstermektedir. Öğütme işleminden sonra, malzeme üzerindeki ilk ısısal işlem olan kalsinasyon aşamasına geçilir. Bu işlemin amacı, öğütme esnasında toz karışım içerisine giren atıkların, yabancı maddelerin, oksit ve karbondioksitlerin sıcaklıkla ayrışmasını sağlamaktır. Başka önemli bir olay ise, toz karışımda homojenliği sağlamaktır. Bu da zaten katıhal tepkime yönteminin temelini teşkil eder. Bunun için tozlar bir potaya konularak sıcaklığı ayarlanabilir bir fırın içerisinde belli bir sıcaklıkta belirlenen bir sürede tutulur. Daha sonra fırından çıkarılan tozlar tekrar agat havan yardımıyla öğütülür. Öğütülen tozlara uygulanacak sinterleme işlemi için, şekil vermek amacıyla presleme yapılır. Presleme için genellikle 4-6 ton arası basınç uygulanarak toz örnekler tablet haline getirilir. Son aşama ise, süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını yükseltmek ve bazı örgü kusurlarını ortadan kaldırmak için oksijen ortamında yüksek sıcaklıkta belirli sürede hazırlanan tabletleri tavlamaktır. Bu tavlama işlemi örneğin oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa arttırılması ve tavlama zamanı dolduktan sonra da yavaşça oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir. Bu yöntemde örneğin öğütülme, kalsinasyon ve sinterleme süresi hazırlanan süperiletken malzemenin cinsine göre değişmektedir.

3.1.1. Malzemenin hazırlanması

Bu çalışmada $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ süperiletken bileşiği katıhal tepkime yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Y_2O_3, $BaCO_3$ ve CuO tozları sitokiyometrik oranlarda 0.1 mg hassasiyete sahip dijital terazi ile tartılmış, örnek için aşağıdaki formül yardımıyla başlangıç karışımı hazırlanmıştır.

Y-358 için kimyasal reaksiyon formülü:

$3/2\ Y_2O_3 + 5\ BaCO_3 + 8CuO \rightarrow Y_3Ba_5Cu_8O_{17.5} + 10CO_2$

Başlangıç karışımını elde etmek için kullanılan bileşiklerin molekül ağırlık değerleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1 Başlangıç karışımını oluşturmak için kullanılan bileşiklerin sembolleri ve molekül ağırlıkları

Bileşiğin Formülü	Molekül Ağırlığı	Safsızlık
Y_2O_3	225.81	99.995
$BaCO_3$	197.3359	99.000
CuO	79.992	99.000

Tablo 3.2 Y-358 örneği bileşenlerinin miktarları

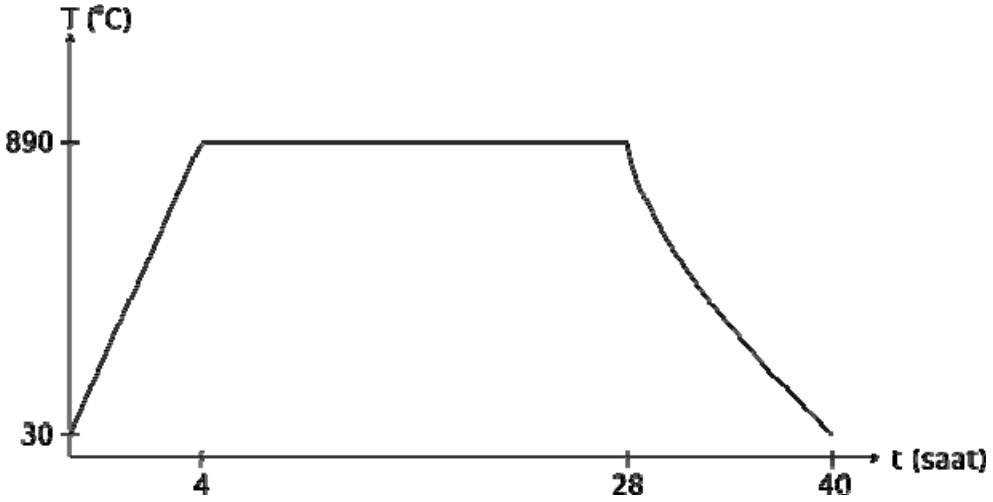
$Y_3Ba_5Cu_8O_{17.5}$ (g)	Y_2O_3 (g)	$BaCO_3$ (g)	CuO (g)
20.0000	3.8896	11.4445	7.3811

Bileşiği oluşturan tozlar, homojen bir karışım elde etmek için 1'er saatlik 4 öğütme seansıyla yaklaşık 4 saat süresince agad havanda karıştırılmıştır. Daha sonra bu karışım iki farklı sıcaklık değerinde kalsine edileceğinden ikiye ayrılmıştır. Gri renk alan ve pürüzsüz hale gelen karışım alümina(Al_2O_3) potalara konularak kalsinasyon işlemine hazır hale getirilmiştir.

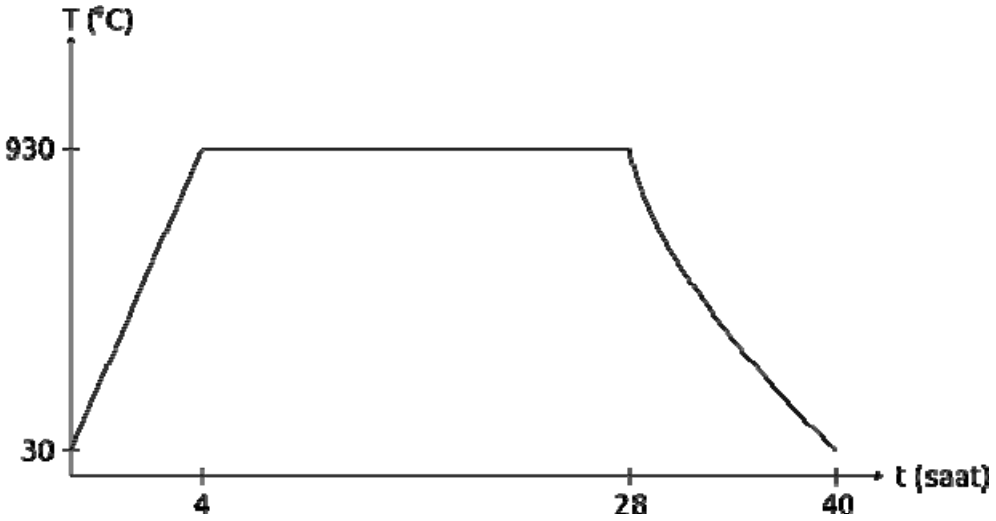
3.1.2. Kalsinasyon işlemi

Toz haldeki karışımlardan biri, kalibre edilmiş NABERTHERM marka ve N 11/R modelli kül fırınına yerleştirilmiştir. Fırın oda sıcaklığından itibaren 890ºC'ye 4

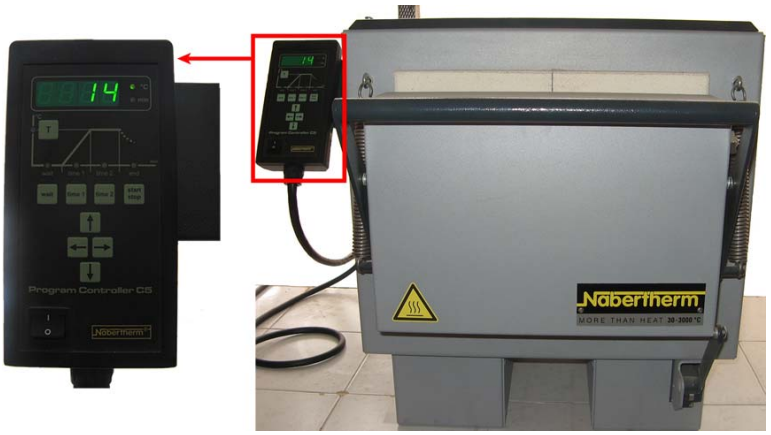
saatte ısıtılmıştır. Toz karışım, bu sıcaklıkta 24 saat süreyle bekletilmiştir. Daha sonra oda sıcaklığına kadar 12 saatte soğutulmuştur. Oda sıcaklığına kadar soğutulup fırından çıkarılan karışımın siyah renkli olduğu ve külçeleştiği gözlenmiştir. Fırından çıkartılan karışım, agad havanda iyice ezilerek, 1'er saat süreyle 3 aşamalı olarak öğütülmüştür. Ezilen karışım tekrar oda sıcaklığından itibaren 890˚C'ye hızla ısıtılmıştır. Karışım fırında, bu sıcaklıkta 24 saat süreyle tekrar bekletilmiştir. Bu işlem 3kez tekrarlanmış yani karışım 3 kez kalsine edilmiştir. Daha sonra oda sıcaklığına soğutulmuştur. 890˚C'de kalsine edilen karışımın kalsinasyon işlemine ilişkin grafik Şekil 3.1'de gösterilmektedir. Aynı şartlar altında karışımın diğer kısmı 930˚C'de yine 3 kez kalsine edilmiş, aynı işlemler tekrarlanmıştır. 930˚C'de kalsine edilen karışımın kalsinasyon grafiği Şekil 3.2'de gösterilmektedir. Kalsinasyon işleminin gerçekleştirildiği kül fırını ise Şekil 3.3'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1 Y-358 süperiletken bileşiğin 890˚C'de kalsinasyon grafiği



Şekil.3.2 Y-358 süperiletken bileşiğin 930˚C'de kalsinasyon grafiği



Şekil 3.3 C5 kontrol üniteli NABERTHERM - N 11/R kül fırını ve kontrol paneli

3.1.3. Kalsine edilmiş malzemelerin tablet haline getirilmesi

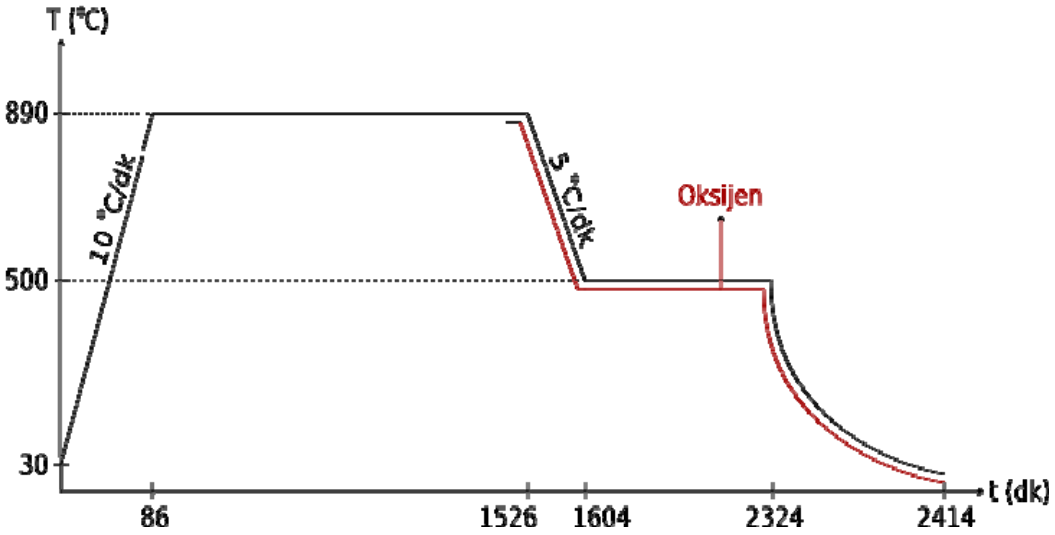
Kalsinasyon işlemlerinin ardından iyice öğütülen toz karışımlar yaklaşık 1 gramlık miktarlarda, 13 mm çapa sahip tablet kalıbında(die set) 1000 psi (68.948 bar = 6.8948 MPa) basınç altında 10 dakika preslenerek silindirik tabletler (pellet) haline getirilmiştir. Tablet yapımı esnasında kullanılan pres ve die-set Şekil 3.4'de gösterilmektedir.



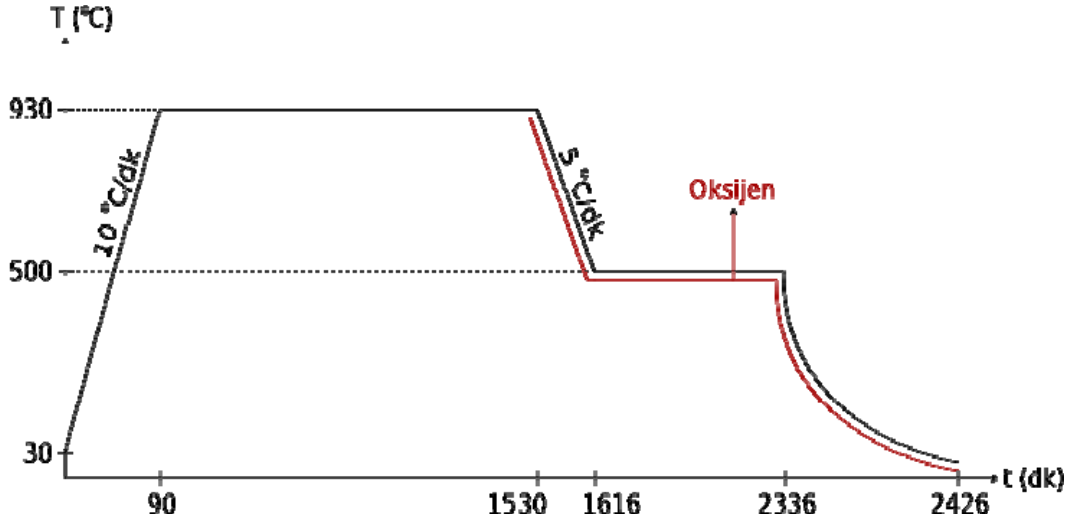
Şekil 3.4 Crystal Lab marka pres ve 13 mm çaplı KBr die seti.

3.1.4. Sinterleme işlemi

Süperiletken fazı elde etmek, karışımı oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek, polikristalleri meydana getirmek ve kristal kusurlarını azaltmak için tabletlerin sinterlenmesi gerekir. Hazırlanan tabletlerden Y358-890, önceden kalibre edilmiş CARBOLITE marka 201 modelli ve Eurotherm marka ve 2132 modelli kontrol paneline sahip tüp fırının içine alümüna kayıkçık kullanılarak yerleştirilmiş ve 10 ºC/dakika ile 890ºC'ye ısıtılmıştır. Bu sıcaklıkta 1440 dakika bekletilmiş, 1440 dakikalık sürenin bitimine 30 dakika kaldığı esnada oksijen (O_2) verilmeye başlanmıştır. 30 dakikanın bitiminden sonra sıcaklık 5ºC/dakika ile 500ºC'ye düşürülmüştür. Bu sıcaklıkta 720 dakika beklemiş ve 90 dakikada oda sıcaklığına düşürülmüştür. Sinterleme işlemine ilişkin grafik Şekil 3.5'de gösterilmektedir. Ardından Y358-930 tableti tüp fırına yerleştirilmiş ve aynı işlemler gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemine ilişkin grafik Şekil 3.6'da gösterilmetedir. Sinterleme işleminin gerçekleştirildiği tüp fırını ve kontrol paneli Şekil 3.7'de gösterilmektedir.



Şekil 3.5 Y-358 süperiletken bileşiğin 890˚C'de sinterleme işlemi için sıcaklık-zaman grafiği



Şekil 3.6 Y-358 süperiletken bileşiğin 930˚C'de sinterleme işlemi için sıcaklık-zaman grafiği



Şekil 3.7 CARBOLITE marka 201 modeli ve Eurotherm marka ve 2132 modelli kontrol paneli

3.2. Malzemenin Analizi

3.2.1 X-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri

X-ışınları difraksiyon analizi kristal yapıların incelenmesinde oldukça önemli bir tekniktir ve süperiletken örnekte bulunan mevcut değişik fazların miktarları hakkında yaklaşık bir fikir vermesinin yanında piklerin genişliğinden de kristal boyutunun ölçülmesi imkanı sağlar.

Üretilen malzemelerin X-ışını kırınım desenleri Rigaku Multiflex difraktometresinde (Şekil 3.8) ölçümüştür. Ölçümler esnasında difraktometredeki bakır hedefe 36 kV'luk gerilim ve 26 mA'lik akım uygulanarak elde edilen Cu-$K\alpha$ ışınları gönderilmiştir. $10^o \leq 2\theta \leq 60^o$ aralığı için 5º/dakika tarama hızı ve 0.02º örnekleme aralığı kullanılmıştır.

Elde edilen kırınım deseninde d, düzlemler arası mesafeyi; h, k, l örgü düzlemlerini ve a, b, c örgü parametrelerini ve $\vec{G}$, esas uzaydan ters uzaya gidildiğinde örgü noktalarına tekabül eden vektörü gösterir.

a^*, b^*, c^* ters örgü vektörlerinden hareketle yapılan hesaplamalar sonucu;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \qquad (3.1)$$

elde edilir.

a, b, c ve V (hacim) hesaplamaları en küçük kareler yöntemiyle denklem 3.1'i esas alan bir bilgisayar programı ile yapılmıştır.



Şekil 3.8 Rigaku Multiflex marka X-ışını difraktometresi

3.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve Enerji dağılım x-ışını spektrometresi (EDX) ölçümleri

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların malzeme üzerine odaklanması, bu elektron demetinin malzeme yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve malzeme atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıclarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir.

Hazırlanan malzemelerin tanecik büyüklükleri, tanecik yönelimleri, kristallenme gibi nitel bilgileri için herbir malzemenin taramalı elektron mikroskobu yardımıyla görüntüleri elde edilmiştir. Görüntüler, ZEISS marka ve EVO 40 modelli (Şekil 3.9) elektron mikroskobunda 1 ve 20 kV potansiyel altında çeşitli büyültme oranları ile elde edilmiştir.

SEM görüntüleri alınan bölgeler için yapılan EDX (Enerji dağılım X-ışını spektrometresi) analizi ile elementlerin malzeme içindeki ağırlıkça yüzde oranları tayin edilmiştir. EDX spektrumunda görülen pikler, atomların K ve L X-ışınlarından oluşmaktadır.



Şekil 3.9 ZEISS marka ve EVO 40 modelli taramalı elektron mikroskobu ve EDX aparatı

3.2.3. Yoğunluk tayini

Sinterlenen malzemelerin yoğunluk ölçümleri Archimedes Yoğunluk Ölçme Sistemi (Densitometre) ile yapılmıştır. Cihaz diethylphthalae sıvısına kısmen batırılmış askı ile dijital mikrobalansa bağlı bir sistemden ibarettir. Diethylphthalae sıvısının yoğunluğu 15ºC'de 1.122 g/cm^3'tür. Yoğunluk ölçümü için malzemelerin havadaki kütlesi (M_m) ve sıvı içindeki kütlesi (M_s) ölçüldü ve denklem (3.2) kullanılarak yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$$d_m = d_s \frac{M_m}{M_m - M_s} \tag{3.2}$$

(d_m: malzemenin yoğunluğu, d_s: sıvının yoğunluğu)

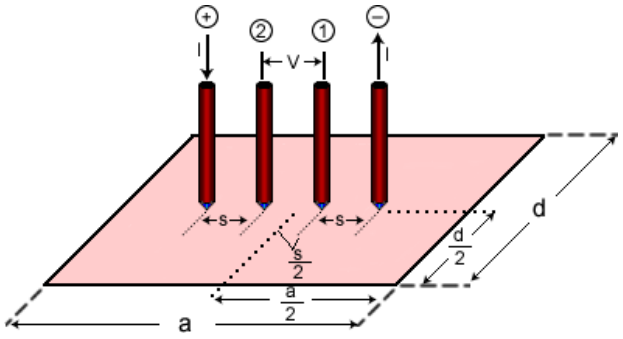
3.2.4. Elektriksel direnç ölçümleri (R-T)

Süperiletken malzemelerin karakteristik özelliklerinden en önemlisi kritik geçiş sıcaklığıdır(T_c). Süperiletkenin kritik sıcaklığı hakkında bilgi edinmenin bir yolu da elektriksel özdirenç ölçümleridir. Bu yolla malzemenin süperiletken olup olmadığı, kritik geçiş sıcaklığı, kritik geçişin başladığı T_c^{onset} ve kritik geçişin bittiği T_c^{offset} sıcaklık değerleri belirlenebilmektedir. Üretilen malzemelerin elektriksel özdirençleri

için ölçümler Şekil 3.10'da gösterilen dikdörtgen malzemeler(Sinterlenen malzemeler tüp fırınından çıkarıldıktan sonra 0.3 mm kalınlığında bir kıl testere ile dikkatli bir şekilde kesilerek diktörtgenler prizması haline getirilmiştir.) için standart dört nokta yöntemi kullanılarak CTI-Cyrogenics Cyrodyne Refrigerator System (Şekil 3.11) ile 60-110K sıcaklık aralığında yapılmıştır. Ortamın sıcaklığı örneğin yerleştirildiği tutucuda (holder) bulunan iki adet bakır-konstantan termoçiftler (thermocouple) yardımıyla kontrol edilmiş ve bu termoçiftlerin ölçtüğü sıcaklık bir sıcaklık kontrol ünitesinde okunduktan sonra bilgisayara aktarılmıştır. Kriyostat sistemi 10^{-6} Torr basınca düşürüldükten sonra bir güç kaynağından gelen ± 5 mA'lik akım, malzemeye dış uçlardan verilerek, malzemede oluşan gerilim iç uçlar vasıtası ile hassas bir multimetrede okunmuştur. Multimetreden okunan gerilim değeri, ampermetrenin verdiği akım değeri ve kriyostatın sıcaklık değeri bir bilgisayar programı yardımıyla bilgisayara aktarılmış, gerekli hesaplamaların ardından malzeme direnci ile sıcaklık değeri bir veri dosyasına kaydedilmiştir. Ölçülen direnç değerleri;

$$\rho = R\frac{s}{l} \tag{1.22}$$

bağıntısı kullanılarak özdirenç değerlerine dönüştürülmüştür. Ölçüm yapılan sistemde sıcaklık hassasiyeti ±0.02 K'dir.



Şekil 3.10 Dikdörtgen malzeme üzerine FPP nin yerleştirilmesi



Şekil 3.11 CTI-Cyrogenics Cyrodyne Refrigerator System.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Giriş

Bu bölümde $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ süperiletken bileşiğinin yapısal özellikleri, katıhal tepkime yöntemi ile hazırlanan malzemenin yapı içindeki taneciklerin büyüklükleri, tanecikler arası boşluklar, taneciklerin yönelimleri, uygulanan ısıl işlemin tanecikler üzerine etkisi, Taramalı Elektron Mikroskobundan (SEM) alınan görüntülerin analizleri ile incelenmiştir. SEM görüntülerinin alındığı kısmi bölgeye ait, hazırlanan malzemelerdeki Y, Ba, Cu ve O miktarlarının kantitatif analizleri EDX (Enerji Dağılım X-ışını Spektroskopisi) spektrumlarının analizleri ile yapılmıştır. X-ışını polikristal difraktometresi ile elde edilen kırınım desenlerinden, malzemelerin içerdiği fazlar, örgü parametreleri ve taneciklerin yönelimleri incelenmiştir. SEM görüntülerinden elde edilen sonuçlar ile XRD (X-Ray Diffraction) sonuçları karşılaştırılmıştır. Malzemelerin elektriksel özellikleri için R-T ölçümleri yapılarak kritik sıcaklık (T_c) değerleri tespit edilmiştir.

4.2. Yapısal Özellikler

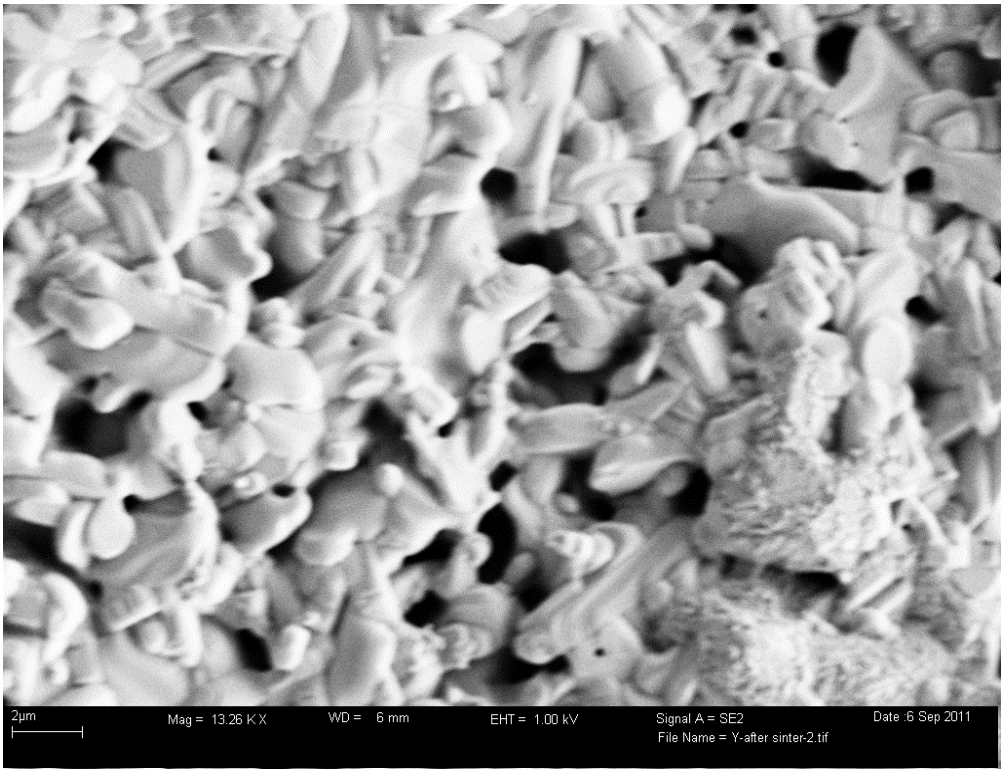
Taramalı Elektron Mikroskobu ile yapılan SEM analizleri bize malzemelerde ısıl işlem süresince meydana gelen değişiklikleri yani çekirdeklenme, kristal büyümesi, atomik oranlar ve kristal yapısı gibi özellikler hakkında ayrıntılı bilgi sağlamaktadır. Bu bölümde $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ süperiletken bileşiğinin kristal yapısı analiz edilmiştir.

Şekil 4.1, Şekil 4.2, Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'de katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan 890℃ ve 930℃'de sinterlenen Y-358 örneğinin, 2 ve 10 μm uzaklıklardan Taramalı Elektron Mikroskobu ile elde edilmiş fotoğrafları görülmektedir. Örneğin görüntüleri Y358-890 örneği için 1326x ve 3330x kez, Y358-930 örneği için 6670x ve 4680x kez büyütülerek elde edilmiştir. SEM ile elde edilen fotoğraflardan tanecik büyüklükleri, tanecik yönelimleri, tanecik sınırları, tanecikler arası boşluklar, uygulanan ısıl işlemlerin tanecikte meydana getirdiği değişiklikler incelenmiştir. SEM görüntülerine bakıldığında tanecikler ve tanecikler arası boşluklar açıkça görülmektedir. Y358-890 örneğinin elde edilen fotoğraflarında taneciklerin sıkı paketler şeklinde bulunduğu ve tanecik yönelimlerinin keyfi olduğu görülmektedir. Ayrıca örneğin farklı uzaklıklardan alınan fotoğraflarda malzemenin homojen yapıda olduğu anlaşılmaktadır.

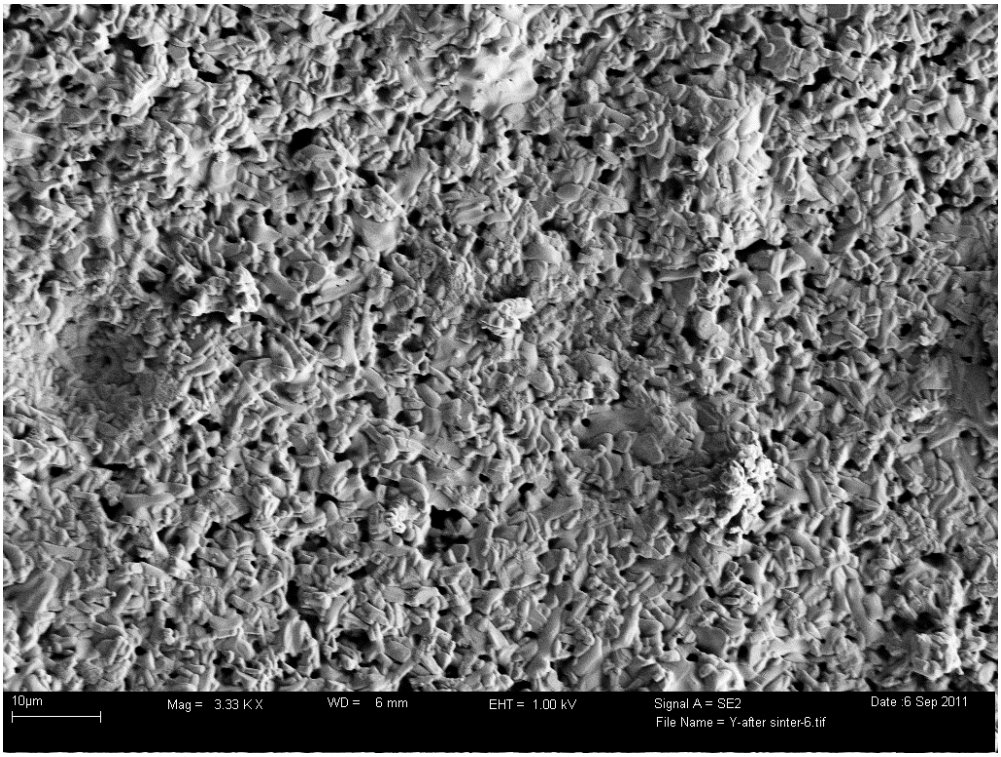
Yer yer oluşan siyah boşluklar ise tanecikler arası boşluklar olarak değerlendirilmiştir. Y358-890 örneğinin 10μm uzaklıktan elde edilen fotoğrafında gözlenen çukur ve tepeciklerin bulk malzemelerdeki yüzey pürüzlülüğünden kaynaklandığı düşünülmektedir. SEM görüntüleri alınan bölgeler için yapılan EDX analizi ile elementlerin malzeme içindeki ağırlıkça yüzde oranları tayin edilmiştir. EDX spektrumunda görülen pikler, atomların *K* ve *L* X-ışınlarından oluşmaktadır. Enerjiye karşın şiddet ölçeğinde, şiddet ile atom miktarı arasında lineer bir ilişki vardır. Yüksek şiddette pik veren atomların malzeme içerisindeki ağırlıkça yüzde miktarları da fazla olacaktır. Şekil 4.3'de Y358-890 örneğine ait EDX spektrumu ve Tablo 4.1'de EDX spektrumu analizi sonucu tespit edilen, malzeme içerisindeki atomların ağırlıkça yüzdeleri verilmiştir. EDX spektrumunda, Y358-890 örneğinin yapısında Y, Ba, Cu ve O dışında C elementine ait pik gözlenmiştir. Bu durum başlangıç malzemelerinden $BaCO_3$ bileşiğinde yer alan Karbon atomlarının katıhal reaksiyon tepkimesi sonucunda CO_2 gazı olarak ortamdan uzaklaşması gerekir ancak ortamdaki karbonun varlığı reaksiyonun istenen verimde olmadığını göstermektedir. Ayrıca ısıl işlem sürecinde oksijenleme işleminin yeterli olmadığı şeklinde yorumlanabilir.

Y358-930 örneğinin SEM ile elde edilen fotoğraflarında ise tanecikler arası boşluklar, tanecik büyüklükleri ve çatlaklar belirgin olarak gözlenmektedir. Taneciklerin yönelimleri Y358-890 örneğine göre daha düzenlidir. Y358-890 örneğinde tanecikler Y358-930 örneğine göre daha küçüktür. Ayrıca SEM fotoğraflarından da görüldüğü gibi Y358-890 örneğinde tanecikler üzerinde mikro çatlaklar görülmezken, Y358-930 örneğinde tanecikler üzerinde mikro çatlaklar gözlenmiştir. Y358-930 örneğinde tanecikler büyüyerek aralarında boşluk kalmayacak şekilde birbirine yaklaşmıştır. Bu 930ºC'de sinterlenen Y-358 örneğinin eriyik faza geçtiğini göstermektedir. Eriyik fazdan kaynaklanan pik şiddetlerindeki değişmeler XRD desenlerinde de görülmektedir. SEM görüntüleri alınan bölgeler için yapılan EDX analizi ile elementlerin malzeme içindeki ağırlıkça yüzde oranları tayin edilmiştir. EDX spektrumunda görülen pikler, atomların *K* ve *L* X-ışınlarından oluşmaktadır. Enerjiye karşın şiddet ölçeğinde, şiddet ile atom miktarı arasında lineer bir ilişki vardır. Yüksek şiddette pik veren atomların malzeme içerisindeki ağırlıkça yüzde miktarları da fazla olacaktır. Şekil 4.6'da Y358-930'e ait EDX spektrumu ve Tablo 4.2'de EDX spektrumu analizi sonucu tespit edilen, malzeme içerisindeki atomların ağırlıkça yüzdeleri verilmiştir. EDX spektrumunda, Y358-930 örneğinin yapısında Y, Ba, Cu ve O dışında başka bir elemente ait pik gözlenmemiştir. Bu durum $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ bileşiğinde Y, Ba,

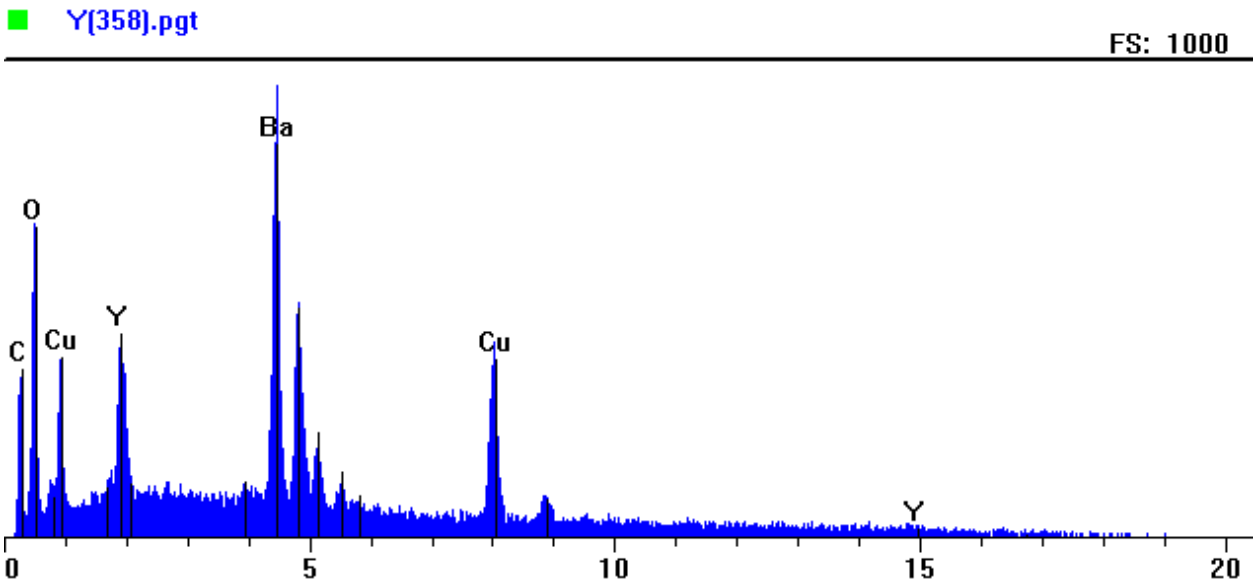
Cu ve O elementlerinin varlığını kanıtlarken bileşik içerisinde herhangi başka bir elementin bulunmadığını ve tüm elementlerin sistemin matrisinde yer aldığını göstermektedir.



Şekil 4.1 Y358-890 örneğinin 1326x kez büyütülerek elde edilen SEM görüntüsü



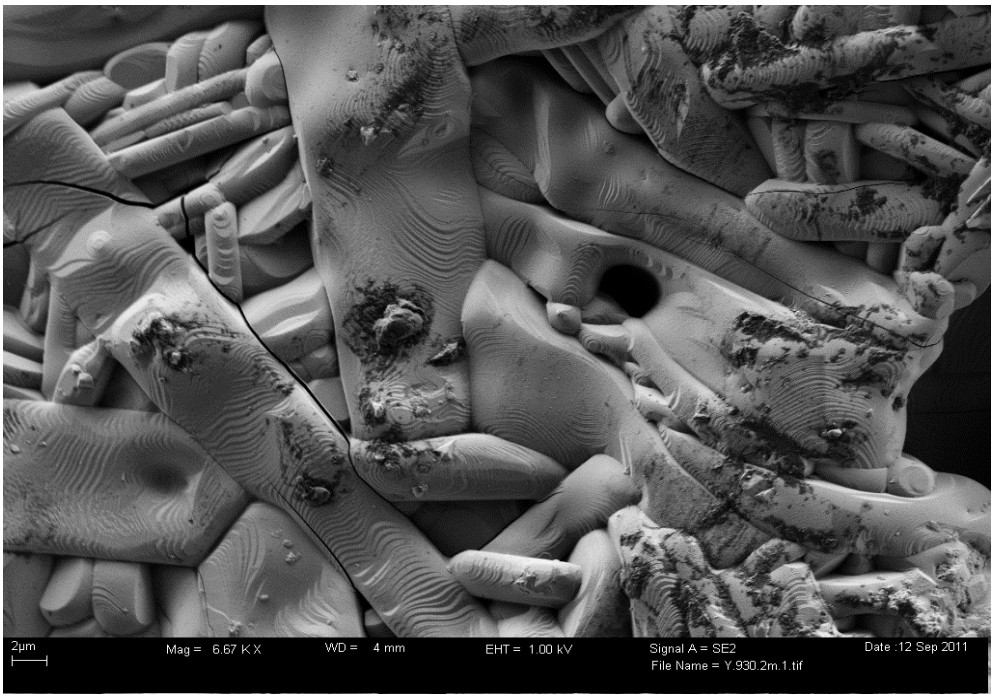
Şekil 4.2 Y358-890 örneğinin 3330x kez büyütülerek elde edilen SEM görüntüsü



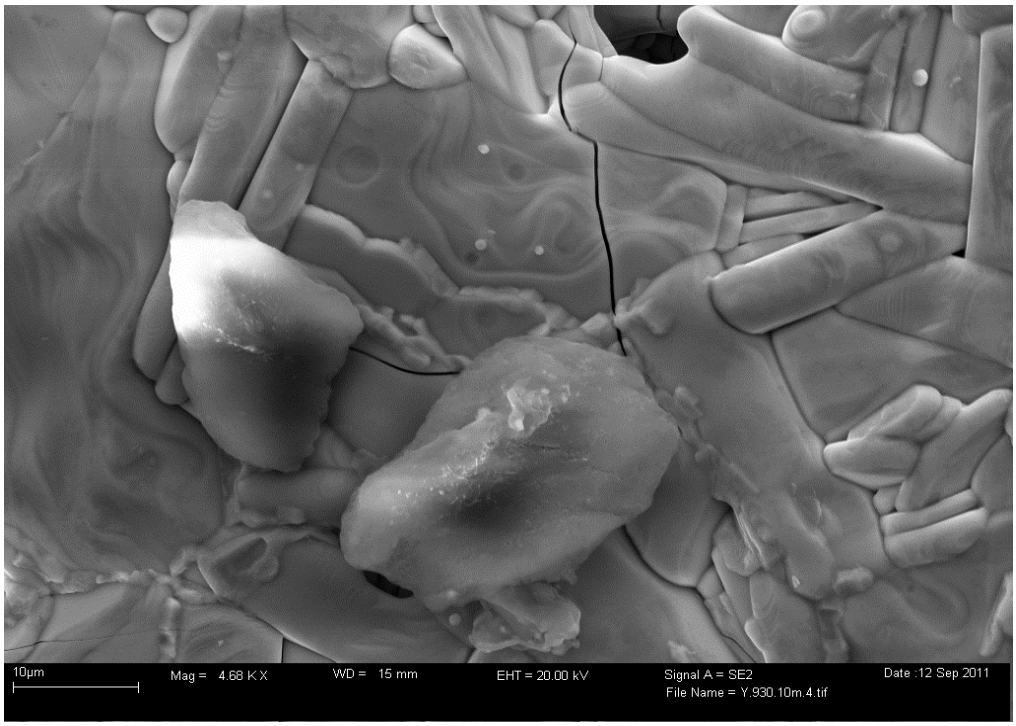
Şekil 4.3 Y358-890 örneğine ait EDX spektrumu

Tablo 4.1 Y358-890 örneğine ait EDX analizi sonuçları

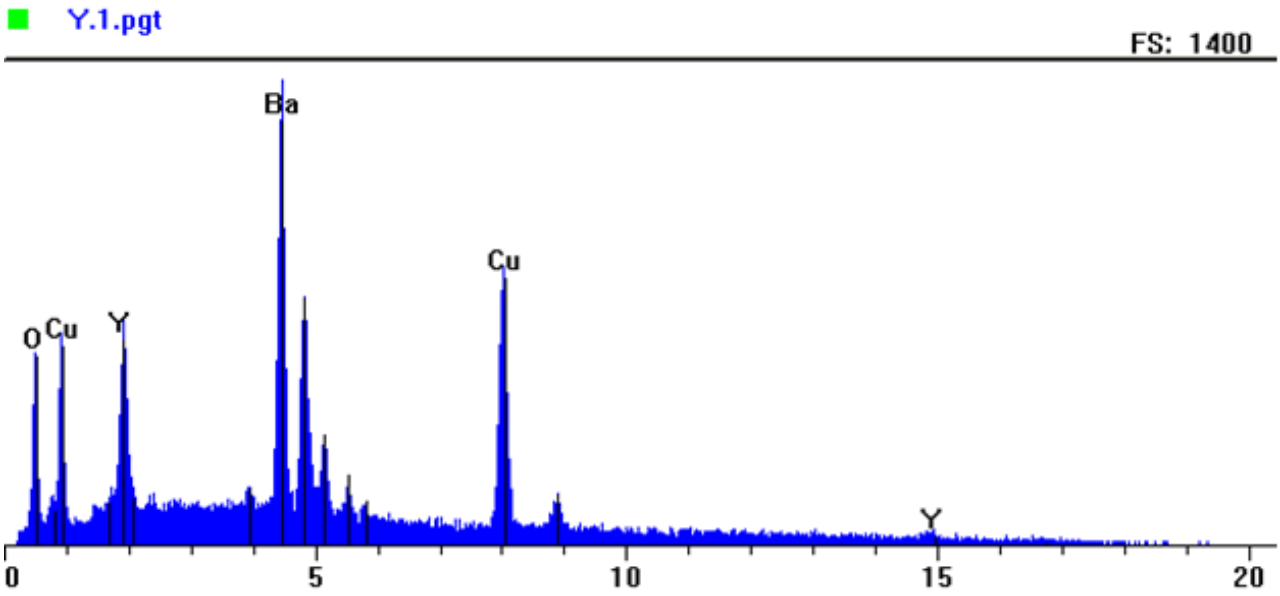
Element	KRatio	Wt%	At%	ChiSquared	Z Corr	A Corr	F Corr
O	0.2377	37.18	50.25	15.53	0.895	3.237	1.000
Cu	0.2622	16.13	5.49	1.35	1.123	1.014	1.000
Ba	0.3236	20.34	3.20	3.30	1.270	0.924	0.992
Y	0.0526	4.11	1.00	2.62	1.146	1.265	0.998
C	0.1240	22.24	40.06	2.44	0.882	3.766	0.999
Total	**1.0000**	**100.00**	**100.00**	**1.35**			



Şekil 4.4 Y358-930 örneğinin 6670x kez büyütülerek elde edilen SEM görüntüsü



Şekil 4.5 Y358-930 örneğinin 4680x kez büyütülerek elde edilen SEM görüntüsü



Şekil 4.6 Y358-930 örneğinin EDX spektrumu

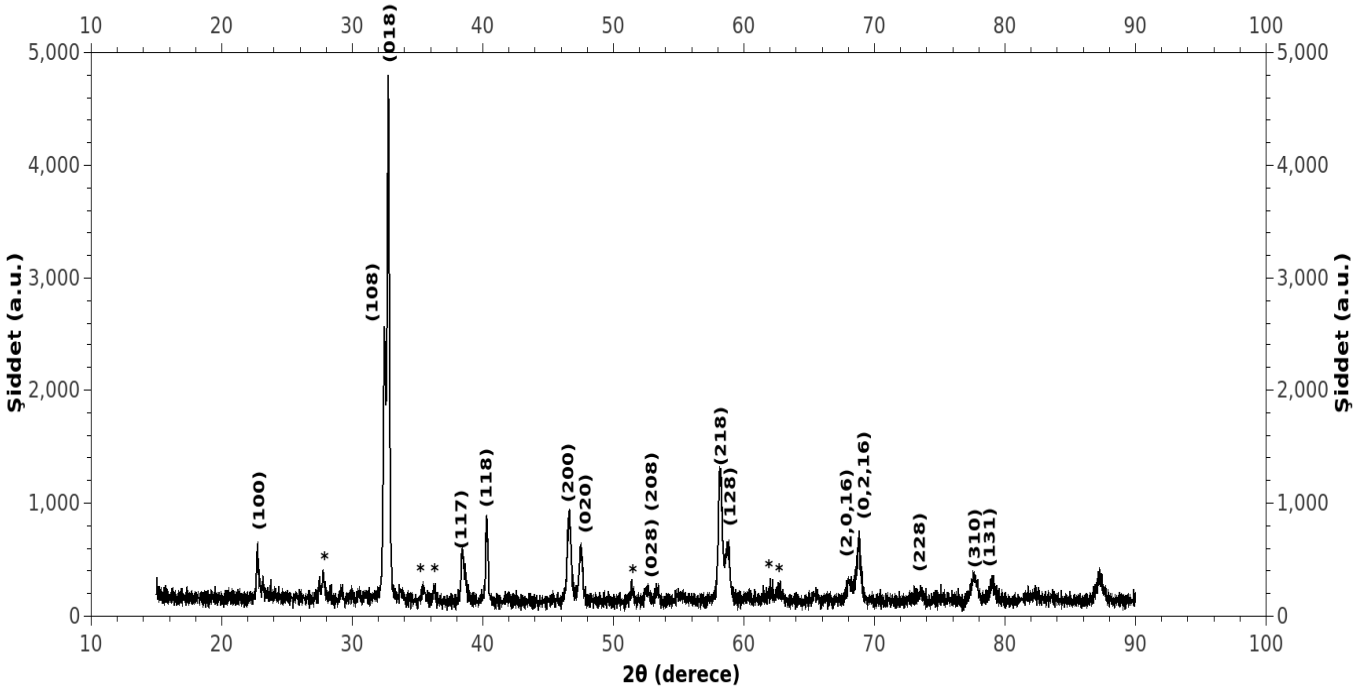
Tablo 4.2 Y358-930 örneğine ait EDX analizi sonuçları

Element	KRatio	Wt%	At%	ChiSquared	Z Corr	A Corr	F Corr
O	0.1471	25.79	65.12	8.45	0.804	2.805	0.999
Cu	0.4231	34.29	21.80	1.26	1.007	1.034	1.000
Ba	0.3655	31.58	9.29	1.94	1.158	0.970	0.988
Y	0.0643	8.34	3.79	1.63	1.054	1.583	0.998
Total	**1.0000**	**100.00**	**100.00**	**1.45**			

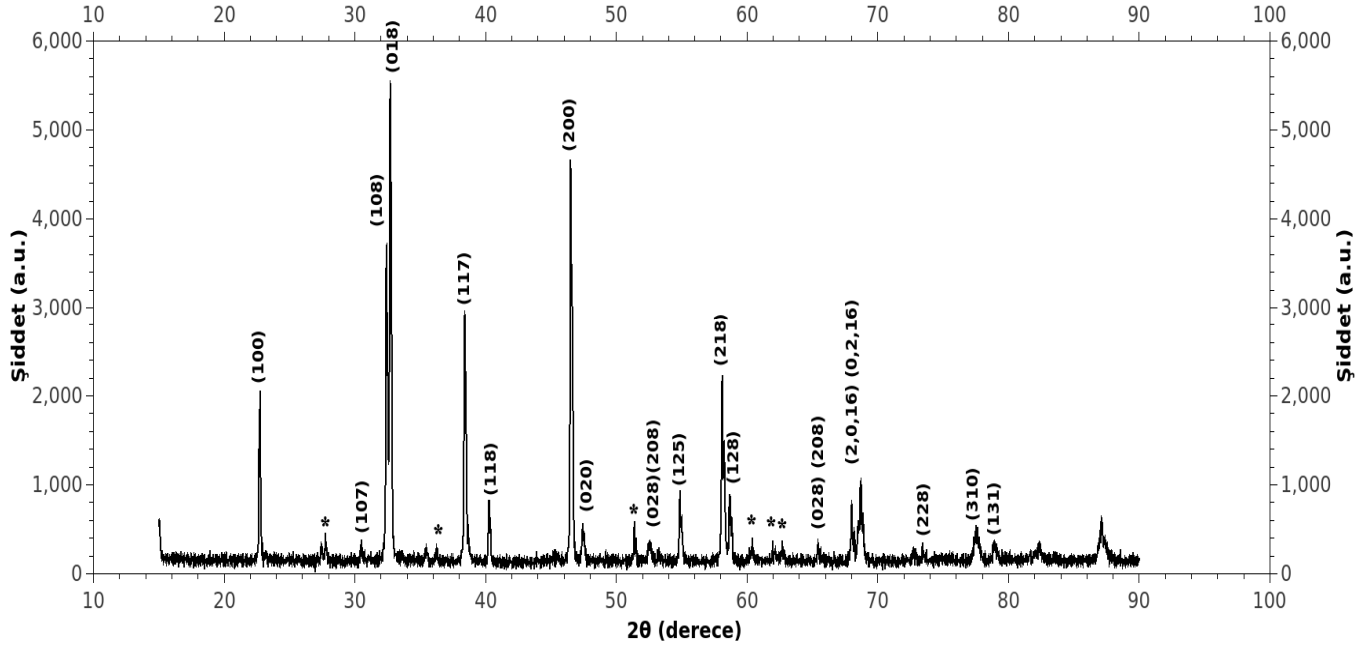
Kristal yapıya sahip olan malzemelerin yapısal analizlerinde X-ışınları kırınım desenleri analizi önemli bir yer tutar. X-ışınları analizi, üretilen malzemelerin kristalleşme süreci ve bu süreçte ortaya çıkan kristal fazların ve safsızlıkların tanımlanmasında büyük yararlar sağlar.

Katıhal tepkime yöntemiyle hazırlanan malzemelerin polikristal difraktometresinde elde edilen x-ışını kırınım desenleri, $10^o \leq 2\theta \leq 60^o$ aralığı için Şekil 4.7'de Y358-890 örneğine ait ve Şekil 4.8'de ise Y358-930 örneğine ait XRD kırınım desenleri gösterilmiştir. Y358-890 örneğine ait spektrumlarda 22.73º de (100) piki, 32.47º de (108) piki, 32.75º de (018) piki, 38.42º de (117) piki, 40.28º de (118) piki, 46.50º de (200) piki, 46.62º de (020) piki, 58.15º de (218) piki, 58.75º de (128) piki, 63.03º de (2,0,16) piki ve 68.79º de ise (0,2,16) piki görülmüştür. Y358-930 örneğine ait spektrumlarda ise 22.71º de (100) piki, 32.42º de (108) piki, 32.71º de (018) piki, 38.41º de (117) piki, 40.26º de (118) piki, 46.52º de (200) piki, 47.42º de (020) piki, 58.10º de (218) piki, 58.22º de (128) piki, 68.19º de (2,0,16) piki, 68.50º de (0,2,16) piki ve 73.41º de (228) piki görülmüştür. Y358-930 örneğinde pik şiddetleri Y358-890 örneğine göre daha fazladır. Ayrıca pik pozisyonları birbirine oldukça yakın değerlerdedir. Literatürle karşılaştırıldığında, Y358-890 ve Y358-930 örneğinde gözlenmeyen bazı pikler (örn (119)) vardır. Yine literatürde varolan XRD deseninde gözlenmiş olan safsızlık pikleri, elde ettiğimiz örneklerde gözlenen safsızlık piklerinden daha fazladır. Y358-890 ve Y358-930 örneğinde (108) ve (018), (218) ve (128), (0,2,16) ve (2,0,16) çiftlenmiş pikleri yapının ortorombik olduğunun göstergesidir. Elde edilen kırınım desenlerinden ilgili düzlemlerin (*hkl*) Miller indisleri belirlenmiştir. İndisler ve düzlemler arası mesafe kullanılarak örgü parametreleri ve birim hücre hacmi (*a*, *b*, *c* ve *V*) hesaplanmıştır. Hesaplamada Cohen'in en küçük kareler metodu kullanılarak geliştirilen LAPOD (Langford, 1973) bilgisayar programından yararlanılmıştır. Hesaplanan değerlerin literatürde verilen değerlere yakın oldukları gözlenmiştir.

Y-358 süperiletken bileşiği ortorombik olup Pmm/2 simetrisine sahiptir. Örneğin ortorombikliği 2(a-b)/(a+b)=..% eşitliğinden belirlenebilir. Bu eşitliğe göre Y358-890 örneği için 2(3.89951-3.86213)/(3.89951+3.86213)= 0.9% olarak hesaplanırken, Y358-930 örneği için 2(3.90062-3.85822)/(3.90062+3.85822)= 1.09% olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.7 Y358-890 örneğinin X-ışını kırınım deseni



Şekil 4.8 Y358-930 örneğinin X-ışını kırınım deseni

X-ışını kırınım desenlerindeki indisler ve düzlemler arası mesafe kullanılarak Y358-890 örneğinin örgü parametreleri a = 3.89951 A°, b = 3.86213 A°, c = 30.92103 A°, a/b= 1.00968, c/b= 8.00621 ve hacim değeri V = 465.683 $A^{\circ 3}$ olarak

hesaplanmıştır. Y358-930 örneğinin örgü parametreleri ise *a* = 3.90062 *Aº, b*= 3.85822 *Aº, c*= 31.08991 *Aº, a/b*= 1.01099, *c/b*= 8.05810 ve hacim değeri V= *467.885 A*^{o3} olarak hesaplanmıştır.

Y358-890 ve Y358-930 örneklerinin yoğunluk ölçümleri Archimedes Yoğunluk Ölçme Sistemi (Densitometre) ile yapılmıştır. Örneklerin yoğunlukları Tablo 4.3'de verilmiştir.

Tablo 4.3 Y358-890 ve Y358-930 örneklerinin yoğunluk değerleri

Malzeme	**d(g/cm^3)**
Y358-890	4.3
Y358-930	4.4

Y358-890 ve Y358-930 örneklerinin yoğunlukları, deneysel yoğunluk olan 4.3 g/cm^3 ile uyum içerisindedir. Ancak teorik değer olan 6.3 g/cm^3 ile karşılaştırıldığında düşük değerlere sahiptir. Bu değer farklılıkları örneğin gözenekli yapısından kaynaklanmaktadır.

4.3. Elektriksel Özellikler

Süperiletken malzemelerin karakteristik özelliklerinden en önemlisi kritik sıcaklıktır. Süperiletkenin kritik sıcaklığı hakkında bilgi edinmenin bir yolu da elektriksel özdirenç ölçümleridir. Bu yolla malzemenin süperiletken olup olmadığı, kritik geçiş sıcaklığı, kritik geçişin başladığı (T_c^{onset}) ve kritik geçişin bittiği (T_c^{offset}) sıcaklıklar belirlenebilir. Üretilen malzemelerin elektriksel özdirençleri, standart dört nokta yöntemi kullanılarak, 60-110 *K* sıcaklık aralığında ve 10^{-6} Torr vakum altında ölçülmüştür. Dirençteki değişim sıcaklığın fonksiyonu olarak kaydedilmiş ve direnç değerleri denklem 4.1 kullanılarak özdirenç(ρ) değerlerine dönüştürülmüştür.

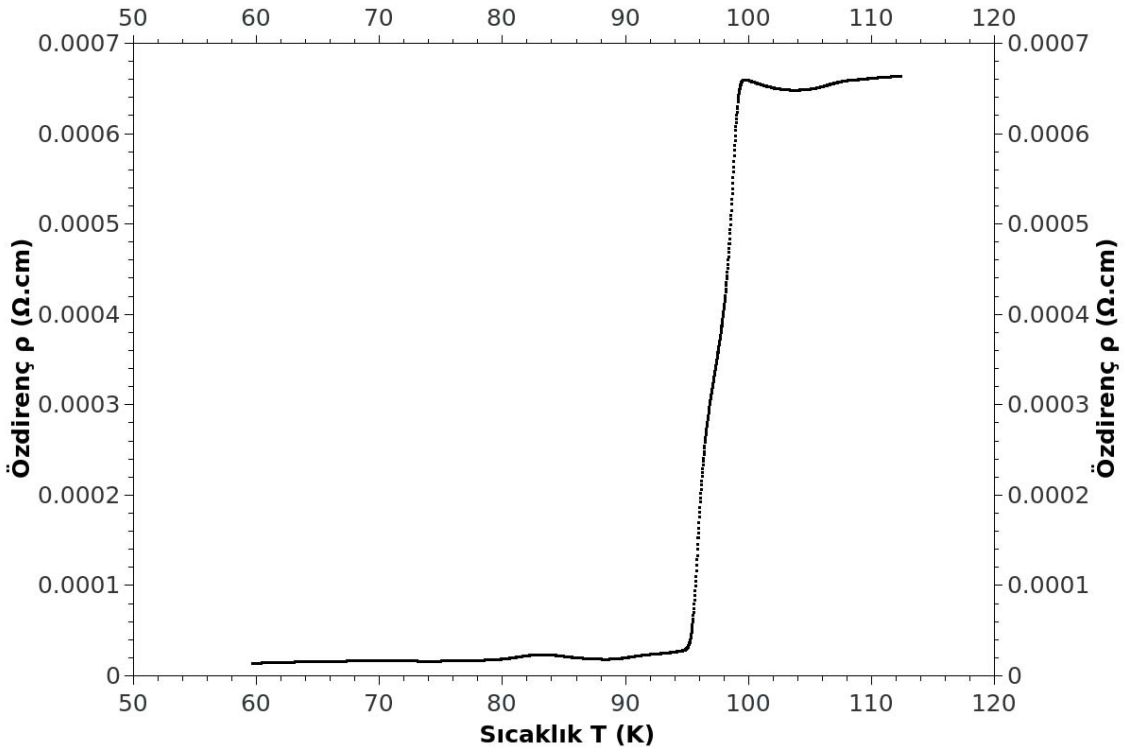
$$\rho = \frac{V}{I}\frac{s}{l} \tag{4.1}$$

Burada *V*, iç kontaklar arasındaki gerilim; *I*, dış kontaklar aracılığı ile malzemeye uygulanan akım; *s*, örneğin kesit alanı ve *l*, iç kontaklar arası mesafedir.

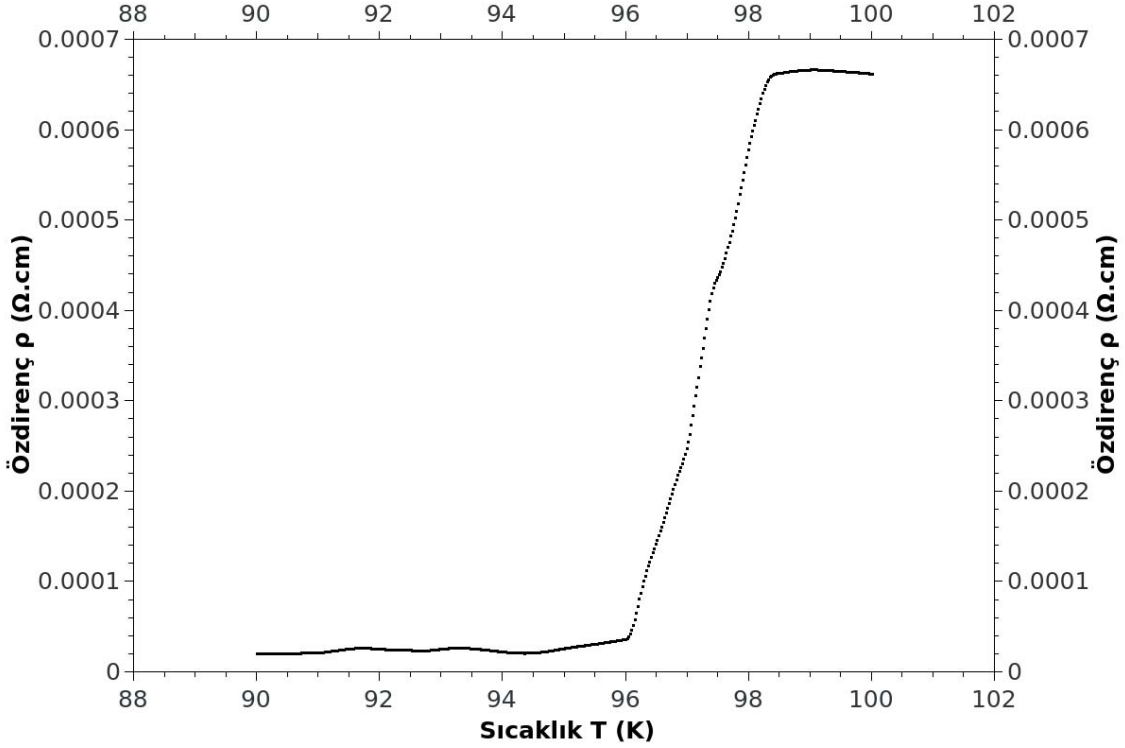
Bu işlemler esnasında bir dış manyetik alan uygulanmamıştır. Faz geçişi esnasında birden fazla faz geçişinin olup olmadığının araştırılması amacıyla grafikte gözlenen eğrinin türevi alınarak sıcaklığa karşı grafikleri çizilmiştir. Grafikte gözlenen

pik sayısı normal durumdan süperiletken duruma geçiş esnasında faz sayısını göstermektedir.

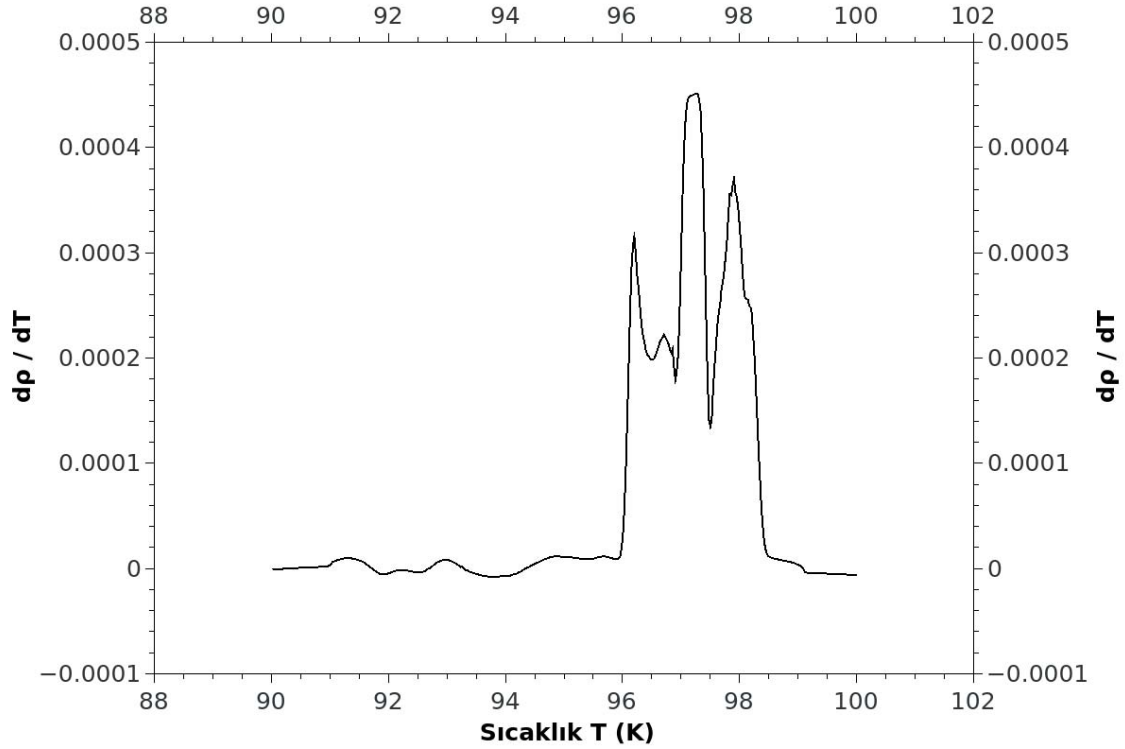
YBCO süperiletken bileşiğin keskin bir süperiletkenlik özellik gösterdiği bilinmektedir. Katıhal tepkime yöntemi ile hazırlanan Y358-890 ve Y358-930 örneklerine ait R-T grafikleri Şekil 4.9-10 ve Şekil 4.12-13'de gösterilmektedir. Y358-890 örneğine ait R-T grafikleri Şekil 4.9 ve Şekil 4.10'da verilmiştir. Grafiklerden görüldüğü gibi Y358-890 örneği için T_c^{onset}= 98.38 K , T_c^{offset}= 96.07 K ve süperiletken hale geçiş aralığı $\Delta T(T_c^{onset}-T_c^{offset})$= 2.31 K olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.9 Y358-890 örneğinin 60-110K aralığında özdirencin(ρ) sıcaklıkla(T) değişimi



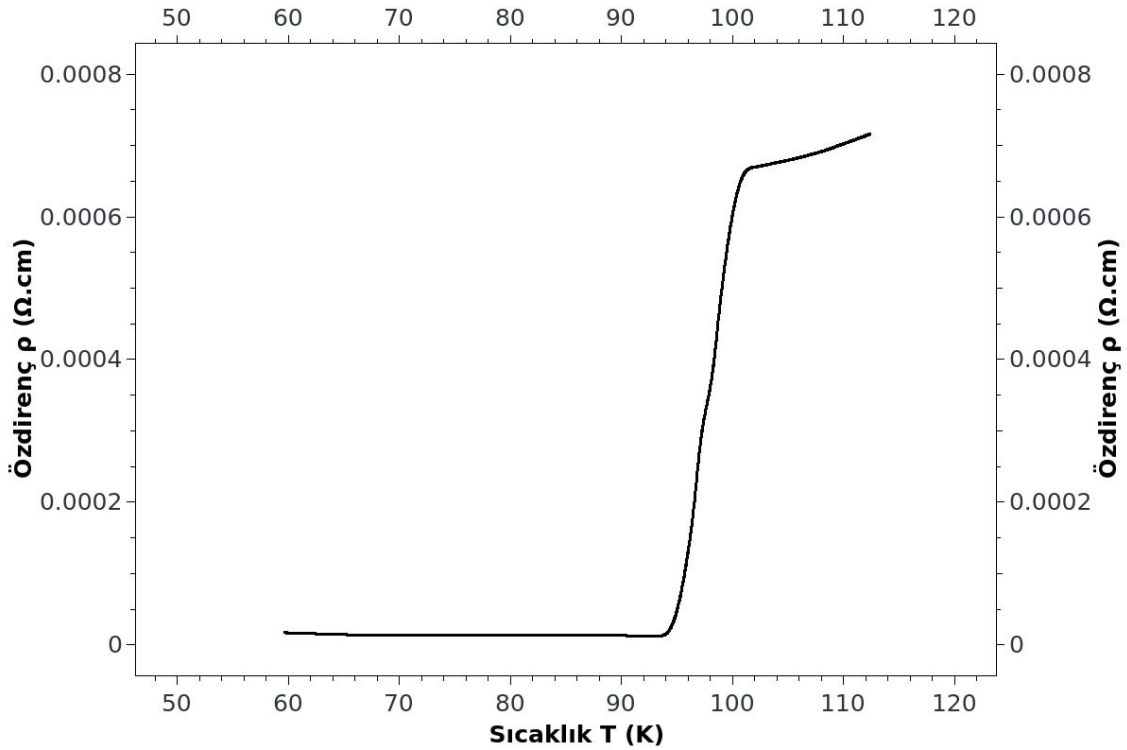
Şekil 4.10 Y358-890 örneğinin 90-100K aralığında özdirencin(ρ) sıcaklıkla(T) değişimi



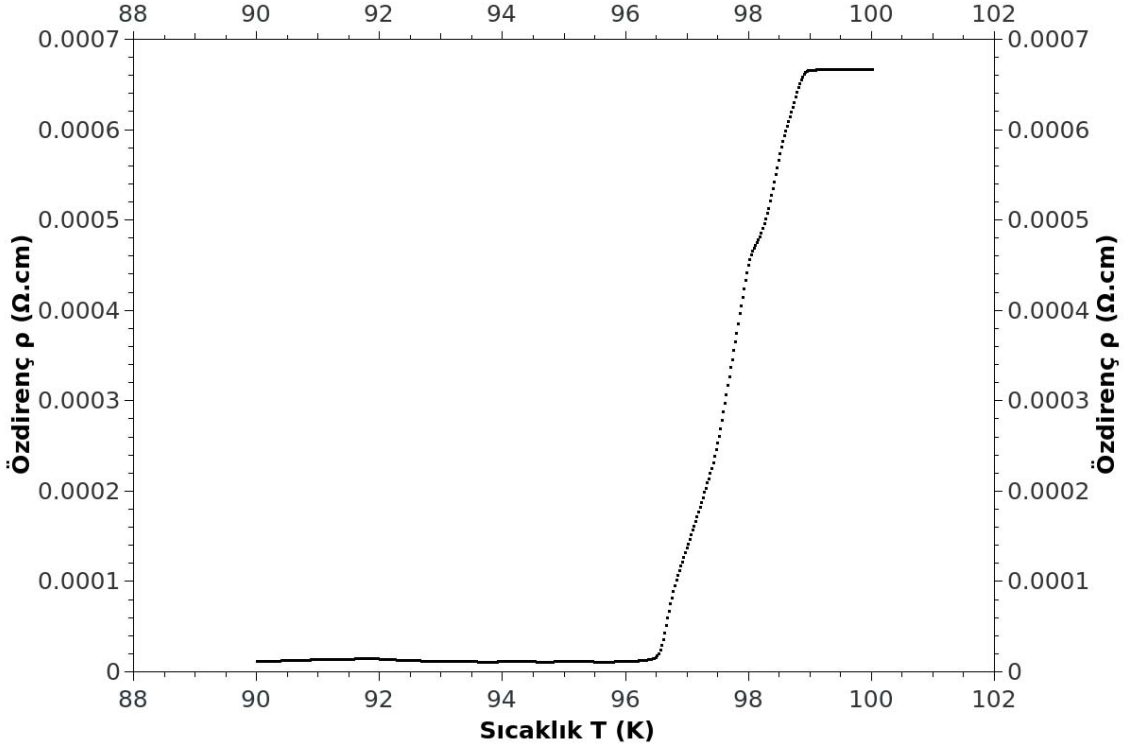
Şekil 4.11 Y358-890 örneği için $d\rho(T)/dt$ grafiği

Normal durumdan süperiletken duruma geçişte faz geçişini gözlemlemek amacıyla çizilen grafik Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Grafiğe göre Y358-890 örneğinde üç faz geçişi gözlenmektedir. Bu normal durumdan süperiletken duruma geçişin üç basamakta olduğunu göstermektedir.

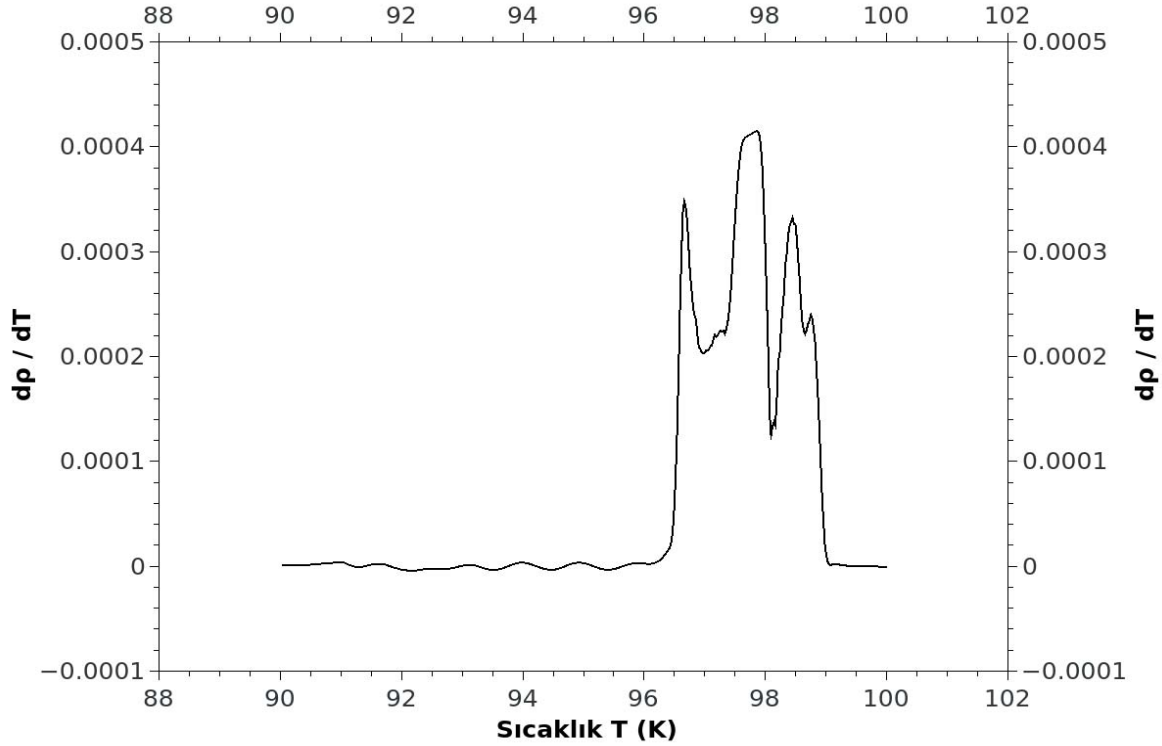
Y358-930 örneğine ait R-T grafikleri Şekil 4.12 ve Şekil 4.13'de verilmiştir. Grafiklerden görüldüğü gibi Y358-930 örneği için T_c^{onset}= 98.99 *K*, T_c^{offset}= 96.42 *K* ve süperiletken hale geçiş aralığı $\Delta T(T_c^{onset}-T_c^{offset})$= 2.57 *K* olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.12 Y358-930 örneğinin 60-110K aralığında özdirencin(ρ) sıcaklıkla(T) değişimi



Şekil 4.13 Y358-930 örneğinin 90-100K aralığında özdirencin(ρ) sıcaklıkla(T) değişimi



Şekil 4.14 Y358-930 örneği için $d\rho(T)/dt$ grafiği

Normal durumdan süperiletken duruma geçişte faz geçişini gözlemlemek amacıyla çizilen grafik Şekil 4.14'de gösterilmiştir. Grafiğe göre Y358-930 örneğinde üç faz geçişi gözlenmektedir. Bu normal durumdan süperiletken duruma geçişin üç basamakta olduğunu göstermektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Literatürde en çok çalışılan süperiletken malzemelerin başında YBCO ailesi gelmektedir. Birçok süperiletkenlik özellik gösteren malzeme bulunmakla beraber, sıvı azot sıcaklığında süperiletken özellik göstermesi, toksit elementler ve bileşikler içermemesi, üstün manyetik özellikleri, kolay sentezlenebilir olması ve birden fazla Cu-O düzlemleri içermesi bakımından, laboratuvar çalışmalarında YBCO ailesi ön plana çıkmıştır. YBCO(123) malzemesine ilişkin olarak elektriksel, yapısal, süperiletkenlik ve manyetik özelliklerinin geliştirilmesi için farklı katkılama ve yerdeğiştirme çalışmaları literatürde mevcuttur. Son zamanlarda bu aileye mensup olan Y-358 bileşiği yüksek T_c (kritik sıcaklık) göstermesi bakımından dikkatleri üzerine çekmiştir. 2009 yılından itibaren Y-358 bileşiğinin yapısal, elektriksel, süperiletkenlik ve manyetik özellikleri, farklı sinterleme sıcaklıklarında araştırılmaya başlanmıştır (Tavana ve ark., 2009, Suan ve ark., 2012, Aksan ve ark., 2012, Ekicibil ve ark., 2011, Aliabadi ve ark., 2009).

Bu çalışmada literatürde yeni sentezlenmiş olan Y-358 bileşiğinin yapısal ve elektriksel özellikleri 890˚C ve 930˚C sinterleme sıcaklıklarında incelenmiştir. Y-358 bileşiği katıhal tepkime yöntemi ile sentezlenerek elde edilmiş ve elde edilen bileşik tozları iki gruba ayrılmıştır. Bir grup 890˚C'de diğer grup ise 930˚C'de sinterlenmiştir. Örneklerin yapısal özellikleri SEM fotoğrafları, EDX analizleri ve XRD spektrumları alınmak suretiyle incelenmiştir. Elektriksel özellikleri kriyostat ile dört nokta prob yöntemi kullanılarak araştırılmış ve sıcaklığa karşı özdirenç davranışı belirlenerek kritik sıcaklık(T_c^{onset} *ve* T_c^{offset}) değerleri tespit edilerek yapılmıştır.

İlk olarak Y-358 bileşiğinin 890˚C ve 930˚C sıcaklıklarda ki örneklerin SEM görüntülerinden (Şekil 4.1-2 ve Şekil 4.4-5), 930˚C' de parçacık büyüklüğünün arttığı, parçacıklar arası mesafenin azaldığı, yüzey pürüzlülüğünün azaldığı, parçacıkların kısmi yönelime sahip oldukları söylenebilir. Ancak Y358-930 örneğinde tanecik yönelimi Y358-890 örneğindekinden daha düzenli olarak gözlenmiştir. Bu durumu Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de görülen XRD desenlerindeki piklerin şiddetleri de desteklemektedir. Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'de görülen mikro çatlakların Şekil 4.1 ve Şekil 4.2' de olmaması artan sinterleme sıcaklığı ile bileşiğin eriyik faza bir miktar geçiş olduğunu göstermektedir. 930˚C' de sinterlenen örneğin SEM görüntülerine bakıldığında, parçacıklar büyümüş, parçacıklar arası boşluklar azalmış ve böylece

yoğunluk artmıştır. EDX grafikleri, SEM fotoğraflarının alındığı bölgeden elde edilen sonuçları göstermektedir. Bu sonuçlara göre 890˚C' de ki örneklerde oksijen miktarının fazla olduğu ve C (Karbon) atomlarının varlığı görülmektedir. Başlangıç malzemelerinden $BaCO_3$ bileşiğinde yer alan Karbon atomlarının katıhal reaksiyon tepkimesi sonucunda CO_2 gazı olarak ortamdan uzaklaşması gerekir ancak ortamdaki karbonun varlığı reaksiyonun istenen verimde olmadığının da bir kanıtıdır. Gerek taneciklerin büyümesi gerekse yönelimlerinin daha iyi olması sebebiyle 930˚C sıcaklığı, Y-358 bileşiği için uygun bir sıcaklıktır fakat oksijen miktarındaki azalma, sinterleme sürecinde oksijen verme işleminin yeterince başarılı olmadığını ortaya koymaktadır.

Örneklerin X-ışını kırınım desenlerinden (Şekil 4.7 ve Şekil 4.8) 930˚C'de ki örneklerin pik şiddetlerinin 890˚C'de ki örneklerin pik şiddetlerine kıyasla daha fazla olması, 930˚C'de ki taneciklerin daha iyi bir yönelime sahip olduklarını göstermektedir. Ayrıca pik pozisyonlarının birbirine oldukça yakın değerlerde olması, kristal yapının aynı olduğunu gösterir. Bulunan yapılar literatürde var olan ortorombik yapı Pmm/2 simetrisi ile uyum içerisindedir. Her iki örnekte de gözlenen safsızlık piklerinin literatürde ortaya konan safsızlık piklerinden daha az olması, kalsinasyon işleminin literatürdeki örneklerin hazırlanması aşamasında yapılan kalsinasyon ve ezerek öğütme (pulverzing) işleminden daha fazla olmasından kaynaklanabilir. Bu tür örneklerin hazırlanması aşamasında kalsinasyon süreci safsızlıkların azaltılmasında önemli olmaktadır sonucuna varılabilir. Literatürde bahsedilen ancak her iki örneğin kırınım desenlerinde de gözlenmeyen ((119) piki gibi) bu pikler örneğin sentezlenmesi sürecinde yapının tam olarak istenilen gibi olmamasından yani kristal yapı içerisinde istenmeyen bazı safsızlık atomlarının bulunmasından veya ısıl işlem sürecinde oksijenlenme işleminin yeterli olmamasından kaynaklanmış olabilir. Örneklerin kırınım desenlerinde gözlenen çiftlenmiş piklerin ((108) ve (018), (218) ve (128), (0,2,16) ve (2,0,16)) varlığı ve hesaplanan *a, b, c* örgü parametreleri yapının ortorombik olduğunu ortaya koymaktadır.

İndislemeler ve düzlemler arası mesafeler kullanılarak hesaplanan örgü parametrelerinden, Y358-930 örneğinde ortorombiklik Y358-890 örneğindeki ortorombiklikten daha fazla olarak bulunmuştur. Ortorombiklik değerleri (Y358-890 için 0,9% ve Y358-930 için 1,09%) literatürde var olan 1,7% değerinden düşük olmasına rağmen Y358-930 örneği Y358-890 örneğinden daha iyi bir ortorombikliğe sahip olmuştur. Bu da kritik sıcaklıktaki artışla kendini göstermiştir. Y358-930 örneğindeki ortoromikliğin Y358-890 örneğindeki ortorombiklikten biraz daha fazla

oluşu oksijenleme işleminin Y358-930 örneğinde daha başarılı olduğunu göstermektedir. Ancak Y358-890 örneğiyle aralarında çok büyük farklılıklar bulunmamaktadır. Bu da kritik sıcaklıkta yakın kritik sıcaklık değerlerinin bulunmasıyla kendini göstermiştir.

930˚C'de ki örneklerin yoğunlukları ve hacimleri 890˚C'de ki örneklerin değerlerine göre artmıştır. SEM görüntülerinden de görüleceği üzere tanecikler arası boşlukların azalması, yoğunluğu artırmıştır.

Şekil 4.9-14'te 890˚C ve 930˚C' ye ait örneklerin elektriksel ölçümlerine ait grafikler görülmektedir. Bu grafiklerden 890˚C' de ki örneklere ait kritik sıcaklık değerleri; T_c^{onset}= 98.38K T_c^{offset}= 96.07K olarak ölçülürken 930˚C' de ki örneklere ait kritik sıcaklık değerleri ise, T_c^{onset}= 98.99K T_c^{offset}= 96.42K olarak ölçülmüştür. 930˚C'de ki örneklerin kritik sıcaklık değerlerinde (T_c^{onset} *ve* T_c^{offset}) artma görülmektedir. Normal durumdan süperiletken duruma geçiş ikinci mertebeden üç farklı basamakta olmaktadır (Şekil 4.11 ve Şekil 4.14). Bu süperiletkenliğe geçişte kademeli bir geçişe işaret eder. Buna neden olarak örnek içindeki safsızlıklar gösterilebilir. Her iki örnekte de pik şekillerinin benzer çıkması örnek içindeki safsızlıkların aynı türden safsızlık olduğunun göstergesidir. Uygulanan ısıl işlem iki örnek arasındaki safsızlıklarda çok az değişime neden olmuştur. Ayrıca bu piklerin nedenleri arasında örneklerin oksijen konsantrasyonları da gösterilebilir. Çünkü oksijen konsantrasyonu oksit süperiletkenlerin normal durumdan süperiletken duruma geçişinde önemlidir. Y358-930 örneğinin T_c değerlerinin Y358-890 örneğinin T_c değerlerinden fazla olması yapının ortorombikliğinin artmasından kaynaklanmaktadır. ΔT, T_c^{onset} ve T_c^{offset} değerleri arasındaki geçiş sıcaklık farkının birbirine çok yakın olması, bileşikteki safsızlıkların birbirine yakın olduğunu göstermektedir.

5.2. Öneriler

Y-358 bileşiğinin DTA analizleri yapılarak sinterleme sıcaklığının tespit edilmesi, oksijenleme işleminin farklı sıcaklık ve farklı zaman aralıklarında yapılması, kritik akım yoğunluğu, manyetik özelliklerinin incelenmesi bileşik hakkında daha ayrıntılı bilgiler verecektir.

Ayrıca bundan sonraki çalışmalarda bu bileşiğe farklı katkılama çalışmaları yapılması, bileşik hakkında ayrıntılı ve daha iyi sonuçlara ulaşmak açısından önemli görülmektedir.

KAYNAKLAR

Akimitsu, J., Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Murakana, T., Yuji, Z., 2001, "Superconductivity at 39 K in Magnesium Diboride", *Nature* 410, 63 – 64.

Aksan, M.A., Kızılaslan, O., Aksan, E.N., Yakıncı, M.E., 2012, "Thermoelectric power and thermal conductivity study of the $Y_3Ba_5Cu_8O_x$ system" *Physica B:* Condensed Matter.

Alecu, G., 2004, "Crystal structures of some high-temparature superconductors", *Romanian Reports in Physics*, 56 (3), 404–412.

Aliabadi[a], A., Akhavan Farshchi[b], Y., Akhavan[a], M., 2009, "A new Y-based HTSC with T_c above 100K", , aMagnet Research Laboratory (MRL), Department of Physics, Sharif University of Technology, Tehran, Iran. bDepartment of Materials Science, Sciences and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran. *Physica C* ,469, 2012-2014.

Annet, J.F.,2003, "Superconductivty, Superfluids and Condesates", Oxford University Press University of Bristol, 138p.

Ateş, H., 2001, "$Y_{0.4}V_{0.6}Ba_2Cu_3O_z$ süperiletken sisteminin karakterizasyonu", *II. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu*, Malatya.

Babu, T. G. N., Greaves C., 1993, "Critical hole density for superconductivity in Sr-containing phases related to $YBa_2Cu_3O_7$ structure, superconductivity and cation substitutions in $YSr_2Cu_{2.8}Cr_{0.2}O_7$", *Physica C*: Superconductivity, 207 (1-2), 44-50p.

Baldha, G. J., Jotania, R. B., Joshi, H. H., Pandya, H. N., Kulkarni, R. G., 1989, "Superconductivity in the system $YBa_{2-x}Ca_xCu_3O_{7-\delta}$", *Solid State Communications*, 71 (10), 839-841p.

Balla, D.D., Bandarenko, A.V., Vovk, R.V., Obolenskii, M.A., Prodon, A.A., 1997, "Effect of hydrostatic pressure on the resistance and critical temperature of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ single crystals", *Phys*., 23, 777.

Bednorz, J.G., Müller, K.A., 1986, "Possible High-T_c Superconductivity in Ba-La-Cu-O System", *Z. Phys B*, 64, 189.

Bilgeç, G., 2004, "Sb_2O_3 katkılı YBCO süperiletken seramiklerin karakterizasyonu", *Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi*, İzmir.

Caixeiro, E.S., deMello, E.V.L., 2002, "The Hubbard model and pressure effects of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductors", *Physica C,* 383, 89-94.

Calınlı, N., Öncü, T., Ceylan, A., Özcan Ş., "Yüksek Sıcaklık Süperiletken İnce Film Hazırlanması ve Malzemelerinin Karakterizasyonu", *Fizik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi,* Ankara.

Cava, R. J., 2000, "Oxide superconductors", *J. Am. Ceram. Soc.* 83(1), 5-28.

Chandrachood, M.R., Mulla, I.S., Sinha, A.P.B., 1988, "Studies on superconductivity in $Y_1La_xBa_{2-x}Cu_3O_7$ compositions", *Solid State Communications,* 68 (11), 1005-1009p.

Cullity, B.D., 1972, "Introduction to magnetic materials", *Addison-Wesley*, 666, Massachusets.

Çelik, Ş., 2006, "$(Y_{1-x}Yb_{x/2}Gd_{x/2})Ba_2Cu_3O_{7-x}$ ve $(Yb_{1-x}Gd_x)Ba_2Cu_3O_{7-x}$ süperiletkenlerinin yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi", *Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı,* Trabzon.

De Groot, P.A.J., Rapson, G.P.B., Rainford, D., Weller, M.T., Grasmeder, J.R., Lanchester, P.C., 1988, "Observation of spin glass behaviour in $Y(Ba_{1-x}La_x)_2Cu_3O_{7+y}$", *Physica C:* Superconductivity, 152 (5), 483-485p.

Den, T., Kobayashi, T., 1992, "Preparation and properties of $YSr_2Cu_{3-x}M_xO_y$ (M = Li, Al, Ti, V, Cr, Fe, Co, Ga, Ge, Mo, W and Re)", *Physica C*: Superconductivity, 196 (1-2), 141-152p.

Dzhafarov, T.D., 1996, "Diffusion in high temperature superconductors", *Phys. Stat. Sol. (a)* 158, 335p.

Ekicibil, A., Çetin, S., Ayas, A.O., Coşkun, A., Fırat, T., Kıymaç, K., 2011, "Exploration of the superconducting properties of $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ with and without Ca doping by magnetic measurements." *Solid State Sciences*, 13 (11), 1954-1959p.

Endo, T., Itoh, K., Horie, M., Hirate, N., Yamada, S., Tada, M., Sano, S., 2000, "Low-temperature process and growth enhancement of a-oriented $YBa_2Cu_3O_x$ thin films by oxygen plasma", *Physica C,* 333, 181-186p.

Ferreira, L.M., Pureur, P., Barges, H.A., Lejoy, P., 2004, "Pressure effects on the fluctuation conductivity of YBCO", *Physica C,* 408-410p, 694-695p.

Fossheim, K., Sudbo, A., 2004, "Superconductivity Physics and Applications", *John Wiley & Sons Ltd*, England, 430 p.

Ginzburg, V.L. ve Andryushin, E.A., 2004, "Superconductivity", *World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd,.* Singapore.

Gorter, C.J., Casimir, H.G.B., 1934a, *Phys.Z.*, 35, 963.

Gorter, C.J., Casimir, H.G.B., 1934a, *Z. Tech. Phys.,* 15, 539.

Harlow, R. L., Kwei, G. H., Suryanarayanan, R., Subramanian, M. A., 1996, "Structure of $YSr_2Cu_{3-x}M_xO_{7+\delta}$ (M = Mo, W and Re) from single-crystal X-ray and powder-neutron diffraction substituent site preference and oxygen defect structure", *Physica C:* Superconductivity, 257 (1-2), 125-136p.

Hor, P. H., Meng, R. L., Wang, Y. Q., Gao, L., Huang, Z. J., Bechtold, J., Forster, K., Chu, W., 1987, "Superconductivity above 90 *K* in the square-planar compound system $ABa_2Cu_3O_{6+x}$ with A = Y, La, Nd, Sm, Eu, Gd, Ho, Er, and Lu", *Physical Review Letters*, 58, No;18, 1891-1894p.

Jensen, H.J., 1992, "Critical Currents and Vortex Unbinding in High Temperature Superconductors", *Supercond. Sci. Technol.,* 5, 444-447p.

Josephson, B.D., 1974, "The discovery of tunnelling supercurrents", *Rev. Mod. Phys*., 46(2), 251-254p.

Khan, M.,N., Kayani, A.,N., and Haq.A., U., 1997, *Physica C*, 282-287p, 869-870p.

Kılıç, S., 2008, "Yüksek geçiş sıcaklıklı süperiletkenlerde kritik durum modellerinin incelenmesi", *Yüksek Lisans Tezi*, Adana.

Kikuchi, M., Syono, Y., Tokiwa, A., Oh-ishi, K., Arai, H., Hiraga, K., Kobayashi, N., Sasaoka, T., Muto, Y., 1987, "Thermal and X-ray analyses of high temperature superconductor $YBa_2Cu_3O_6$", 74, *Japanese Journal of Applied Physics,* 26, 1066–1069p.

Kishore Nanda, K., Satyavathi, S., Hari Babu, V., and Pena, O., 1996, "Materials Science and Engineering", B38, 267-271p.

Kittel, C., 1996, "Introduction to Solid State Physics", Seventh edition, *John Wiley&Sons, Inc.*, New York, 333-378p.

Komatsu, T., ve Nakakura, M., 1993, *J. Non-Cryst. Sollds.*

Komatsu, T., ve Sato, R., 1993, *J. Am. Ceram. Soc.,* 76, 2795.

Langford, J.I., 1973, *J. Appl. Cryst.,* 4, 259-260p - 6, 190-196p.

Langhorn, J. and Mc Ginn, P.J., 1999, "Improved Microstructural Characteristics in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Thick Films Prepared by Modified Powder Melt Process Route", *Physica C,* 312, 169-178p.

Lian, Z., Pingxions, Z., Ping, J., Keguang, W., Jingrang, W. and Xiaozu, W., 1990, "The Properties of YBCO superconductors prepared by a new approach: The 'Powder Melting Process'", *Supercond. Sci. Technol.*, 3, 490-492p.

Liang, R., Itoh, M., Nakamura, T., Aoki R., 1989, "The effect of La substitution on the superconductivity of $Ba_2YCu_3O_y$", *Physica C*: Superconductivity, 157 (1), 83-88p.

Maeda, H., Matsui, Y., [1]Tanaka, Y., [1]Takayama-Muromachi, E., Takekawa, S., and Horiuchi, S., 1988, "Twins and Intergrowth Defects in High-T_c Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductor Examined by High-Resolution Electron Microscopy" National Institute for Research in Inorganic Materials, [1]National Research Institute for Metals, *Tsukuba Laboratory.*

Mirzadeh, M., Akhavan, M., 2005, *Eur. Phys. J.,* 43, 305p.

Murakami, M., 1992, "Processing of bulk YBCO", *Supercond. Sci. Technol.*, 5, 185-203p.

Murakami, M., 1999, "Melt processed high-temperature Superconductors", *Superconductivity Research Laboratory*, Tokyo, 21-35p.

Nakabayashi, Y., Kubo, Y., Manako, T., Tabuchi, J., Ochi, A., Utsumi, K. , 1988, "The orthorhombic-tetragonal phase transformation and Oxygen deficiency in $LnBa_2Cu_3O_{7-x}$", *Japanese Journal of Applied Physics,* 27(1), 64-66p.

Nakajima, S., Kikuchi, M., Syono, Y., Oku, T., Shindo, D., Hiraga, K., Kobayashi, N., Iwasaki, H., Muto, Y., 1987, *Physica C*, 158, 471p.

Okumuş, S., 2004, "Preparation conditions and characterization on YBCO based superconductors", *Dokuz Eylül Üniversitesi Graduate School of Natural and Applied Sciences*, İzmir.

Onnes, H.K., 1911, *Leiden Comm.*, 120b, 122b, 124c.

Öncü, T., Şentürk, A., Kaynar, B., Özcan, Ş., Fırat, T., 'Ardışık Isıl Çevrimlerin YBCO (123) Yığın Süperiletkeninde Transport Özelliklerine Etkisi' *Fizik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi*, Ankara.

Özabacı, M., 2008, "Süperiletken MgB_2 kalın filmlerin hazırlanması, mikroyapısal ve elektriksel özelliklerinin belirlenmesi", *Yüksek Lisans Tezi*, Malatya.

Pippard, A. B., 1953, *Proc. Roy. Soc.,* London, A216, 547p.

Pippard, A. B., 1963, *Physica,* 19, 765p.

Prikhna, T., Chaud, X., Gawalek, W., Rabier, J., Savchuk, Y., Joulain, A., Vlasenko, A., Moshchil, V., Sergienko, N., Dub, S., Melnikov, V., Litzkendorf, D., Habisreuther, T., Sverdun, V., 2007, "Oxygenation of the traditional and thinwalled MT-YBCO in flowing oxygen and under high evaluated oxygen pressure", *Physica C*, 460-462p, 392-394p.

Putilin, S. N., Antipov, E. V., Chmaissem, O. & Marezio, M., 1993, *Nature* 362, 226-228p.

Rose-Innes, A.C., Rhoderic, E.H., *Introduction to superconductivity,* Pergamon, 31-39p.

Sato, R., and Komatsu, T., 1993, *J. Non-Cryst. Sollds*, 152, 150, *Non-Crystalline Sollds*, 152, 1995, *J. Non-Cryst. Sollds*, 181, 64.

Schmidt, H., Campman, K.L., 1997, *Applied Physics Letters*.

Sheahen, T. P., 1994, "Introduction to High Temperature Superconductivity", *Plenum Press,,* New York.

Sheng, Z.Z., Hermann, A.M., Hermann, Z. Z., 1988, "Superconductivity in the rare-earth-free Tl-Ba-Cu-O system above liquid-nitrogen temperature", *Nature* 332, 6159, 55.

Skakle, J.M.S., 1998, "Crystal Chemical substitutions and doping $YBa_2Cu_3O_x$ and related superconductors", *Material Science and Engineering,* 23, 1-40.

Slater, P.R., Greaves, C., Slaski, M., Kurmaev, E.Z., Uhlenbrock, St., Neumann, M., 1994, "Se and Te substitutions in $YSr_2Cu_3O_{7-y}$ and $[Y/Ce]_2Sr_2Cu_3O_{9-y}$", *Physica C:* Superconductivity, 231(1-2), 109-112p.

Suan, Mohd Shahadan Mohd; Johan, Mohd Rafie; Chua Siang, Tat, 2012, "Synthesis of $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ superconductor powder by auto-combustion reaction: Effects of citrate-nitrate ratio", *Physica C:* Superconductivity, 480, 75-78p.

Şentürk, A., Fırat, T., Öncü, T. ve Özcan, Ş., "YBCO Yığın Üstüniletkeninde I-V Ölçümleri", *Fizik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi,* Ankara.

Tavana, A., Akhavan M., 2009, "How T_c can go above 100 K in the YBCO family" *Eur. Phys. J. B*, DOI: 10.1140/*epjb*/e2009-00396-7.

Tokiwa, A., Syono, Y., Kikuchi, M., Suzuki, R., Kajitani, T., Kobayashi, N., Sasaki, T., Nakatsu O., Muto, Y., 1988, "Crystal structure and superconductivity controlled by cation substitution and oxygen annealing in $Y_{1-x}Ca_xBa_2Cu_3O_y$ and $YBa_{2-x}La_xCu_3O_y$", *Jpn. J. Appl. Phys.*, 27, 1009-1012p.

Tozan, Ş., 2010, "Fabrication of YBCO thin films by pulsed laser deposition technique and their characterization", *Master of science.*

Türköz[1], M.B., Nezir[1], S., Terzioğlu[2], C., Akdoğan[2], M., "Determining of the Ideal Production Clause of YBCO Superconducting Compounds", 1Department of Physics, Kırıkkale University, Kırıkkale, Turkey. 2Department of Physics, Abant İzzet Baysal Üniversity, Bolu, Turkey.

Vovk, R.V., Obolenski, M.A., Zavgoradniy, A.A., Bandarenko, A.V., Goulatis, I.L., Samoilov, A.V., Chroneas, A., 2007, "Effects of high pressure on the fluctuation conductivity and the gharge transfer of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ single crystals", *Journal of Alloys and Compounds*, 453, 69-74p.

Wesche, R., 1998, "High-Temperature Superconductors: Materials, Properties and Applications", *Kluwer Academic Publishers*, London.

Xenikos, D.G.; Lemberger, T.R., 1990, "Nonlinear magnetization of Y-Ba-Cu-O crystals", *Physical Review B:* Condensed Matter, 41 (1).

Xiao, G., Streitz, F.H., Gavrin, A., Chien C.L., 1987, "Magnetic characteristic of superconducting $RBa_2Cu_3O_{6+y}$ (R = Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm, Yb)", *Solid State Communications,* 63 (9), 817-820p.

Yeshurun, Y., Malozemo, A.P., Holtzberg, F., Dinger, T.R., 1988, *Phys. Rev. B,* 38, 11828.

Yılmaz, M., 2008, "$Y_{0.6}Gd_{0.4}Ba_{2-x}Nb_xCu_3O_{7-\delta}$ ve $Y_{0.6}Gd_{0.4}Ba_2Cu_{3-x}Nb_xO_{7-\delta}$ süperiletkenlerinin yapısal ve süperiletkenlik özelliklerinin incelenmesi", *Doktora Tezi*, Konya.

Yurtcan, M.T., Şimşek Ö., Ertuğrul, M., 2011, "Darbeli lazer yığma sistemi (PLD) ile YBCO ince filmlerin hazırlanması", *EÜFBED - Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 4-2, 157-167p.

Zhang, H., Zhao, X. Y., Zhao, Y., Liu, S. H., Zhang, Q. R., 1989, "Oxygen content is not the predominant factor for high T_c superconductivity in Y---Ba---Cu---O system", *Solid State Communications,* 72(1), 75-79p.

Zhao, Y., Zhang, H., Zhang, T., Sun, S. F., Chen Z. Y., Zhang, Q. R., 1988, "Doping effect of Sr or Ca on single phased $YBa_2Cu_3O_{7-y}$", *Physica C*: Superconductivity, 152(5), 513-517p.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Ayşe (Erkuş) Ekizer
Uyruğu : TC
Doğum Yeri ve Tarihi : Konya 1986
Telefon : 05321605575
Faks : -
e-mail : -

EĞİTİM

Derece		Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	:	**Özel İsmail Kaya Lisesi**	**2004**
Üniversite	:	**Selçuk Üniversitesi**	**2009**
Yüksek Lisans	:	**Selçuk Üniversitesi**	**2013**
Doktora	:	**-**	

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
-	-	-

UZMANLIK ALANI -

YABANCI DİLLER İngilizce

BELİRTMEK İSTEĞİNİZ DİĞER ÖZELLİKLER -

YAYINLAR -