TÜBİTAK

YBCO Süperiletken Kaplamalar Ve Filmlerde Çivileme Merkezlerinin Oluşturulması, Karakterizasyonu Ve Optimizasyonu

Program Kodu: 3001

Proje No: 115F008

Proje Yürütücüsü:

Doç. Dr. Şükrü ÇAVDAR

Araştırmacılar

Doç. Dr. Haluk KORALAY

Prof. Dr. Lütfi ARDA

Danışman

Prof. Dr. Xermán F. de la Fuente

Şubat 2018

ANKARA

ÖNSÖZ

Günümüze pek çok yöntemle (PVD,PLD,CVD …vb.) nano ve mikro yapıların, çivileme merkezi olarak süperiletken yapıya dahil edildiği ve bu çalışmalarla kritik akımın artırıldığı görülmüştür (Jha vd., 2014; Varanasi vd., 2005). Bu çalışmaların hemen hemen hepsinde kontrolsüz olarak, farklı sürelerde farklı buharlaştırma teknikleri ya da süperiletken oluşumu sırasında yapılan katkılar veya iyon radyasyonu yöntemleri ile çivileme merkezleri oluşturulmak istenmiştir. Bu çalışmada lazer sistemi ile süperiletken içerisinde kontrollü farklı geometrik şekillere sahip yapay çivileme merkezleri üretilip etkileri incelenmemiştir.

Projenin amacı, lazer ile kontrollü şekilde çivileme merkezleri oluşturarak, şimdiye kadar yabancı atomların katkılanması ile elde edilen rastgele çivileme merkezlerini kontrollü olarak elde etmek ve bu merkezlerin kritik akıma etkilerini incelemektir.

Bu çalışma TUBİTAK tarafından, 115F008 proje kodu ile desteklenmiştir.

TÜBİTAK

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ i
ŞEKİLLER LİSTESİ iii
TABLO LİSTESİ vi
ÖZET vii
ABSTRACT viii
1. GİRİŞ 1
2. LİTERATÜR ÖZETİ 3
3. GEREÇ VE YÖNTEM 10
3.1. İnce Film Üretimi 10
3.2. Lazer Sistemi 18
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR 20
4.1. Ni Şerit Analizi 20
4.2. Tampon Tabaka Analizi 21
4.3. Süperiletken Tabaka Analizi 22
4.4. Kusur Oluşturma 23
4.4.1. Noktasal Kusur Oluşturma 29
4.4.2. Çizgisel Kusur Oluşturma 30
4.4.3. Dairesel Kusur Oluşturma 34
4.5. Manyetik Özelliklerin Belirlenmesi 34
5. SONUÇ ve ÖNERİLER 47
Kaynakça 50

TÜBİTAK

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Farklı tarama açıları ve yönelimleri kullanılarak oluşturulacak çivileme merkezleri gösterimi. b) YBCO içerisindeki çivileme merkezlerinin temsili gösterimi..... 1

Şekil 2.1. a) Süperiletken bir malzeme içerisinde karışık durum (GITAM 2014) 4

Şekil 2.2. Süperiletken film üzerinde oluşan yapı kusurlarının şematik gösterimi (Foltyn vd. 2007)..... 5

Şekil 2.3. Dış manyetik alana bağlı olarak, STO1.2 nm/Co-katkılı Ba12213 nm (STO SL), 40nm STO (SrTiO3) üzerinde O–Ba-1223 nm/Co-katkılı Ba12213 nm (O-Ba-122 SL) ve katkısız O-Ba-122 SL, Kritik akım değerleri (Lee vd.,2013)..... 6

Şekil 2.4. 2,3K de Vi3Si örneğinden alınan STM görüntüsü (Nist 2014). 7

Şekil 2.5. LaAlO3 altlık üzerinde CeO2 nano parçacıklarının AFM görüntüsü a) 450 °C de 30W, 5 s b) 450 °C 70 W 5s (Lu vd., 2013)..... 7

Şekil 3.1. Daldırmalı Kaplama Sistemi 10

Şekil 3.2. Ni-5%W şerit üzerine kaplanmış $(Gd_{0.9}Ho_{0.1})_2O_3$ tampon tabaka ve YBCO süperiletken filmin şematik gösterimi..... 10

Şekil 3.3. Ni-5%W Yönlendirilmiş olarak hazır şeritler..... 11

Şekil 3.4.Tampon tabaka kaplama diyagramı 12

Şekil 3.5. Nikel şeridin kaplama öncesi, kaplanması, kaplama sonrası ve kullanılan çözeltinin sonrası görünümü..... 14

Şekil 3.6. Isıl işlem basamakları ve tampon tabaka kaplanmış örnekler 15

Şekil 3.7. YBCO kaplama diyagramı 16

Şekil 3.8. YBCO kaplanacak numune ve çözeltinin görüntüsü 17

Şekil 3.9. Isıl işlemde sıcaklık-zaman eğrisi ve üretilen YBCO şeritler..... 18

Şekil 3.10. a) Konfokal optik mikroskobu b) Taramalı elektron mikroskobu..... 19

Şekil 4.1. Ni-5%W yönlendirilmiş altlık SEM görüntüleri 20

Şekil 4.2. Ni-5%W şeridin XRD difraktogramı. 20

Şekil 4.3. Tampon tabaka için alınan XRD difraktogramları 21

Şekil 4.4. Tampon tabaka için 3 (A),4 (B) ve 5(C) daldırma için alınan SEM fotoğrafları. 22

Şekil 4.5. YBCO için farklı daldırma sayı ve hızlarına göre alınan XRD ölçüm sonuçları..... 23

Şekil 4.6. YBCO kaplanmış şeridin SEM görüntüleri 23

Şekil 4.7. Hazır alınan standard ince film 24

Şekil 4.8. ns-IR ve ps-UV lazer ile aynı enerji değerlerine karşılık gelen noktasal kusur Konfokal Mikroskobu görüntüleri..... 27

Şekil 4.9. ns-IR ve ps-UV lazer kullanılarak yapılan kusurlar için enerjiye karşı deşik çapı grafiği 28
Şekil 4.10. ps-UV lazerin odak ölçüleri 28
Şekil 4.11. Aynı akım değeri için değişen frekans ve atım sayısına göre yapılan noktasal kusur konfokal mikroskobu görüntüleri 29
Şekil 4.12. Aynı frekans için değişen akım ve atış sayısına göre alınan konfokal mikroskobu görüntüleri 30
Şekil 4.13. Noktasal kusur ile oluşturulan kusurların deşik çapı ve genişliği grafikleri 30
Şekil 4.14. Çizgisel modda 0°, 45°, 90, 135° olarak yapılan çizgisel kusur görüntüleri 31
Şekil 4.15. Aynı parametreler için değişen hızlarda yapılan çizgisel kusur resimleri 31
Şekil 4.16. Aynı hızlar için değişen atım enerjisine göre yapılan çizgisel kusur görüntüleri ... 32
Şekil 4.17. Çizgisel kusur için derinlik ve genişliğe karşı enerji grafikleri 33
Şekil 4.18. Farklı parametreler kullanılarak yapılan kusurların konfokal mikroskobu görüntüleri 34
Şekil 4.19. a) Manyetik ölçüm için hazırlanan numune b) Üzerinde kusur oluşturulmuş film 35
Şekil 4.20 Çizgisel kusurlu C1 ve dairesel kusurlu D numunesinin SEM görüntüleri 35
Şekil 4.21. N-1, N-2, C-2 numunesine ait SEM görüntüleri. 36
Şekil 4.22.Referans numunelerin M-H eğrileri 37
Şekil 4.23. M-H eğrilerinden hesaplanan referans numunelerin Jc değerleri 38
Şekil 4.24. Referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri 38
Şekil 4.25.Noktasal kusurlu ve referans numunelerin M-H eğrileri 39
Şekil 4.26.M-H eğrilerinden hesaplanan noktasal kusurlu ve referans numunelerin Jc değerleri 40
Şekil 4.27.Altıgen ve kare örgülü noktasal kusur içeren numunelerin M-H eğrileri 41
Şekil 4.28. Altıgen ve kare örgülü noktasal kusur içeren numunelerin Jc-H eğrileri 41
Şekil 4.29.Noktasal kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri 42
Şekil 4.30. Çizgisel kusur içeren C-1 numunesinin M-H grafiği 43
Şekil 4.31.Çizgisel kusur içeren C-1 numunesinin Jc-H grafiği 43
Şekil 4.32. Çizgisel kusurlu C-2 numunesinin M-H grafiği 44
Şekil 4.33. Çizgisel kusurlu C-2 numunesinin Jc-H grafiği 44
Şekil 4.34. Çizgisel kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri 44
Şekil 4.35. Dairesel kusurlu ve referans numunenin M-H eğrileri 45
Şekil 4.36. M-H eğrilerinden hesaplanan dairesel kusurlu ve referans numunelerin Jc değerleri 46

Şekil 4.37.Dairesel kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri 46
Şekil 5.1.Numunelere ait sıcaklığa bağlı alınganlık ölçüm sonuçları..... 47

TABLO LİSTESİ

Tablo 3-1. Tampon Tabakaların kaplanmasında kullanılan çözeltiler ve bileşenler 13
Tablo 3-2 $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ ve Gd_2O_3 çözeltileri için kullanılan malzeme miktarları.....13
Tablo 3-3 YBCO çözeltide kullanılan malzemeler ve oranları 17
Tablo 4-1. ns-IR ve ps-UV lazer ile yapılan kusurların parametreleri ve hesaplanan enerji değerleri. 25
Tablo 4-2. Manyetik ölçüm için hazırlanan numunelerin adlandırılması ve özellikleri 37

ÖZET

Süperiletken malzemelerde kritik akım değerinin artırılması konusunda pek çok çalışma yapılmış ve bu çalışmalarda nadir toprak elementlerinin yapı içerinde kısmi yer değişikliği, katkı etkisi veya süperiletken olmayan ikincil yapıların rastgele katılması ile çivileme merkezleri oluşturularak kritik akımın artması sağlanmıştır. Yapılan çalışmalar, çivileme merkezlerinin oluşturulması, kritik akımın artırılması için en önemli parametre olduğunu göstermiştir.

Bu çalışmada; süperiletken ince filmler sol-jel tekniği kullanılarak önce tampon sonra YBCO süperiletken tabaka, hazır olarak alınan 75μm kalınlığında yönlendirilmiş Ni-%5W şerit - RABITS (The Rolling Biaxially Assisted Textured Substrates) üzerine kaplandı ve karakterize edildi. Üretilen ve hazır olarak temin edilen standart film yüzeylerine lazerle yüzey taraması yapılarak, farklı tarama açıları ile farklı geometrilerde deşikler oluşturuldu. Oluşturulan merkezlerin, hangi sabit dış manyetik alanda, hangi sabit uzaklıklarda hangi geometrik yapının uygun olarak girdapların çivileme merkezlerinin yerini alıp alamayacakları ve/veya hangi oranda alabilecekleri kontrol edilerek, Abrikosov yapısında çivileme merkezlerinin oluşturulması sağlanmaya çalışıldı. Yapılan çalışmalarda, çivileme merkezlerinin oluşturulmasıyla kritik akımın (J_c) değeri 15 K 0T da $1{,}05 \times 10^6$ iken noktasal kusur uygulanan N-3 örneğinde $1{,}46 \times 10^6$ değerine çıkmıştır. 15 K 2 T da ise $3{,}91 \times 10^5$ iken noktasal kusurlu örneğin J_c değeri $5{,}89 \times 10^5$ değerine çıkmıştır. Sunulan projenin, literatürde mevcut olan çalışmalardan en önemli farkı; süperiletken yüzeyinde lazer ile kontrollü yapay çivileme merkezlerinin etkisinin detaylı şekilde incelenmesidir.

Anahtar Kelimeler: YBCO, İnce film, Çivileme Merkezleri

ABSTRACT

Many studies have been carried out on increasing the critical current value in superconducting materials. In these studies, random artificial pinning centers have been created by adding partial displacements, contribution effects or non-superconducting secondary structures of rare earth elements in the structure, and critical current has been increased. Studies have shown that the establishment of pinning centers is the most important parameter for increasing critical flow.

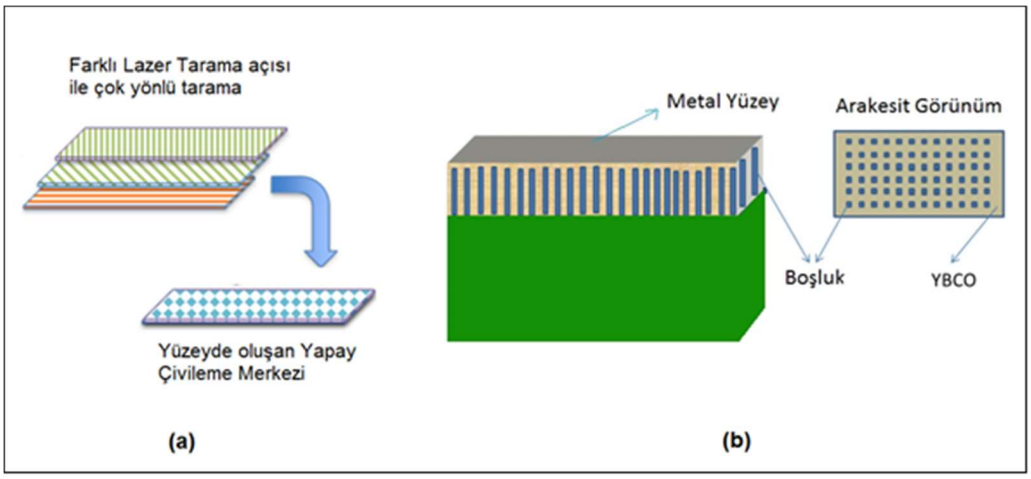
In this study, buffer layers were deposited by sol-gel dip coating on the 75 μm thickness Ni-5W tapes-RABITS (The Rolling Biaxially Assisted Textured Substrates) provided commercially. Then YBCO superconducting layer was coated by using sol-gel technique and was characterized. Finally, pinning center on figurations was investigated under various external magnetic fields, various distances and various geometries to determine which configuration was the most suitable one. We aimed to form the pinning centers in the Abrikosov structure. The most notable difference of this project from the literature is that, it aims to investigate the artificial pinning center configurations in a controlled and detailed manner. Eventually, the optimum configuration for various external magnetic fields will be determined.

Keywords: YBCO, Thin Film, Flux pinning,

1. GİRİŞ

YBCO süperiletkenler, bugüne kadar üzerinde pek çok çalışma yapılan süperiletken ailesinden birisidir. YBCO süperiletkenlerin çok çalışılmasının en önemli nedeni, yüksek kritik akım taşıma kapasiteleridir. Akım taşıma kapasitesi dış alana bağlı olarak değişmektedir. Dış manyetik alan nedeniyle süperiletken yüzeyinde oluşan girdaplar, oluşturulan çivileme merkezlerince sabitlenirse, hareket halindeki çivileme merkezleri sabitlenecek ve süper elektronlar girdaplarla daha az etkileşecek ve böylece süperiletken daha yüksek akımları taşıma kapasitesine sahip olacaktır. Kristal yapıdaki kusurlar ve safsızlıklar gibi doğal merkezler ya da deşikler, kuantum noktalar ve süperiletken olmayan nano yapılar gibi yapay merkezler, çivileme merkezlerini oluşturabilir.

Günümüze kadar pek çok yöntemle nano ve mikro yapıların, çivileme merkezi olarak süperiletken yapı içerisine dahil edildiği ve bu çalışmalarla kritik akımın arttırıldığı görülmüştür (Jha vd., 2014; Varanasi vd., 2005). Bu çalışmaların hemen hemen hepsinde kontrolsüz olarak, farklı sürelerde farklı buharlaştırma teknikleri ya da süperiletken oluşumu sırasında yapılan katkılar veya iyon radyasyonu yöntemleri ile çivileme merkezleri oluşturulmak istenmiştir. Oluşturulan bütün yapay çivileme merkezleri rastgeledir.



Şekil 1.1. Farklı tarama açıları ve yönelimleri kullanılarak oluşturulacak çivileme merkezleri gösterimi. b) YBCO içerisindeki çivileme merkezlerinin temsili gösterimi.

Bu çalışmada; 75μm kalınlığında yönlendirilmiş Ni-%5W şerit üzerine tampon tabaka olarak $(Gd_{0.9}Ho_{0.1})_2O_3$ kaplanmıştır. Tampon tabaka üzerine YBCO kaplanarak süperiletken ince filmler elde edilmiş ve her aşama karakterize edilmiştir. Üretilen filmler ve hazır olarak superpower firmasından temin edilen süperiletken film üzerine, lazer ile kontrollü çivileme

merkezlerinin oluşturulup oluşturulamayacağı sınanmıştır. Şekil 1.1'de gösterildiği gibi lazer ile yüzeyde noktasal, çizgisel ve dairesel olmak üzere üç farklı şekilde kusur yapılmıştır. Her kusur için numune yüzeyinde oluşturulan şekiller konfokal mikroskobu ile ayrıntılı olarak incelenmiş, manyetik özellikler ise MPMS (Magnetic Properties Measurement System) ile 0-5T arasında incelenmiştir. Elde edilen verilerle kritik akım yoğunluğu hesaplanmıştır.

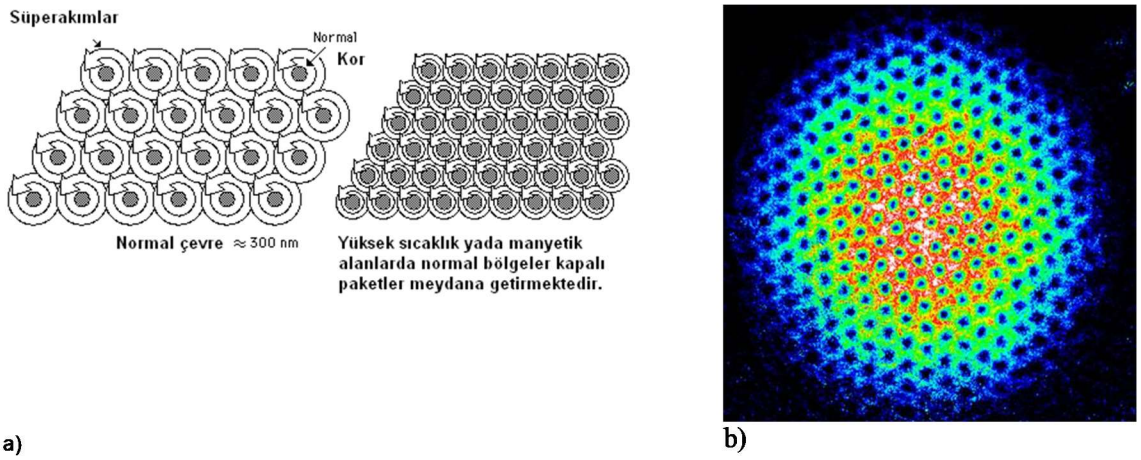
2. LİTERATÜR ÖZETİ

20. yüzyıl başlarında düşük sıcaklık fiziği konusunda, katı malzemelerde ve özellikle metallerde ilk karakteristik işlem, numunelerin özdirenç değerlerinin sıcaklığa bağlı olarak hesaplanmasıydı. 1911 yılında Kamerling Onnes, 4,2 K'de, cıvada direnç değerinin sıfır olduğunu buldu (Onnes 1911). Bu buluştan sonra yapılan deneylerle birçok elementin ve bileşiğin süperiletkenliğe geçiş (kritik sıcaklık) değerleri bulundu (Barden vd., 1957; Kunzler vd., 1961; Bednorz vd., 1986; Wu vd., 1987; Maeda vd., 1988; Sheng vd., 1988; Schilling vd., 1993; Gao vd., 1994; Kresin vd., 1990). 1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld süperiletkenlerde manyetik akı dışarlamasını gözlemledi (Meissner ve Ochsenfeld,1933). 1935 yılında London kardeşler Meissner etkisini açıklayan ilk basit teoriyi ortaya koydular (London ve London,1935). 1950 yılında Ginzburg ve Landau, London denklemlerini kullanarak süperiletkenlik parametrelerini makroskobik bir teori ile açıkladılar (Ginzburg ve Landau,1950). 1957 yılında ise Bardeen, Cooper ve Schriffer (BCS), makalelerinde süperiletkenliğin doğasını ortaya koymaya çalıştılar. Bu makalede; elektron çiftlerinin birlikte taşınması ve süper akımların ortaya çıkması, bunun yanı sıra normal durum ile süperiletken durum arasındaki enerji geçişi açıklandı (Barden vd., 1957a; Barden vd., 1957b). J. Georg Bednorz ve K.Alex Müller, 1986 yılında La-Ba-Cu-O sisteminde kritik sıcaklığın 30 K'e yükseldiğini belirlediler (Bednorz ve Müller, 1986). Wu ve arkadaşlarının $YBa_2Cu_3O_7$ (YBCO) sisteminde geçiş sıcaklığını 92 K'e çıkarmayı başarmış olmaları, araştırmacıların sıvı azot sıcaklığında çalışmalarını yoğunlaştırmalarına neden oldu (Wu vd., 1987). Geçiş sıcaklığının 77 K'in üzerine çıkması, sıvı helyuma oranla daha ucuz ve pratik yoldan elde edilebilen sıvı azotu kullanma imkânı doğurdu. 1988 yılının başında Maeda ve arkadaşları süperiletkenlik geçiş sıcaklığını Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde 110 K, 1988 de ise Z. Z. Sheng ve A. M. Hermann Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde geçiş sıcaklığını 125 K olarak buldular (Maeda vd.,1988; Sheng vd., 1988). En yüksek geçiş sıcaklığı Hg-Ba-Ca-Cu-O sisteminde yüksek basınç altında 164 K olarak elde edilmiştir (Gao vd., 1994).

Süperiletkenler, uygulanan dış manyetik alana karşı davranışlarına göre I. ve II. tip olmak üzere iki gruba ayrılır. I. Tip süperiletkenler, düşük dış manyetik alanlarda (H_c) bozulabilen yapıları ve düşük kritik sıcaklık (T_c) özellikleri ile endüstriyel uygulamalara sahip değildirler. II. Tip süperiletkenler ise, dış manyetik alan uygulandığında, kritik manyetik alandan (H_{C1}) daha büyük değerlerde, manyetik alan süperiletken içine girmeye başlar. Bunun sonucunda da, süperiletken içinde Şekil 2.1 a'daki gibi manyetik alanı dışlayacak yüzeyde hareketli, ters yönlü akı girdapları oluşur. Süperiletkenlik durumu kritik manyetik alan (H_{C2}) değerine kadar özelliğini korumayı sürdürür ve bu değerden sonra normal duruma döner. 1957 yılında Alexei Abrikosov,

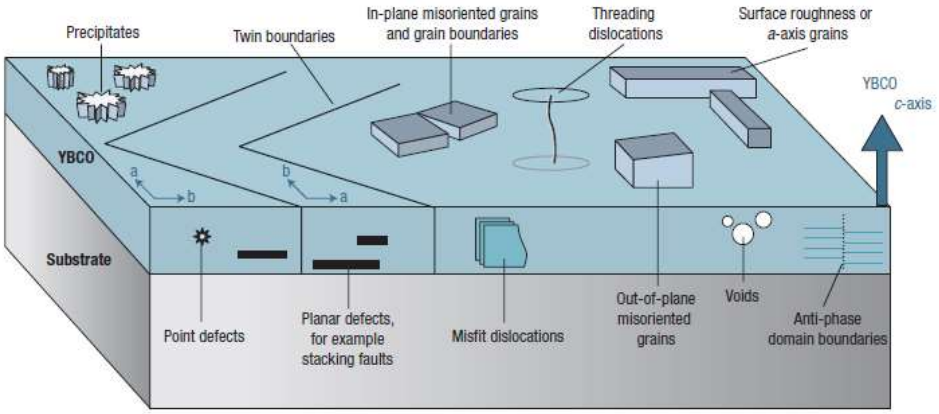
yayınladığı makalede süperiletkenlerdeki bu iki farklı sınıflandırmayı teorik olarak açıklamıştır (Abrikosov 1957).

Süperiletken içinde bulunan kusurlar dış manyetik alana karşı oluşan doğal girdap noktalarının merkezi olmakla birlikte, kusurlar olmasa bile girdaplar bu yapı içerisinde hareketli şekilde oluşacaktır. Girdaplar H_{c2} kritik manyetik alanından daha yüksek dış manyetik alanlarda oluşur ve bu girdapların yarıçap uzunlukları eş uyum uzunluğuna eşittir. Süperiletken malzeme üzerinde oluşan girdaplar, uygulanan dış manyetik alanla orantılı olarak artar ve girdaplar yüzey üzerinde hareketli olduklarından, girdaplar arası mesafe de kısalır, dış manyetik alan değeri arttıkça girdapların oluşturduğu örgü sayısı da artar. Girdaplar da kristal atomları gibi düzenli bir örgü oluştururlar. Bu örgü, Abrikosov girdap örgüsü olarak adlandırılır ve hekzagonal yapıdadır (Şekil 2.1 b). Girdaplar sürekli dış manyetik alanla ve yanındaki diğer girdap alanları ile etkileşim halindedirler. Karışık durum, Şekil 2.1.'de gösterildiği gibi, silindirik normal bir metal çekirdeğe sarılmış süper akımların, silindirik anaforu olarak canlandırılabilir. Bu çekirdekler, akının II. tip süperiletkenlere nüfuz etmesini sağlar. Manyetik alan, girdap fitillerinin merkezinde maksimum olup, çekirdeğin dışına doğru belirli bir nüfuz derinliği (λ) ile üstel olarak azalır. Her bir girdap için manyetik alanın kaynağı süper akımlardır. Süperiletken üzerinden akım geçirildiğinde akımla girdaplar arasındaki etkileşme nedeniyle yapıda elektriksel direnç oluşur ve bu dirence bağlı olarak enerji kaybı gözlenir. Bu elektriksel direnç yapının süperiletkenlik özelliğinin kaybolmasına neden olur. Eğer girdaplar çivileme merkezlerince yüzeyde sabitlenirse, süper elektronlar girdaplarla daha az etkileşir ve böylece süperiletken daha yüksek akımları taşıma kapasitesine sahip olur.



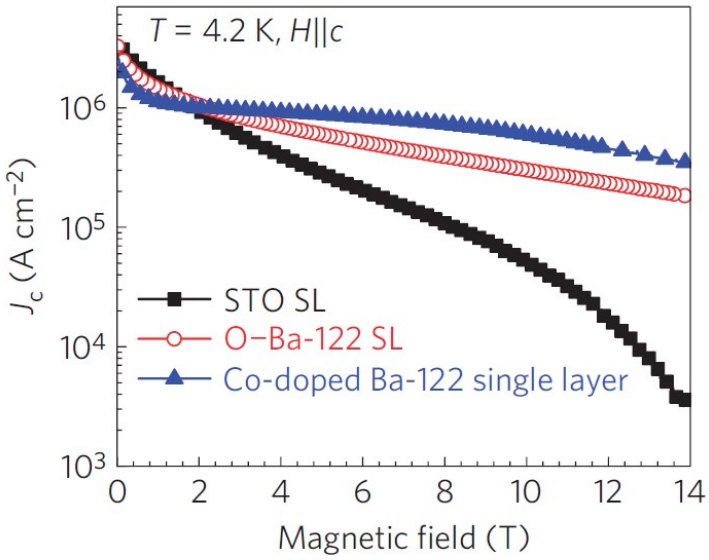
Şekil 2.1. a) Süperiletken bir malzeme içerisinde karışık durum (GITAM 2014)
b) Yoğunlaştırılmış 300 girdabın çekirdekleştirme görüntüsü (Eric Cornell vd. 2014)

Şekil 2.2'de gösterildiği gibi kristal yapıdaki noktasal, çizgisel (c yönelimli), düzlemsel kusurlar ve safsızlıklar gibi doğal merkezler ya da deşikler, kuantum noktalar ve süperiletken olmayan nano yapılar gibi merkezler, çivileme merkezlerini oluşturabilir. Kritik akım yoğunluğu süperiletkenlerde mevcut olan bu kusurlardan kaynaklanan çivilenme mekanizması ile doğrudan alakalıdır. Bu tip kusurlar, girdapların serbest hareketine izin vermez. Girdaba çivileme kuvvetinden (F_p) büyük Lorentz kuvveti ($F_L=J_cxB$) uygulandığında girdap hareket eder. Bunun sonucunda düzenli bir girdap örgüsü yerine akı yoğunluğu gradyantını oluşturan bir girdap dağılımı ortaya çıkar. Bu girdapların çivilenme işlemi arttıkça girdapların hareketinden kaynaklanan enerji kaybı azalır, kritik akım yoğunluğu artar, manyetizasyon histerisi genişler ve kalıcı manyetizasyon artar.



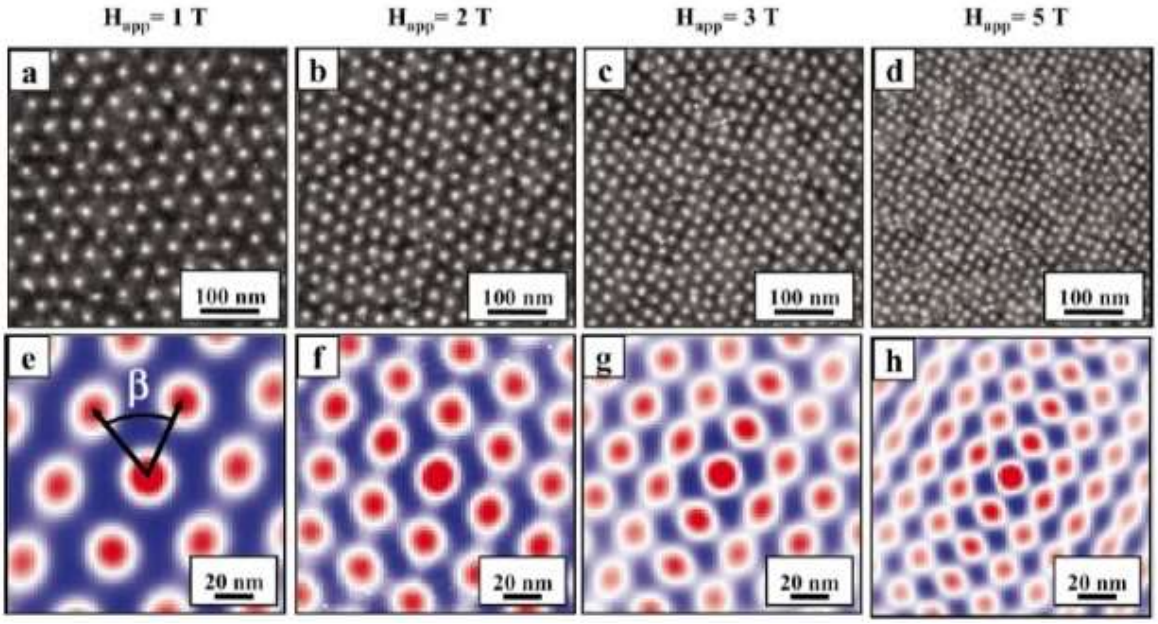
Şekil 2.2. Süperiletken film üzerinde oluşan yapı kusurlarının şematik gösterimi (Foltyn vd. 2007).

Kritik akım değeri, her dış manyetik alan için farklılık gösterebilir. Şekil 2.3'te S. Lee ve arkadaşları, Nature Materials (2013) dergisinde yayınladıkları çalışmada, Co katkılı $BaFe_2As_2$ (Ba-122) ile oksijence zengin katkısız O-Ba-122 incelendiğinde, Kritik akım değerlerinin her dış manyetik alan için farklılık gösterdiği, örneğin; 8 T için Co katkılı Ba-122 değeri daha fazla iken 1 T dış manyetik alan altında ise STO SL ve O-Ba122-SL değerleri daha yüksektir (Lee vd.,2013). Bu bize ürünlerin kullanılacakları dış manyetik alanlara göre dekorasyonunun önemli olduğu sonucunu doğurur.

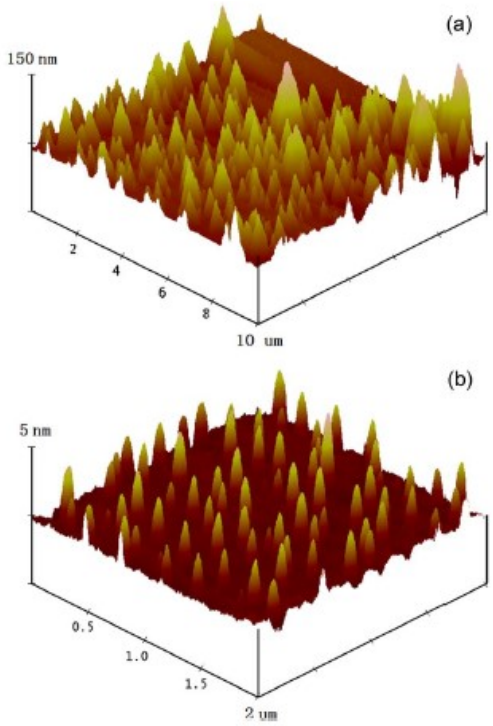


Şekil 2.3. Dış manyetik alana bağlı olarak, STO1.2 nm/Co-katkılı Ba12213 nm (STO SL), 40nm STO (SrTiO3) üzerinde O–Ba-1223 nm/Co-katkılı Ba12213 nm (O-Ba-122 SL) ve katkısız O-Ba-122 SL, Kritik akım değerleri (Lee vd.,2013)

Abrikosov örgüsü olarak adlandırdığımız girdap yapısı uygulanan dış manyetik alanla değişiklik göstermektedir. Şekil 2.4' te V_3Si yapısındaki çalışmada 2,3K de alınan STM görüntüleri verilmiştir (Nist 2014). Uygulanan dış manyetik alanla yapı üzerinde oluşan girdap noktalarının artışı belirgin şekilde görülmektedir. Kritik akımı artırmak için oluşturulacak yapay çivileme merkezlerinin, bu örgüde rastgele değil görüntüden de görüleceği gibi belirgin bir geometrik yapıda bulunmaları gerekliliğini ortaya koyulmaktadır. Bu geometrik yapı süperiletkenin maruz kalacağı her dış manyetik alan içinde değişebilir. Lu vd., (2013) $LaAlO_3$ altlık üzerinde rf püskürtme tekniği ile CeO_2 nano ölçekli noktalar oluşturmuşlar ve bu yüzey üzerine Tl-2212 ince film kaplayarak kritik akım değerlerini incelemişlerdir. 100-150-200-400nm kalınlıklı Şekil 2.5. de gösterildiği gibi farklı sıklıkta çivileme merkezleri oluşturmuşlardır. Elde edilen sonuçlara göre 100-200nm kalınlıklarda oluşturulan filmlerde yaklaşık 70 nm çapında ve 5nm yüksekliğindeki CeO_2 noktalarıyla daha iyi sonuçlar elde edildiği ve bu yapıların uygulanan dış manyetik alanda oluşan çivileme merkezleriyle örtüştüğünü bildirmişlerdir (Lu vd., 2013). Hoffmann vd., (2012) yaptıkları çalışmada; Elektron beam litografi tekniği ile Si (100) altlık üzerinde 34-41nm, 100-530nm, 400-600nm çaplarında Ni manyetik noktalar oluşturmuş ve üzerine Nb film kaplamışlardır. 0-100 Oe altında yapılan kritik akım ölçümlerinde, 340nm çapındaki manyetik Ni nano yapıların, çivileme merkezlerinin yerini aldığı gözlenmiştir (Hoffmann vd., 2012). Yapılan bu çalışmalar ışığında, kullanılacak nano yapıların büyüklüğü ve geometrisi, uygulanan alan, süperiletken yapı ve katkının manyetik özelliklerine göre de kritik akım özelliklerinin değiştiği görülmektedir.



Şekil 2.4. 2,3K de Vi3Si örneğinden alınan STM görüntüsü (Nist 2014).



Şekil 2.5. LaAlO3 altlık üzerinde CeO2 nano parçacıklarının AFM görüntüsü a) 450 °C de 30W, 5 s b) 450 °C 70 W 5s (Lu vd., 2013)

Sahip oldukları yüksek kritik akım taşıma özelliği ve bu özelliğin artmasını sağlayan yapay çivileme merkezlerinin oluşturulması, çeşitli nano ve mikro büyüklükteki atomların katkılanması, farklı atomların yapıdaki atomlarla kısmi yer değiştirilmesi, altlık dekorasyonu, parçacık radyasyonu gibi yöntemleri kullanarak geliştirilmeye çalışılmıştır.

Matsumoto ve arkadaşları, bir boyutlu yapay çivileme merkezleri, altlık üzerine dağıtılan Y_2O_3 nano parçacıklar kullanılarak c-ekseninde yönlendirilmiş YBCO ince filminin yüzeyine dik olarak dağıtılmıştır (Matsumoto vd. 2005). Kritik akım yoğunluğunu 77 K de ve 1-5 T aralığında manyetik alanın fonksiyonu olarak ölçmüştür. Obradors ve arkadaşları CeO_2, $BaZrO_3$, $SrTiO_3$, $La_2Zr_2O_7$ tampon tabakalar üzerinde CeO_2, $BaZrO_3$ nano yapılarını kaplayarak YBCO film içerisindeki mikro yapısal etkilerini incelemişlerdir (Obradors vd. 2006). Jha ve arkadaşları, birlikte yaptıkları çalışmalarda PLD yöntemi ile YBCO ince film oluşturulmuş ve içerisine $BaTiO_3$, $BaZrO_3$, $La_{0.67}Sr_{0.33}MnO_3$, $SrTiO_3$, yapıları ekleme suretiyle çivileme merkezleri oluşturulmuş ve kritik akım değerlerinin arttırdığı gözlemlenmiştir (Jha vd. 2012, 2011a, 2011b, 2011c, 2010). Wang ve arkadaşları YBCO ince filmine manyetik Fe_2O_3 nano parçacıkları katkılayarak kritik akım değerlerindeki geçiş özelliklerini incelemişlerdir (Wang vd. 2009). 65 ve 40 K deki kritik akım yoğunluğu ölçümlerinde, Fe_2O_3 katkılı YBCO örneğinin saf YBCO örneğinde daha iyi çivileme merkezlerinin oluştuğunu ve dolayısıyla yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğunu göstermişlerdir. Goswami ve arkadaşları PLD tekniği ile $(Y_{1-x}Eu_x)Ba_2Cu_3O_{7-d}$ ince filminde yitriyum ile farklı miktarlarda Eu atomunun kısmi yer değiştirilmesiyle yapı içerisinde oluşan kusurları ve mikro yapısını taramalı elektron mikroskobu ile incelemişlerdir (Goswami vd. 2010). Kısmi yer değiştirmeden dolayı oluşan kusurlar çivileme merkezlerini oluşturarak kritik akım yoğunluk değerini % 30-65 değerinde arttırdığını belirtmişlerdir. Konya ve arkadaşları TFA-MOD metodu ile ürettikleri YBCO filmlerde $BaZrO_3$ yapısı ile çivileme merkezleri elde etmiş kritik akım değerini geliştirmiştirler (Konya vd. 2013). Tek bölgeli (Single Domain) YBCO süperiletkeni farklı oranlarda Bi_2O_3 bileşiği eklenmesiyle yüzeyde çekirdeklenerek büyüme işlemi metoduyla (TSIG) Yang ve arkadaşları tarafından üretilmiştir (Yang vd. 2013). Manyetik kaldırma deneylerinde, Bi_2O_3 katkısının % 0,1 den %0,7 'ye kadar artmasıyla akı çivileme merkezlerinden dolayı YBCO örneğinin kaldırma kuvveti 13 N dan 34 N a çıkmış fakat %2 Bi_2O_3 katkısıyla 11N a azaldığını göstermişlerdir. Kobalt katkısı yapılmış ve yapılmamış $YBa_2Cu_{3-x}Co_xO_{7-z}$ süperiletken filmi Polimer destekli metal organik çökeltme metodu yardımıyla $LaAlO_3$ (001) altlığının üzerinde üretilmiştir (Wang vd. 2013). Kobalt katkısının artmasıyla kritik akım yoğunluğunun arttığını çalışmalarında belirtmişlerdir. YBCO bileşiğine ağırlıkça %0-1 ağırlığında nanoboyuttaki SiO_2 (30 nm) parçacıklarını ekleyerek kritik akım yoğunluğundaki değişimleri Ben-Salem ve arkadaşları tarafından incelemiş ve SiO_2 katkısının % 0,1 değerinden daha düşük değerlerde akım yoğunluğuna olumlu etki yapmış daha üst katkılamalarda akım yoğunluğunun azaldığını rapor etmişlerdir (Salem, 2014).

Yapay çivileme merkezlerinin oluşturulması için nano ve mikro büyüklükteki atomların katkılanması veya farklı atomların yapıdaki atomlarla kısmi yer deştirilmesi dışında, bazı bilim insanları altlıklar üzerinde çeşitli tekniklerle dekorasyonlar oluşturularak bu yapıların etkilerini araştırmışlardır. Matsui ve arkadaşları ise, altın iyonları ile bombardımana tutulan YBCO filmlerde oluşan çukurlar ve hasarlar nedeniyle Jc değeri üzerinde teorik ve deneysel çalışmalar yapmışlardır (Matsui vd. 2013).

Kechik, 2010 yılında Birmingham Üniversitesinde tamamlamış olduğu doktora çalışmasında, YBCO filminin akım taşıyıcı yoğunluğunu arttırabilmek için nano katkılamalar yapmıştır (Kechik 2010). Filmlerin hepsini uygun şartlarda SrTiO3 (STO) tek kristal altlığın üzerine PLD tekniği kullanarak hazırlamış ve manyetik alana bağlı olarak çivileme kuvvetinin değişimini belirlemiştir. Ayrıca film kalınlığına bağlı olarak kritik akım yoğunluğunun manyetik alanla (0- 4 T) değişimini incelemiştir.

Ülkemizde yapılan bazı çalışmalarla da yapay çivileme merkezleri oluşturarak girdap akımları tuzaklama ve kritik akım değerlerini artırma konusunda çalışmalar yapılmıştır. Polat ve arkadaşları 2012 yılında yaptıkları çalışmada, farklı sürelerde dc magnetron püskürtme yöntemi ile Pd ve Ta nano adacıkları YBCO içerisine yapay çivileme merkezleri olarak büyütmüşlerdir. Yapılan çalışmalar sonucunda süre artışı ve uygulanan güç ile orantılı olarak nano adacıkların arttığı ve aralarındaki mesafelerin azaldığı gözlenmiştir (Polat vd. 2012). Farklı dış manyetik alanlar altında yapılan kritik akım değerleri incelendiğinde Pd katkısının olumlu etkisi olduğu görülmüştür. Yıldırım ve arkadaşları, Bi-2223 yapısına Sn nano partiküllerin difüzyonunu incelediler (Yıldırım vd. (2014). Kritik akım ve kritik sıcaklık değerlerini arttırdığını gözlemlediler. Yakıncı ve arkadaşları, YBCO bulk yapıda Yitriyum, Selenyum kısmi yer değişikliği yaparak yapı içerisinde çivileme merkezleri oluşturmuşlardır (Yakıncı vd. 2013). Farklı sıcaklıklarda yapılan tavlama işlemleri sonucunda elde edilen yapılarda kritik akım değerinin arttığı gözlenmiştir. Sönmez ve arkadaşları, PLD yöntemi kullanarak ürettikleri $NdBa_2Cu_3O$ ince filmlerde Nd_2O_3 kontrollü nano adacıklar oluşturarak 32% oranında kritik akım değerini geliştirmişlerdir (Sönmez vd. 2013). Sönmez, 2009 yılında tamamlamış olduğu doktora çalışmasında, yapay çivileme merkezlerinin, Ni-W metal altlıklar üzerine büyütülen Nd-123 süperiletken ince filmlerin kritik akım yoğunluğundaki etkilerini araştırmış ve bu değerin %25 den fazla olduğunu belirlemiştir (Sönmez 2009). Birlik, 2011 yılında ki çalışmasında, BZO katkılı YBCO ve GdBCO filmini STO ve LAO tek kristal altlık üzerine kimyasal çözelti depozitleme yöntemi ile sentezleyerek etkisini incelemiştir. BZO katkısının yapı içerisinde yapay çivileme merkezleri olarak etki ettiğini ve manyetik alan altında kritik akım yoğunluğunun arttığını göstermişlerdir (Birlik, 2011).

3. GEREÇ VE YÖNTEM

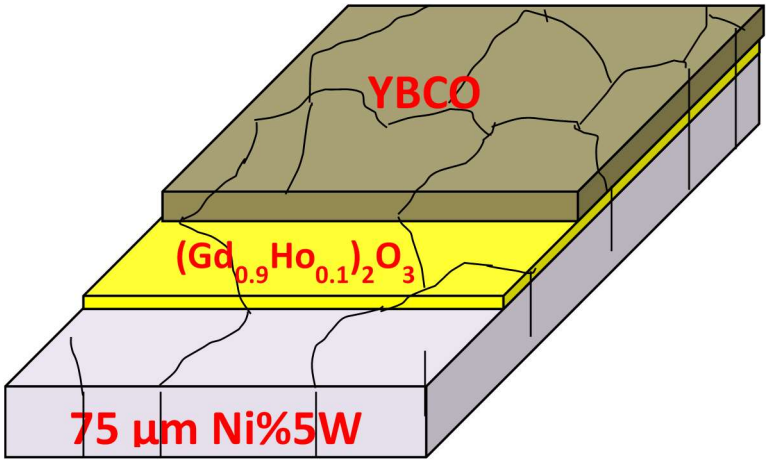
3.1. İnce Film Üretimi

Proje çalışması Sol-jel üretim tekniği ve lazer sistemlerin birlikte kullanımını içermektedir. Sol-jel yöntemi; çözücü içerisinde çözünen organometalik bileşikler kullanılarak hazırlanan çözeltiye, yüzeyi temizlenmiş olan şeridin daldırılması ile kaplama yapılmasıdır. İnce filmleri kaplamak için aşağıda resmi verilen Daldırmalı Kaplama Sistemi (Dip Coating) kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Daldırmalı Kaplama Sistemi

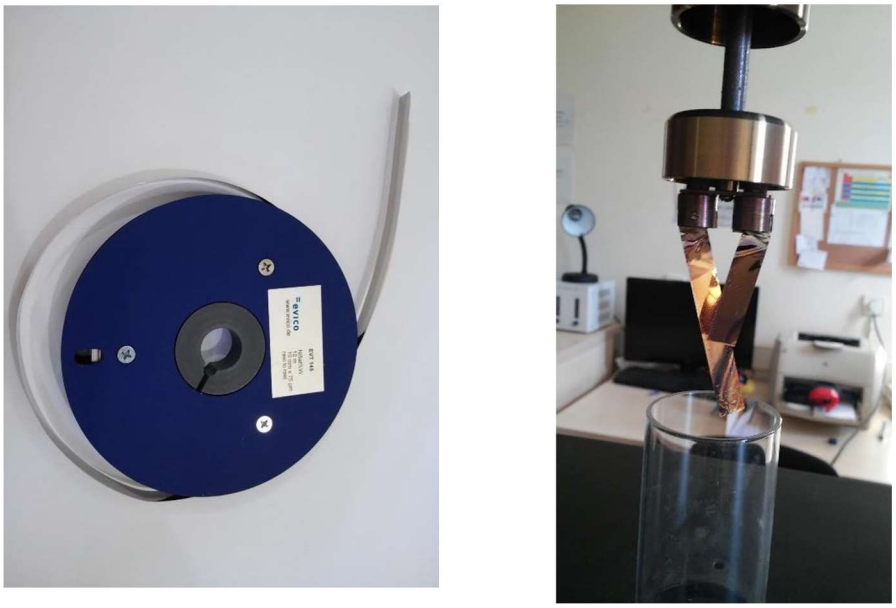
Süperiletken ince filmler; Ni-5%W şerit, üzerine sol-jel ile kaplanmış tampon tabaka ve yine sol-jel ile kaplanmış YBCO süperiletken tabakadan oluşmaktadır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Ni-5%W şerit üzerine kaplanmış $(Gd_{0.9}Ho_{0.1})_2O_3$ tampon tabaka ve YBCO süperiletken filmin şematik gösterimi.

Ni-5%W Şerit

Altlık yüksek sıcaklık süperiletken (HTS) filmlere mekanik dayanım sağlamak ve korumak amacıyla kullanılır. Üretilen filmlerin özelliklerine bakıldığında film büyütmek için altlık seçimi çok önemlidir, bu sebeple şeritler oksidasyon direnci, kolaylıkla şekillendirebilir olmaları ve ısıl işlemden sonra iki eksenli yapı elde edilebilmesinden dolayı, yönlendirilmiş hazır şeritler kullanılmıştır (Şekil 3.3). Altlık olarak 10 mm genişliğinde 75μm kalınlığında Ni-5%W şeritler kullanılmıştır. Şeritler kaplanmadan önce XRD ve SEM fotoğrafları alınarak yüzeyin yönelimi tane büyüklüğü, sınırları ve temizliği incelenmiştir.



Şekil 3.3. Ni-5%W Yönlendirilmiş olarak hazır şeritler

Tampon Tabaka

Tampon tabaka Ni-5%W şerit ile süperiletken film arasındaki reaksiyonu önlemeyi, örgü kusurlarını azaltmayı, Ni-5%W şeritte oksitlenmeyi yavaşlatmayı ve şeritte oluşan kristalografik yönlenmeyi süperiletken filme taşımak amacıyla kullanılmaktadır.

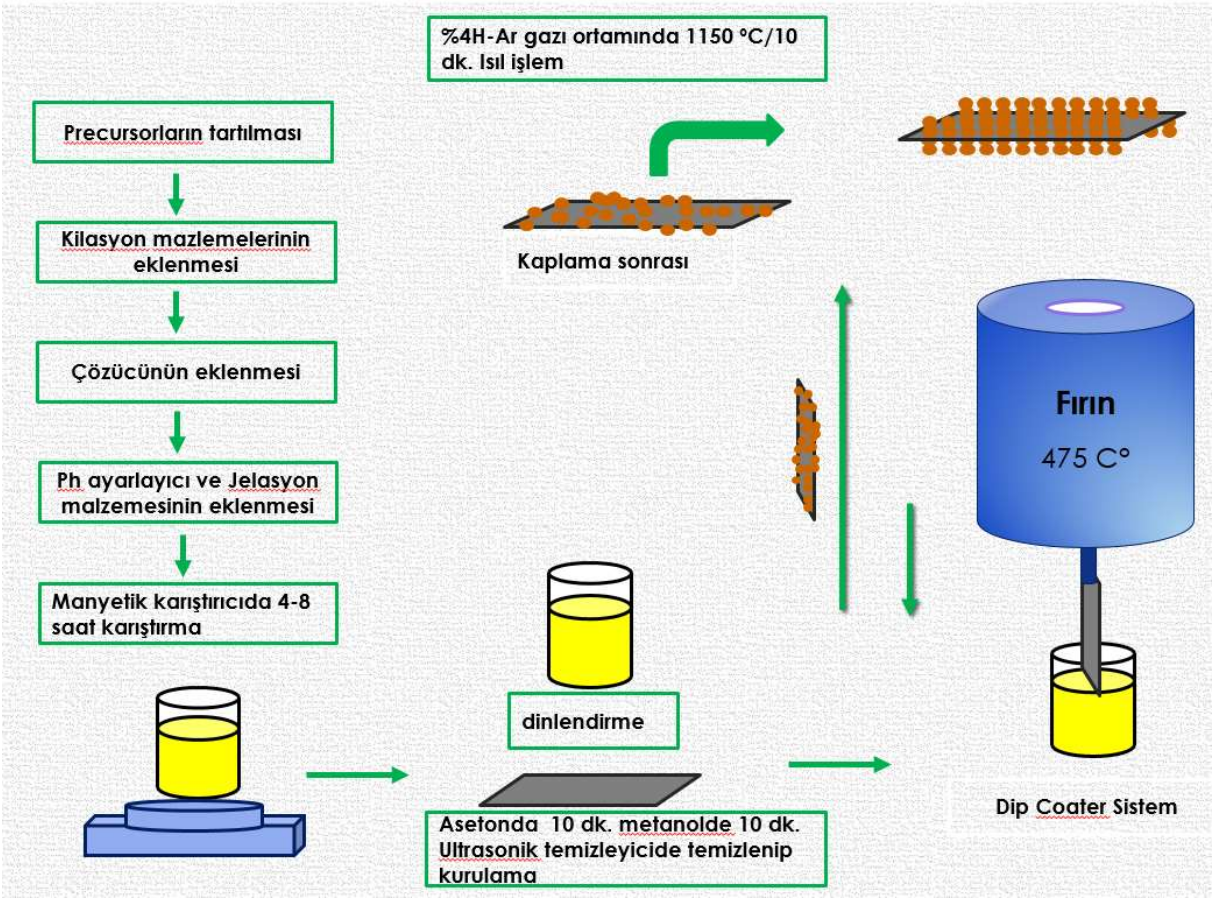
Tampon Tabaka için Çözelti Hazırlama

Çözeltiler hazırlanırken kullanılan başlangıç malzemelerine göre çözücü seçimi yapılmalıdır. Seçilen çözücülerin hazırlanacak çözeltiye göre oranları değişmektedir ve çözeltinin viskozitesini belirlemektedir. Çözeltinin vizkozitesi kaplamanın homojenliğini, kaplamadaki çatlakları, gözenekleri ve kristalografik yönlenmeyi etkilemektedir. Çözeltinin vizkozitesi düşük ya da yüksek olduğunda kaplamada kurutma sonunda çatlaklar ve yapışma bozuklukları oluşmaktadır. Bu çatlaklar ve yapışma bozuklukları filmin kalınlığından dolayı Ni-5%W şerit ile tampon tabaka arasındaki ısısal genleşme katsayısının farklı olmasından ve de

kaplamalarda oluşan termal gradientten kaynaklanmaktadır.

Sol-jel yöntemi, çözücü içerisinde çözünen organometalik bileşikler kullanılarak hazırlanan çözeltiye, yüzeyi temizlenmiş olan şeridin daldırılması ile kaplama yapılmasıdır. En uygun başlangıç malzemesi olarak Gadolinyum 2, 4 pentadionat ($Gd(CH_3COCHCOCH_3)_3$) ve Holmiyum 2, 4 pentadionat ($Ho(CH_3COCHCOCH_3)_3$) tespit edilmiştir. Çözücü olarak metanol (CH3OH) , kilasyon malzemesi olarakta glasiyel asetik asit (C-H3-C-O2) ve asetil aseton (C5H8O2) kullanılmıştır.

Şekil 3.4.'te çözeltilerin hazırlanması şematik olarak gösterilmiştir. Çözeltiler hazırlanırken başlangıç malzemeleri 1/10000 hassasiyetli terazide tartılmıştır. Çözelti hazırlanırken en önemli faktörlerden biri pH değeridir. pH değerinin 4,5 ile 5,5 arasında olması göz önünde bulundurulmuştur. Çözeltiye uygun kilasyon ve çözücülerin ilavesi yapıldıktan sonra manyetik karıştırıcıda 6-8 saat arasında berrak çözelti elde edilene kadar karıştırıldı. Çözelti hazırlandıktan sonra dinlendirilerek kaplanacak hale getirildi. Çözeltide kullanılan başlangıç, kilasyon, çözücü ve pH ayarlayıcı ve jelasyon malzeme listesi Tablo 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.4.Tampon tabaka kaplama diyagramı

Tablo 3-1. Tampon Tabakaların kaplanmasında kullanılan çözeltiler ve bileşenler

Tampon Tabaka	**Başlangıç Malzemesi**	**Kilasyon Malzemesi**	**Çözücü**	**PH Ayarlayıcı ve Jelasyon Maddesi**
$Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ Gd_2O_3	Gd-2,4 Pentanedionate Ho-2,4 Pentanedionate	Asetil aseton Glasiyel Asetik Asit	Metanol Etanol Isapropanal	Etilendiamine Trietanolamin

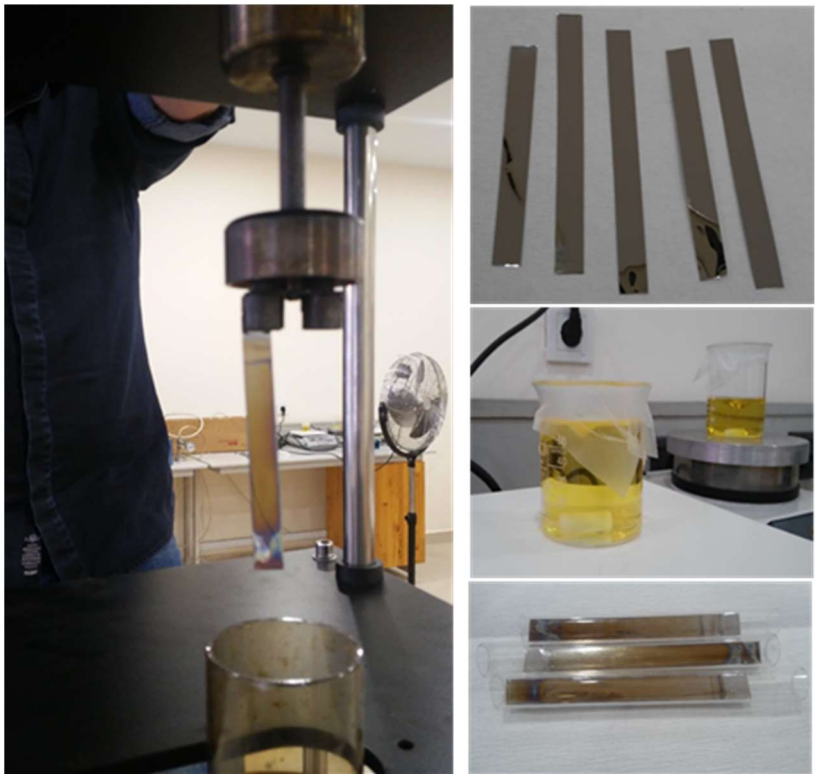
Tablo 3.1.'de verilen başlangıç malzemeleri, kilasyon malzemesi, çözücü ve pH Ayarlayıcı ve jelasyon Maddeleri Tablo 3.2.'de verilen miktarlarda kullanılarak tampon tabakalar için çözeltiler hazırlanmıştır.

Tablo 3-2 $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ ve Gd_2O_3 çözeltileri için kullanılan malzeme miktarları

Çözelti 1 $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$	**Oran 1**	**Oran 2**	**Oran 3**	**Oran 4**
Gadolınıum(III)2,4-pentanedıonate hydrate 99.9%	2,7 gr	2,7 gr	2,7 gr	2,7 gr
Holmıum(III)2,4-pentanedıonate 99.9%	0,3 gr	0,3 gr	0,3 gr	0,3 gr
Methanol	90 ml	75 ml	60 ml	60 ml
Glacial acetic acid 100% anhydr	1,2 gr	0,99 gr	0,8 gr	0,9 gr
Acetylacetone for synt. ≥ 99 %	3,6 gr	3 gr	2,4 gr	2,7 gr
Çözelti 2 Gd_2O_3				
Gadolınıum(III)2,4-pentanedıonate hydrate 99.9%	3 gr	3 gr	3 gr	3 gr
Methanol	90 ml	75 ml	60 ml	60 ml
Glacial acetic acid 100% anhydr	1,2 gr	0,99 gr	0,8 gr	1 gr
Acetylacetone for synt. ≥ 99 %	3,6 gr	3 gr	2,4 gr	3 gr

Tampon Tabakanın Metal Altlık Üzerine Kaplanması

Kaplama için Daldırmalı Kaplama Sistemi kullanılmıştır. Ni-5%W şeritler kaplama kabına göre 80 mm uzunluğunda kesildikten sonra oda sıcaklığında ultrasonik temizleyicide 10 dk. aseton içinde daha sonra 10 dk. metanol içinde temizlendi. Şeritler hemen kurulanıp kaplamaya alındı. Şekil 3.5.'te hazır haldeki Çözelti ve Ni şeritler görülmektedir.



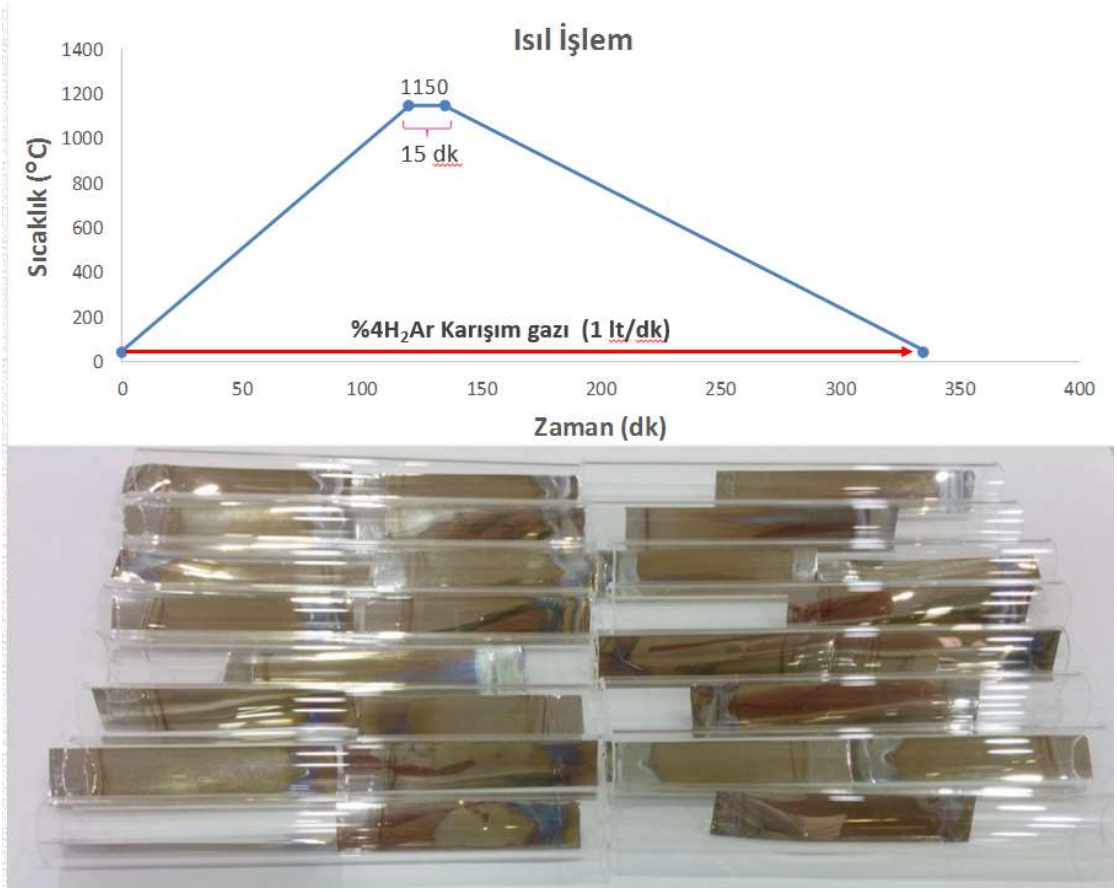
Şekil 3.5. Nikel şeridin kaplama öncesi, kaplanması, kaplama sonrası ve kullanılan çözeltinin sonrası görünümü.

Hazırlanan Ni-5%W şerit, çözelti içerisine daldırılarak sistemde ayarlanan hızla çekilmeye başlandı. Çözeltinin viskozitesine bağlı olarak çözeltinin bir kısmı yerçekimi kuvveti sebebiyle aşağıya doğru akmaktadır. Numune fırın içerisine girene kadar çözeltide su kaybı ve çözeltideki çözücüler ve kilasyon malzemelerin bir kısmı buharlaşarak ortamdan uzaklaşmaktadır. Numune fırın içerisine girdiğinde üzerinde kalan organometalikler yanarak numune üzerinde sadece $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3/Gd_2O_3$ kalmaktadır. Daha sonra numune oksitlenerek oksit tabakasının oluşumu gerçekleşmekte ve Numune fırının üst bölgesine geldiğinde numune üzerinde kalan çözeltideki jeller iç kuvvetler sebebiyle numune üzerine yapışmaktadır. Numune üzerinde termal gradiyent oluşturmamak için numunenin çekme yönü değiştirilerek tekrar fırından geçirilerek kaplama işlemi tamamlanmaktadır. İyi bir kaplama olabilmesi için kaplanan yüzey homojen ve düz olmalıdır, kaplamada çatlaklar, gözenekler olmamalı ve kristalografik yönlenme bozulmamalıdır. Bütün bunları etkileyen faktörlerin başında kaplamanın kalınlığı gelmektedir. Bu nedenle kaplamanın kalınlığı çözeltinin viskozitesi, çekme hızı ve daldırma sayısı ile kontrol edildi.

Kaplamadaki önemli faktörlerden biri de her daldırmadan sonra numunenin ısıl işleme tabii tutma gerekliliğidir. Numune her kaplamadan sonra ısıl işleme tutulduğunda altlıkla kaplanan yüzey arasındaki bağlanma kuvveti arttığından çatlaklar oluşmamaktadır.

Isıl İşlem

Yüksek sıcaklık fırının sabit sıcaklık bölgesi göz önüne alınarak hazırlanan numuneler 110 mm uzunluğunda, 11 mm çapında olan kuvars tüplere konuldu. Kuvars tüpler fırının sabit sıcaklık bölgesine konularak farklı sıcaklıklarda (1000 °C ile 1150 °C arasında) ve farklı sürelerde (10-60 dakika) %4H_2-Ar gaz ortamında ısıl işlemine tabii tutuldular. Isıl işlem basamakları ve ısıl işlem görmüş numuneler Şekil 3.6.'da verilmiştir.

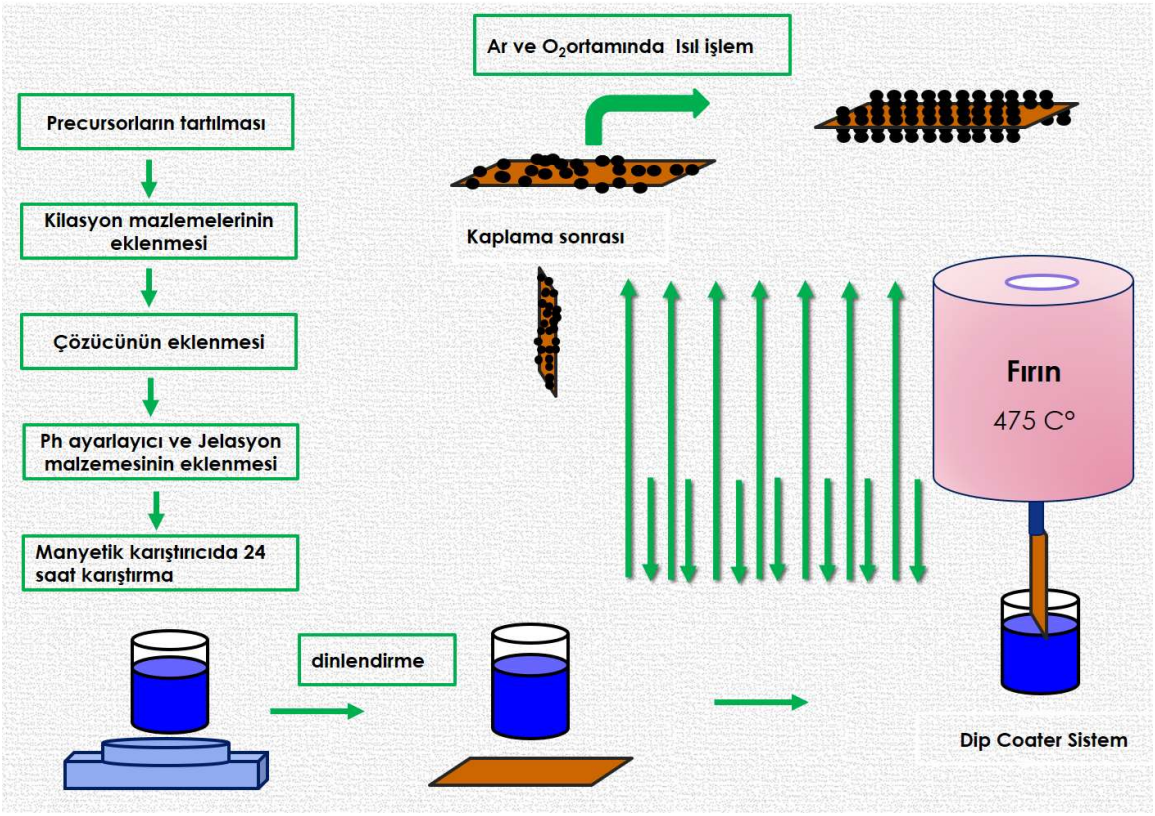


Şekil 3.6. Isıl işlem basamakları ve tampon tabaka kaplanmış örnekler

Tampon tabakanın kalınlığı, Şekil 3.4'teki basamakların tekrarlanması ile ayarlanmış ve elde edilen numunelerin her kaplamadan sonra XRD ve SEM analizleri yapılmıştır. Yapılan analizler sonucu $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ çözelti ile yapılan kaplamaların belirlenen optimum şartlara daha uygun olduğu görüldü. Bu nedenle tampon çözeltisi olarak sadece $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ hazırlanarak kaplama işlemine devam edildi. Daldırma ve fırınlama işlemi her bir numune için 5 kez tekrarlanmıştır. Bu şekilde sol-jel tekniği ile kaplanmış tampon tabakalı 150 adet numune hazırlandı. Bu işlemden sonra YBCO kaplamaya geçildi.

Süperiletken Tabaka için Çözelti Hazırlama

YBCO tabakanın kaplanması Şekil 3.7'deki YBCO kaplama diyagramında verilmektedir. Başlangıç malzemesi olarak Yttrium(III) asetat hidrat ($C_6H_9O_6Y\ xH_2O$), Baryum asetat ($Ba(OOCCH_3)_2$) ve Bakır asetat ($Cu(OOCCH_3)_2$) kullanılmıştır. Çözücü olarak metanol (CH_3OH), kilasyon malzemesi olarak glasiyel asetik asit (CH_3COOH), Jelasyon maddesi ve pH düzenleyici olarak trietanolamin ($C_6H_{15}NO_3$) kullanılmıştır.

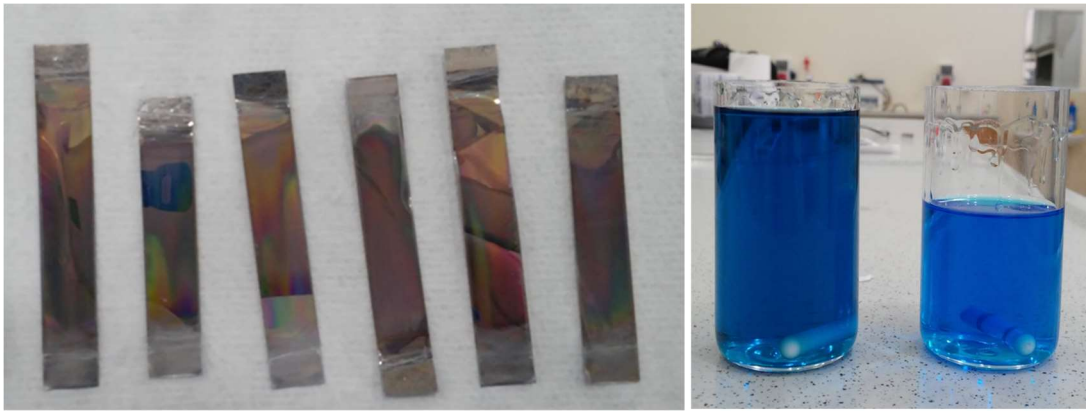


Şekil 3.7. YBCO kaplama diyagramı

Çözeltiler hazırlanırken başlangıç malzemeleri 1/10000 hassasiyetli terazide tartıldı. Çözelti, uygun çözücü, kilasyon malzemesi ve jelasyon malzemesi eklendikten sonra manyetik karıştırıcıda 24 saat berrak çözelti elde edene kadar karıştırıldı. Çözelti hazırladıktan sonra dinlendirilerek kaplanacak hale getirildi. Çözeltide kullanılan bileşenler ve miktarları Tablo3.3, ve kaplanacak numune ve çözeltinin görüntüsü Şekil 3.8'de verilmiştir.

Tablo 3-3 YBCO çözeltide kullanılan malzemeler ve oranları

İşlev	Çözelti $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$	Oran
Başlangıç malzemesi	Yttrium(III) asetat hidrat 99.9%	0,3325 gr
	Baryum asetat 99.999%	0,6386 gr
	Bakır asetat 99.999%	0,6811 gr
Çözücü	Metanol	20 ml
Kilasyon Malzemesi	Glasiyel asetik asit 100%	15 ml
Jelasyon malzemesi ve pH ayarlayıcı	Trietanolamin . ≥ 99 %	8 ml



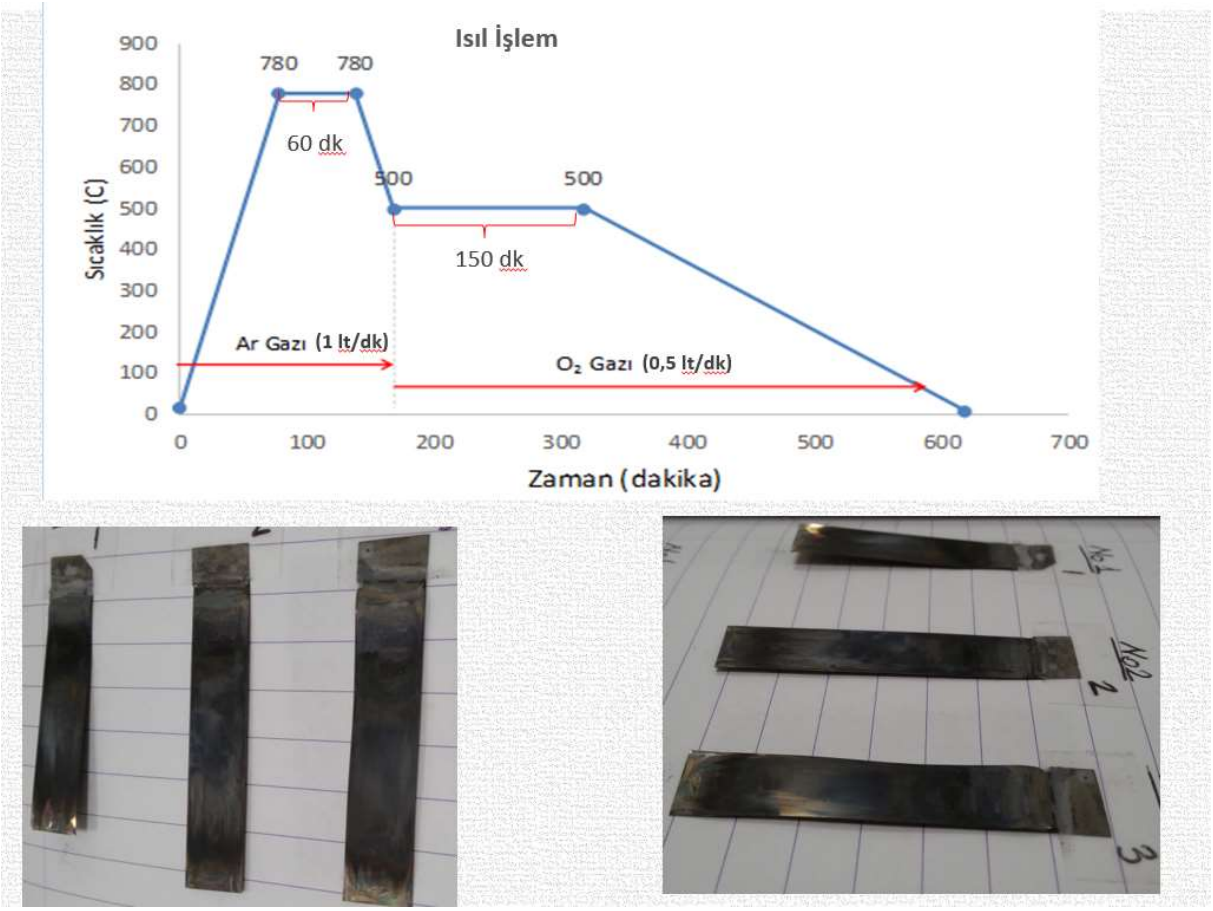
Şekil 3.8. YBCO kaplanacak numune ve çözeltinin görüntüsü

YBCO Tabakanın Kaplanması

Kaplama için Daldırmalı Kaplama Sistemi kullanılmıştır. Daldırma sayısı ve çekme hızına göre istenilen kalınlık sağlanmaya çalışılmıştır. Farklı daldırma sayısına sahip deneme numuneleri üretilmiştir. YBCO tabaka kaplanırken ker daldırmadan sonra fırınlama gerekliliği yoktur. Bu nedenle numuneler farklı daldırma sayıları ve hızlarına göre kaplanmış kaplama sonrası ısıl işleme tabii tutulmuştur.

Isıl İşlem

YBCO tabaka ile kaplanan numuneler 110 mm uzunluğunda, 11 mm çapında kuvars tüplere konuldu. Kuvars tüpler fırının sabit sıcaklık bölgesine konularak yüksek sıcaklık fırınında farklı sıcaklıklarda 500-900 °C arasında ve farklı sürelerde (10-60 dakika) ısıl işlemine tabii tutularak uygun ısıl işlem, sıcaklık ve zaman şartları belirlendi. Sonuç olarak Şekil 3.9'da görüldüğü gibi Ar gaz ortamında 78 dk. da, sıcaklık 780 °C ye çıkarılmış 60 dk. tavlanıp, 500 °C ye soğutulup ortama O_2 gazı verilip Ar gaz akışı kesilerek 150 dk. tavlanmıştır. Tavlama sonrası farklı daldırma ve farklı çekme hızına sahip numunelerin XRD analizi yapılarak uygun daldırma hızı ve sayısı belirlenmiştir.



Şekil 3.9. Isıl işlemde sıcaklık-zaman eğrisi ve üretilen YBCO şeritler

Bulunan en uygun ısıl işlem, çözelti ve kilasyon malzeme oranlarına göre YBCO için homojen, çatlaksız, kristalografik yönlendirilmesi bozulmamış, Ni-5%W şeritte oksitlenmeyi engelleyen, Ni-5%W şeridin kristalografik yönlenmesini YBCO süperiletken filme taşıyan ve YBCO ile %100 örgü uyumlu $Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ tampon tabakalar üretildi. Tampon tabaka ile kaplanmış şeritler üzerine YBCO süperiletken tabaka kaplanmıştır.

3.2. Lazer Sistemi

Lazerler, malzemelerin hem laboratuvarlarda hem de endüstriyel ortamlarda işlenmesi için kullanılan geniş ölçekli bir araçtır. Lazerler ile yapılan uygulamalar, lazerin enerjisine ve atım süresine göre termal ve atermal olmak üzere makroskopik ve mikroskopik ölçeklerde gerçekleşir. Bu nedenle lazerler geniş bir kullanım alanına sahiptir.

YBCO Süperiletken şeritler üzerine çeşitli lazerler kullanılarak düzenli ve belli geometrilerde kusurların yapılabilirliği ve yüzeyde çivileme merkezleri yerine geçebilecek bölgelerin oluşturulabilirliği araştırıldı.

Üretilen YBCO şeritlerin standard özelliklerde olmaması ve lazer etkileri konusunda belirsizlik yaratabileceği düşüncesiyle Superpower firmasından standard SF 12050 YBCO hazır şerit temin edildi. SF 12050 süperiletken hazır şerit 50 μm hastelloy C276 altlık, toplam kalınlığı 1,5-2μm olmak üzere Al_2O_3, Y_2O_3, MgO ve LMO tampon tabaka, 1,5μm kalınlığında YBCO ve en üst tabaka da 2μm kalınlığında gümüş tabakadan oluşmaktadır.

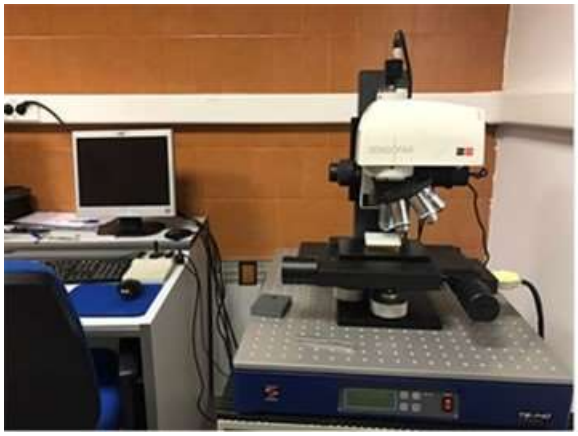
Süperiletken ince şeritler üzerinde kusur oluşturmak için, ps-UV lazer ve ns-IR lazer kullanılmıştır. Süperiletken ince filmler üzerine aynı enerji değerlerine karşılık gelen noktasal kusurlar yapılarak iki lazerin süperiletken yüzeydeki etkileri karşılaştırılmıştır. Enerji değerleri, P= Ortalama güç, f= frekans, A= lazerin etkilediği yüzey alanı olmak üzere aşağıdaki formüller kullanılarak hesaplanmıştır.

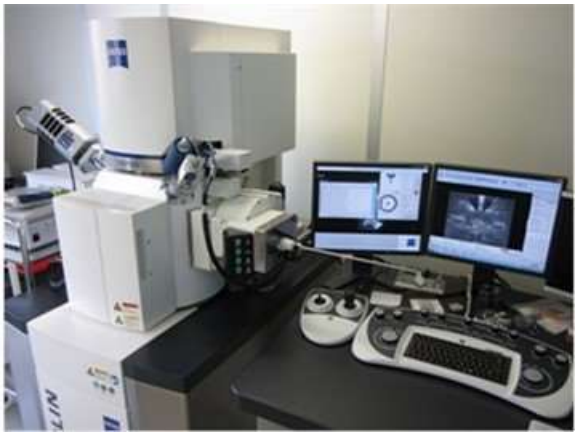
$$\varepsilon_{atım}\ (J) = \frac{P\ (j/s)}{f\ (s^{-1})} \qquad Atımın\ enerjisi$$

$$\sum \varepsilon_{deşik} = \varepsilon_{atım}\ (j) \times Atım\ Sayısı \qquad Deşiğin\ toplam\ enerjisi$$

$$Ort.\varepsilon_{yoğunluğu} = \frac{\sum \varepsilon(j)}{\sum A\ (cm^2)} \qquad Ortalama\ Enerji\ yoğunluğu$$

Çivileme merkezi yerine geçebilecek kusurları oluşturmadan önce, lazerin film üzerindeki etkisini görmek ve kullanılabilecek parametre aralığını belirlemek için, yüzeyde farklı enerji değerlerinde kusurlar oluşturulmuştur. Kusurların etkisini analiz etmek için aşağıda görüntüleri verilen Nikon L-IM Konfokal mikroskop (Sensofar-2300) ve Zeiss Merlin Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır (Şekil 3.10).



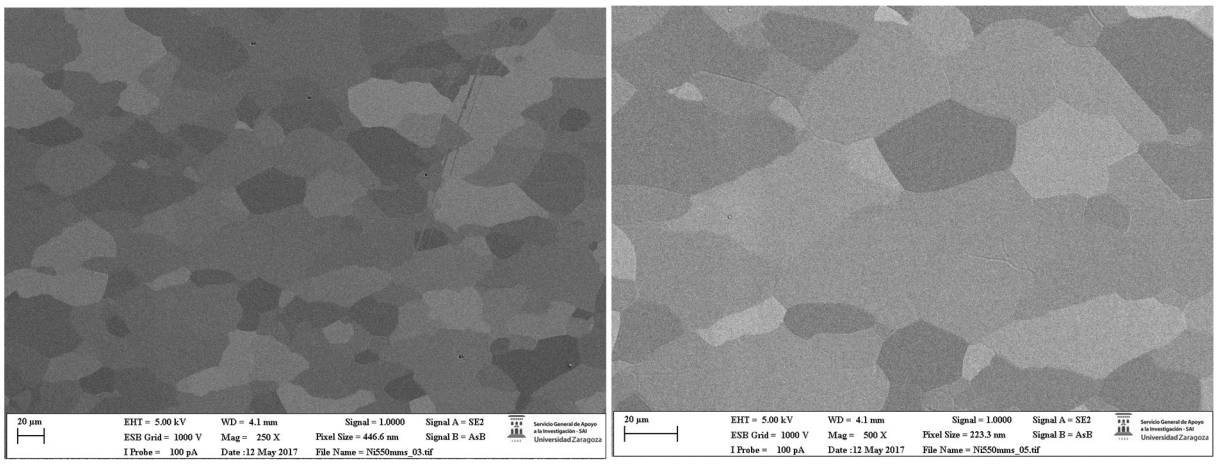


Şekil 3.10. a) Konfokal optik mikroskobu b) Taramalı elektron mikroskobu

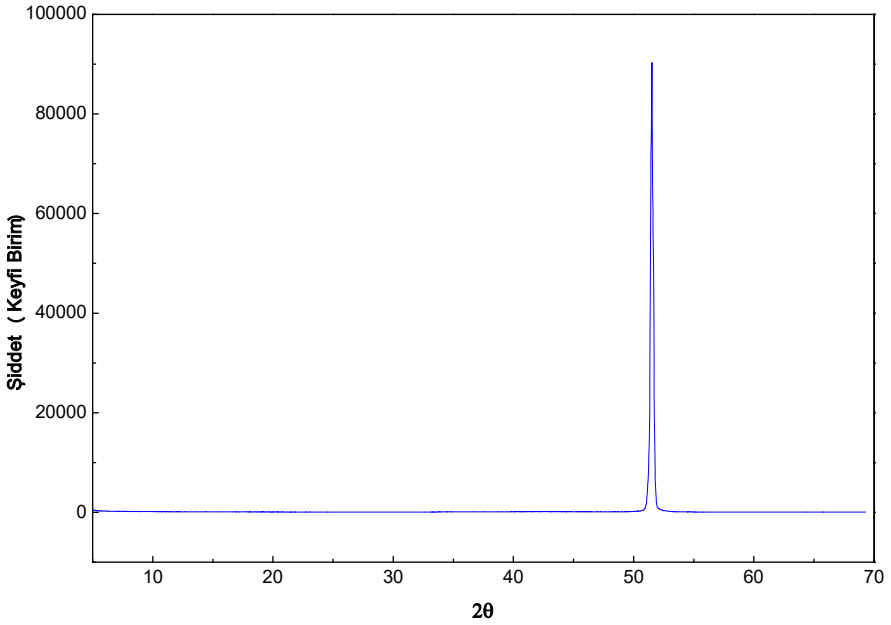
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR

4.1. Ni Şerit Analizi

Tane sınırlarındaki derinleşmeler ve tanecik boyutu yapılacak kaplamanın kalitesini etkilemektedir. Tanecik boyutu küçüldükçe, tanecik sayısı ve sınırı artmakta, sınırlarda çökelti oluşacağından dolayı kaplamanın kalitesi düşmektedir (Arda vd. 2005) Hazır olarak alınan Ni-5%W şeritlerin SEM fotoğrafları Şekil 4.1'de görülmektedir. Elde edilen SEM görüntülerinde tanecik sınırlarının belirgin, yönelimlerinin farklılık gösterdiği, yapı içerisinde safsızlıkların bulunmadığı ve yüzeyin homojen olduğu görülmektedir.



Şekil 4.1. Ni-5%W yönlendirilmiş altlık SEM görüntüleri

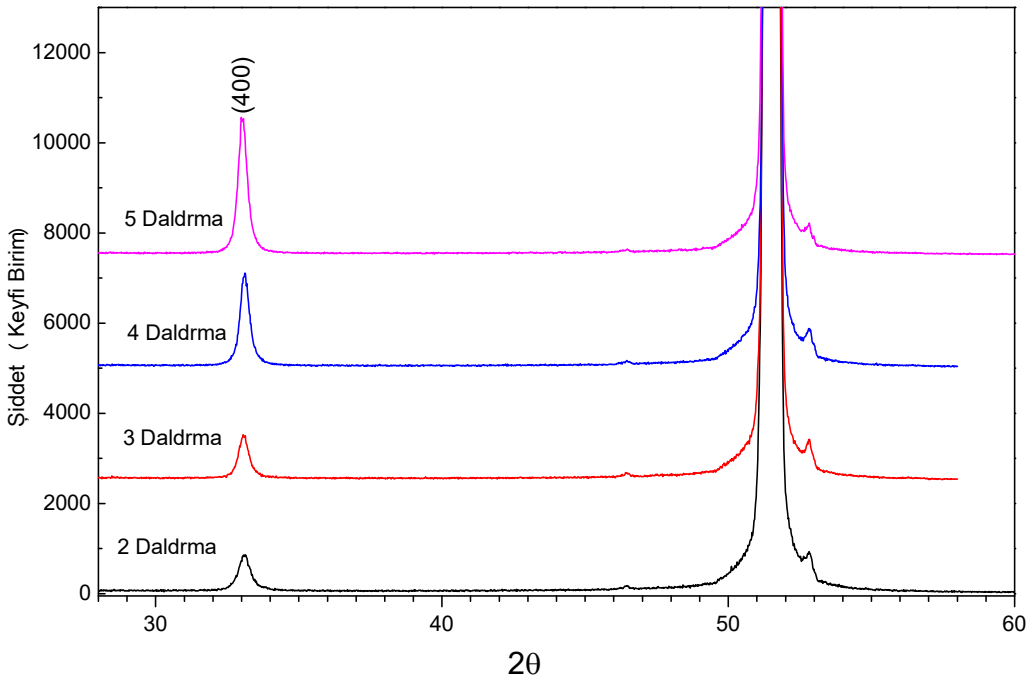


Şekil 4.2. Ni-5%W şeridin XRD difraktogramı.

Ni-5%W şeritte X-ışını difraktogramında yüzey merkezli kübik yapıya sahip 002 piki elde edilmiştir (Şekil 4.2). 2θ=51,43° de tek (002) pikin elde edilmesi c yönünde kristalografik yönlenmeyi göstermektedir.

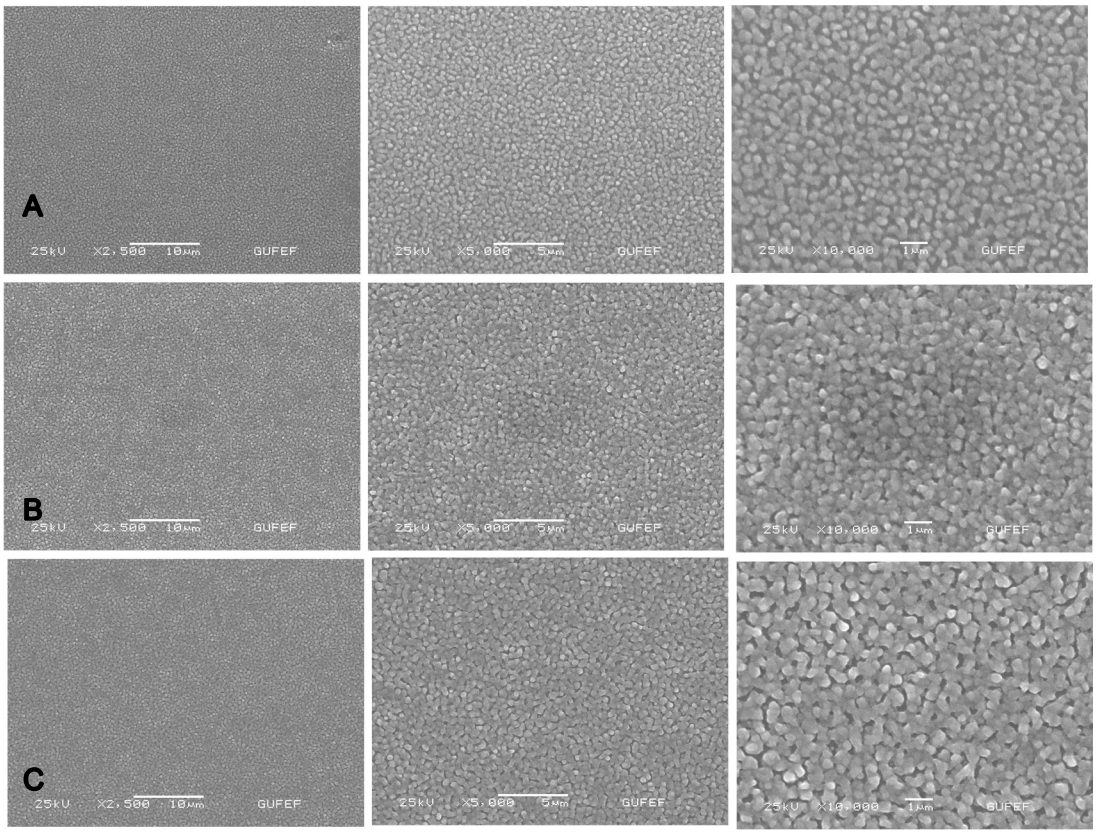
4.2. Tampon Tabaka Analizi

$Gd_{1,8}Ho_{0,2}O_3$ çözeltisiyle yapılan her kaplamadan sonra XRD analizi yapılarak uygun daldırma sayısı belirlendi (Şekil.4.3). Daldırma sayısı arttıkça 2θ= 33,02° de ortaya çıkan 400 pikinin şiddeti artmaktadır. Yapılan analizler sonucunda daldırma sayısı arttırıldığında yapıda istenen yönelim dışında diğer pikler ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle daldırma sayısı 5 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.3. Tampon tabaka için alınan XRD difraktogramları

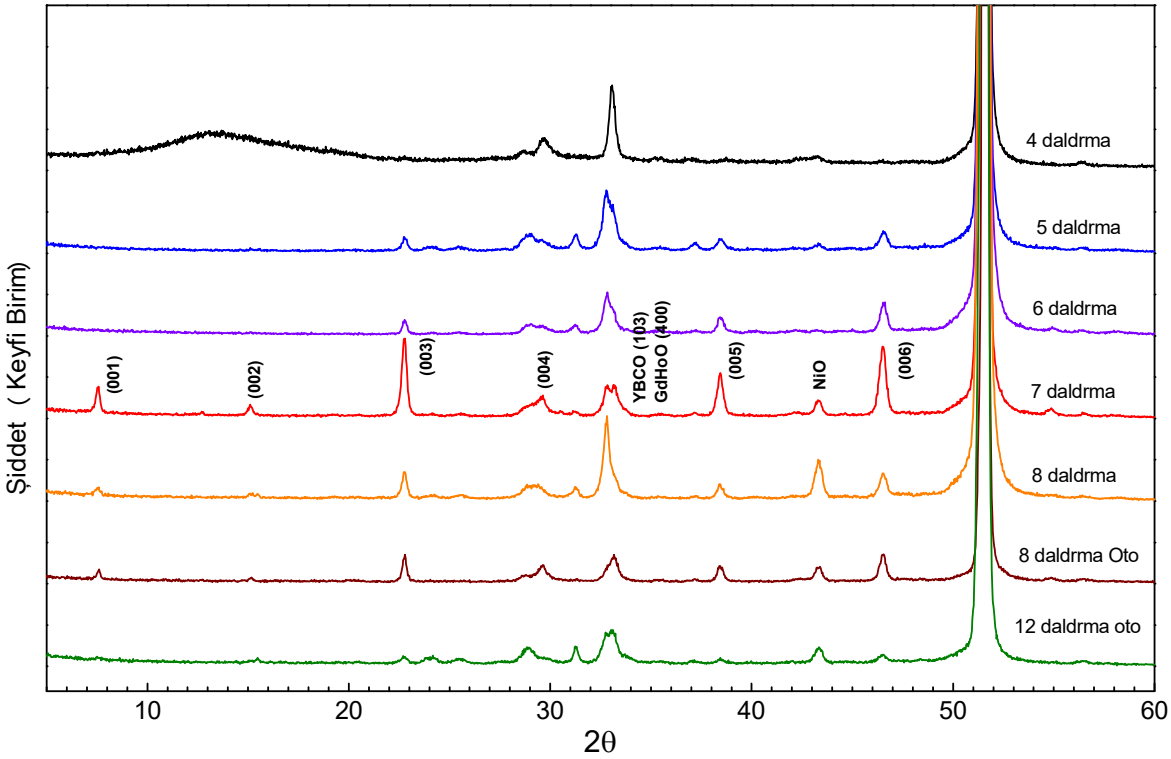
Şekil 4.4 te daldırma sayısına göre alınan SEM fotoğrafları görülmektedir. Daldırma sayısının artmasıyla orantılı olarak tane boyutları büyümüştür. Tampon tabakanın, altlık ile süperiletken arasındaki malzeme geçişişini engellemesi ve YBCO'nun yüzeyde düzgün bir şekilde kristallenmesini sağlaması için pürüzsüz ve çatlaksız olması gerekmektedir. SEM görüntülerine bakıldığında homojen bir yüzey dağılımının olduğu görülmüştür.



Şekil 4.4. Tampon tabaka için 3 (A),4 (B) ve 5(C) daldırma için alınan SEM fotoğrafları.

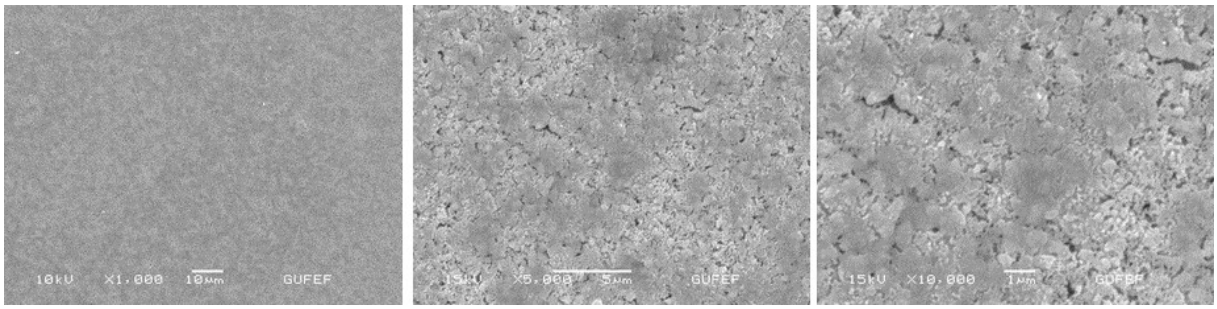
4.3. Süperiletken Tabaka Analizi

X-ışını toz difraktometre kullanılarak 2θ=5-60° arasında numunelerin difraktogramları alınmıştır (Şekil 4.5). Elde edilen veriler ışığında numuneler ortorombik YBCO fazında ve *00l* yönünde yönlendirilmiş olarak bulunmuştur. Yapılan XRD analizlerinde c-ekseninde YBCO piklerinin 5. Daldırmadan sonra ortaya çıktıkları çok net olarak görülmektedir. 7. Daldırma ile elde edilen piklerin daha keskin ve şiddetli oldukları görülmektedir. Elde edilen pikler incelendiğinde şeridin, yapısal olarak *00l* yönelimli olduğu ve 7 daldırma yapıldığında (001), (002), (003), (004), (005) ve (006) düzlemlerine sahip olduğu belirlenmiştir. 2θ=33.02° de hem YBCO (103) hem de $Gd_{1,8}H_{0,2}O_3$ tampon tabakanın (400) piki bulunmaktadır.



Şekil 4.5. YBCO için farklı daldırma sayı ve hızlarına göre alınan XRD ölçüm sonuçları

Şekil 4.6 daki SEM görüntüleri incelendiğinde ise, yaklaşık 50-250nm büyüklüğünde taneciklerden oluştuğu gözlenmektedir. Üretilen YBCO ince film yüzeyinden alınan SEM görüntüleri (Şekil4.6) ve XRD sonuçlarının literatür ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir (Okuyucu vd. 2003a, Okuyucu vd 2003b, Arda vd. 2005, Aktaş vd 2012).



Şekil 4.6. YBCO kaplanmış şeridin SEM görüntüleri

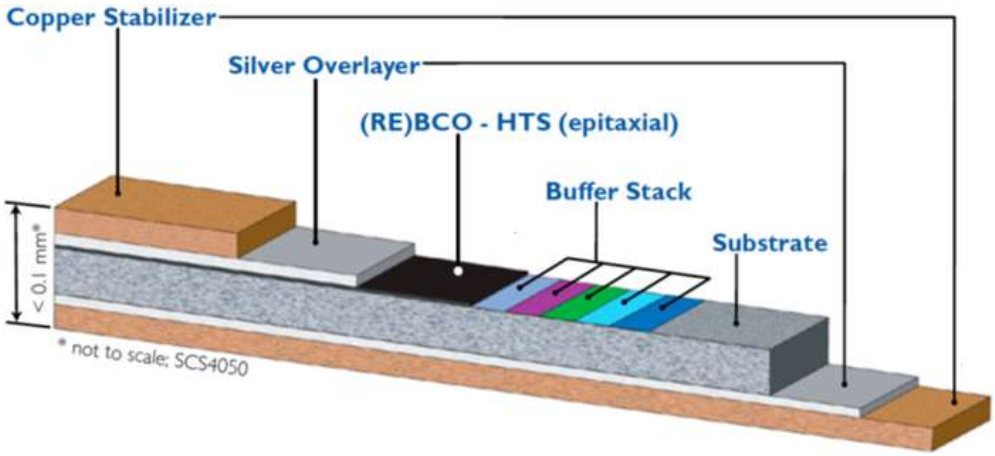
4.4. Kusur Oluşturma

Zaragoza Üniversitesi Lazer Uygulama Laboratuvarında bulunan ns-IR ve ps-UV lazer ile, üretilen YBCO şerit üzerine, mikro ölçekte farklı kusurlar yapılmış, bu kusurların manyetik özelliklere etkisi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlarda görülen bazı tutarsızlıklar bizim üretim sırasında deney sistemimizden kaynaklanan bazı problemlerin oluştuğunu, aynı deney

sistemi, çözelti, çekme hızı gibi parametreleri kullanmamıza rağmen aynı şerit üzerinde iki farklı bölgede farklı ölçüm sonuçlarına ulaşıldığı sonucunu doğurmuştur. Bu problemlerin olması laboratuvarlarda yapılan inşaat işleri, toz, elektrikteki dalgalanmalar veya kesintiler gibi pek çok nedenden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Üretilen yapıların karakterizasyon analizlerinde (XRD ve SEM) YBCO'nun oluştuğu görülmüş, ancak manyetik özelliklerinde tutarsızlıklar olduğu tespit edilmiştir.

Yukarıda ifade edilen nedenlerden dolayı projemizde Risk Yönetimi kısmı 4. İP de yer alan "YBCO filmlerin sol-jel yöntemi ile istenilen yüksek kritik akıma ulaşamaması ve düşük kalitede üretilmesi düşük bir riskte olsa da bulunmaktadır." karşılığında daha önceden hazırlıklı olduğumuz B planını devreye sokulmuştur. Superpower firmasından hazır olarak SF 12050 YBCO ince film alınmıştır. Hazır olarak alınan ince film üzerinde farklı lazerlerle farklı kusurlar gerçekleştirilerek, yapıda meydana gelen değişimler incelenmiştir.

SF 12050 süperiletken hazır şerit 50 μm hastelloy C276 altlık, toplam kalınlığı 1,5-2μm olmak üzere Al_2O_3, Y_2O_3, MgO ve LMO tampon tabaka, 1,5μm kalınlığında YBCO ve en üst tabaka da 2μm kalınlığında gümüş tabakadan oluşmaktadır (Şekil 4.7). Bu şekilde yapılmasının temel sebebi daha önce verilen 1001 projelerinde hakem eleştirisi olarak çivileme merkezlerinin 1-2 nm düzeyinde olduğu verilen çalışma formatlarında mikron seviyesinde elde edilecek kusurların kritik akım yoğunluğunda bir etkisinin olmayacağına ait düşüncelerin sınanmasıdır.



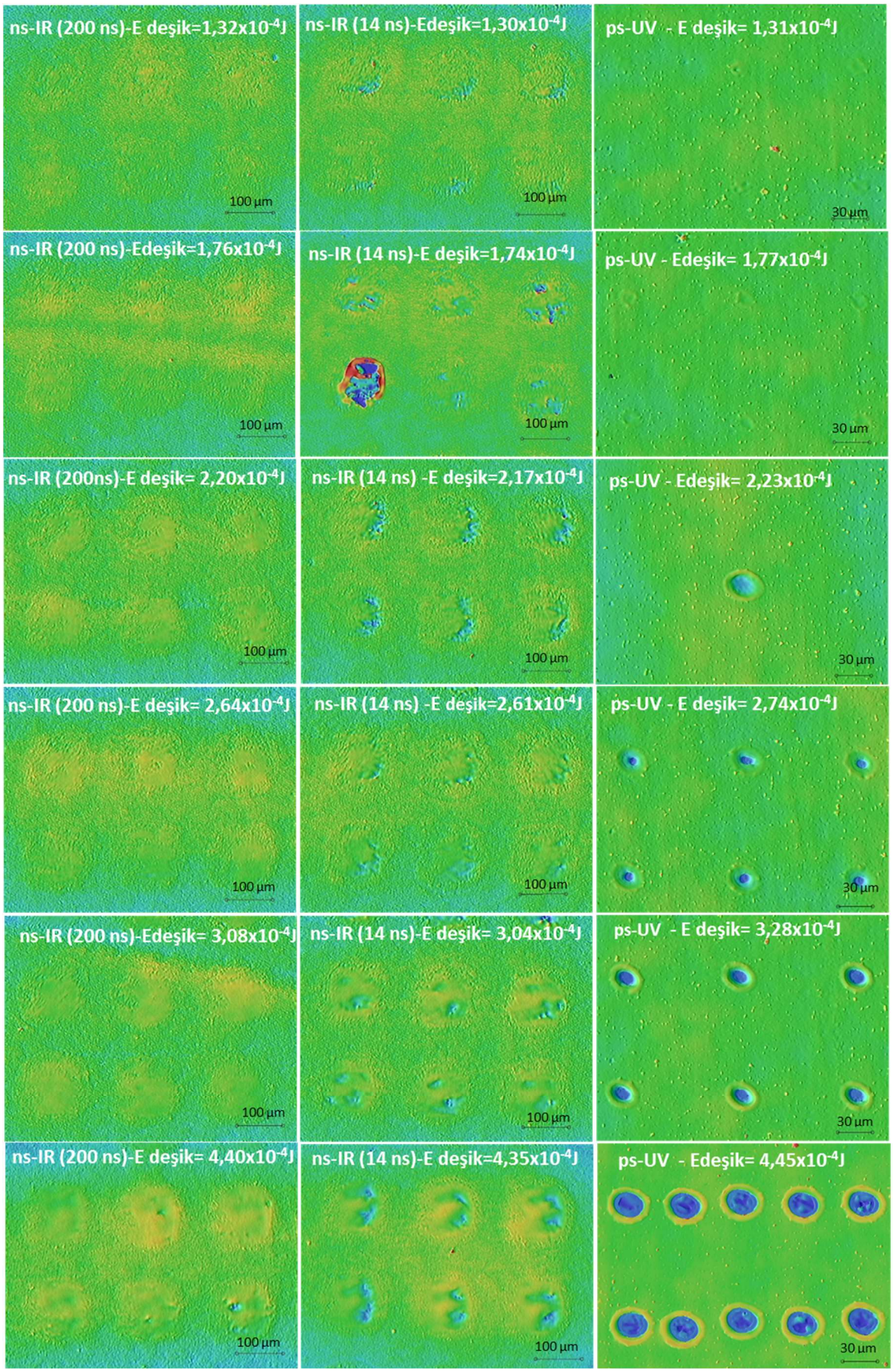
Şekil 4.7. Hazır alınan standard ince film

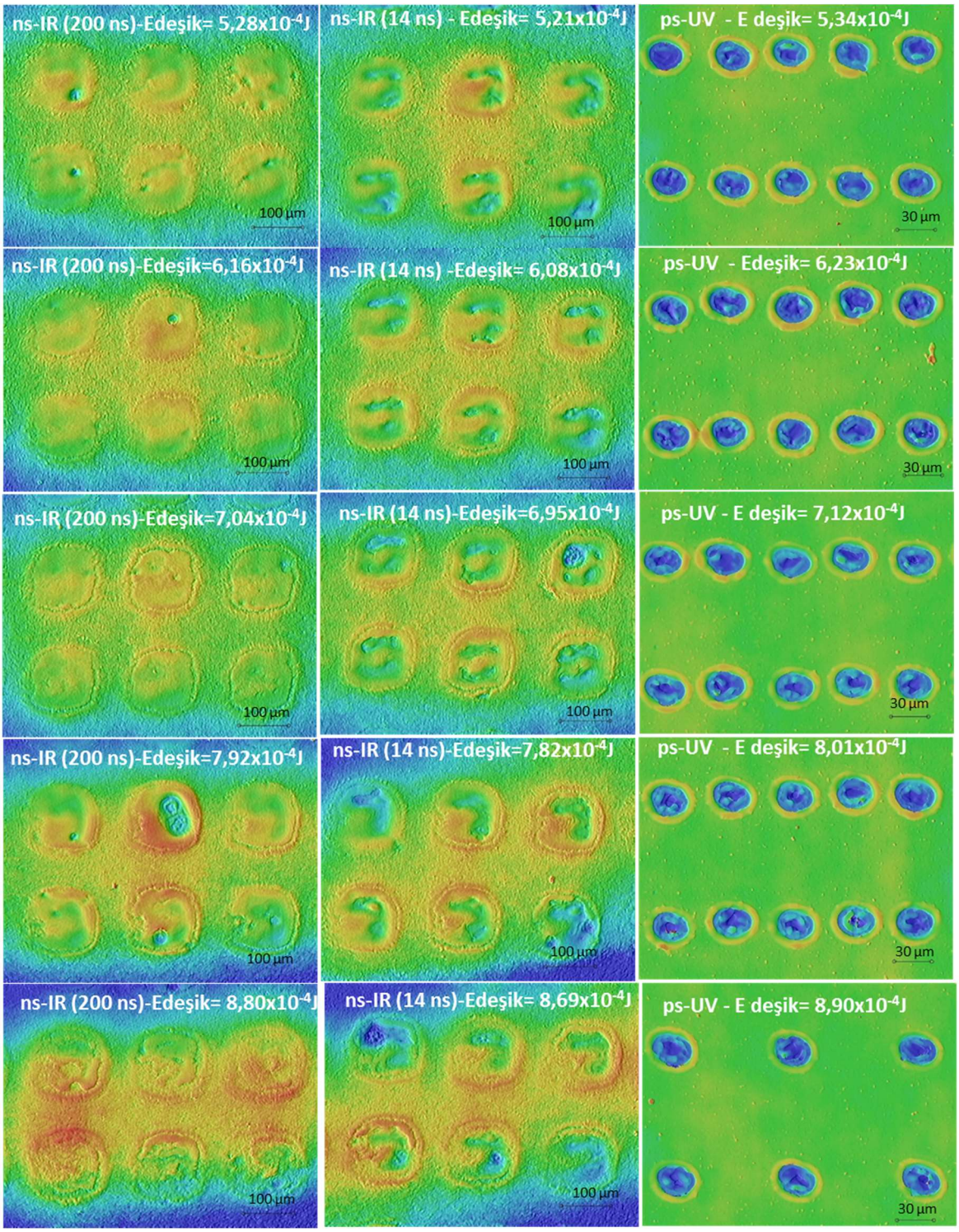
YBCO Süperiletken şeritler üzerine çeşitli lazerler kullanılarak düzenli ve belli geometrilerde kusurların yapılabilirliği ve yüzeyde çivileme merkezleri yerine geçebilecek bölgelerin oluşturulabilirliği araştırılmıştır. Süperiletken ince şeritler üzerine kusur yapmak için, ps-UV lazer ve ns-IR lazer kullanılmıştır. Süperiletken ince filmler üzerine aynı enerji değerlerine karşılık gelen noktasal kusurlar yapılarak iki lazerin etkileri karşılaştırılmıştır.

Tablo 4-1. ns-IR ve ps-UV lazer ile yapılan kusurların parametreleri ve hesaplanan enerji değerleri.

ns IR					ps UV (Atım aralığı 300 ps)				
Atım Sayısı	Atım Aralığı ns	$\varepsilon_{atım}$ J	$\sum\varepsilon_{deşik}$	Deşik Çapı µm	Atım Sayısı	$\varepsilon_{atım}$ J	$\sum\varepsilon_{deşik}$	Deşik derinliği µm	Deşik Çapı µm
3	14	$4{,}35x10^{-5}$	$1{,}30x10^{-4}$	126,99	100	$1{,}31x10^{-6}$	$1{,}31x10^{-4}$	0	0
3	200	$4{,}40x10^{-5}$	$1{,}32x10^{-4}$	127,82					
4	14	$4{,}35x10^{-5}$	$1{,}74x10^{-4}$	127,82	50	$3{,}54x10^{-6}$	$1{,}77x10^{-4}$	0,098	10,8
4	200	$4{,}40x10^{-5}$	$1{,}76x10^{-4}$	131,87					
5	14	$4{,}35x10^{-5}$	$2{,}17x10^{-4}$	135,29	44	$5{,}08x10^{-6}$	$2{,}23x10^{-4}$	1,152	23,2
5	200	$4{,}40x10^{-5}$	$2{,}20x10^{-4}$	136,95					
6	14	$4{,}35x10^{-5}$	$2{,}61x10^{-4}$	138,61	150	$1{,}83x10^{-6}$	$2{,}74x10^{-4}$	1,637	17,9
6	200	$4{,}40x10^{-5}$	$2{,}64x10^{-4}$	139,44					
7	14	$4{,}35x10^{-5}$	$3{,}04x10^{-4}$	136,95	250	$1{,}31x10^{-6}$	$3{,}28x10^{-4}$	1,314	18,6
7	200	$4{,}40x10^{-5}$	$3{,}08x10^{-4}$	131,97					
10	14	$4{,}35x10^{-5}$	$4{,}35x10^{-4}$	136,12	125	$3{,}56x10^{-6}$	$4{,}45x10^{-4}$	2,183	24,9
10	200	$4{,}40x10^{-5}$	$4{,}40x10^{-4}$	134,46					
12	14	$4{,}35x10^{-5}$	$5{,}21x10^{-4}$	136,95	150	$3{,}56x10^{-6}$	$5{,}34x10^{-4}$	2,046	26,3
12	200	$4{,}40x10^{-5}$	$5{,}28x10^{-4}$	135,29					
14	14	$4{,}35x10^{-5}$	$6{,}08x10^{-4}$	136,12	175	$3{,}56x10^{-6}$	$6{,}23x10^{-4}$	2,475	28,7
14	200	$4{,}40x10^{-5}$	$6{,}16x10^{-4}$	135,29					
16	14	$4{,}35x10^{-5}$	$6{,}95x10^{-4}$	137,78	200	$3{,}56x10^{-6}$	$7{,}12x10^{-4}$	3,058	27,5
16	200	$4{,}40x10^{-5}$	$7{,}04x10^{-4}$	136,95					
18	14	$4{,}35x10^{-5}$	$7{,}82x10^{-4}$	136,12	225	$3{,}56x10^{-6}$	$8{,}01x10^{-4}$	3,473	28,2
18	200	$4{,}40x10^{-5}$	$7{,}92x10^{-4}$	133,63					
20	14	$4{,}35x10^{-5}$	$8{,}69x10^{-4}$	141,93	250	$3{,}56x10^{-6}$	$8{,}90x10^{-4}$	2,716	28,1
20	200	$4{,}40x10^{-5}$	$8{,}80x10^{-4}$	146,08					

ns-IR ve ps-UV lazer ile yapılan kusurların enerjileri ($\sum\varepsilon_{deşik}$) aynı olacak şekilde parametreler seçilerek aynı enerji seviyesinde lazerlerin etkisi karşılaştırılmıştır. ns-IR ve ps-UV lazer ile yapılan kusurların parametreleri ve enerji değerleri, kusurların genişlik ve derinlik ölçüleri yukarıda Tablo 4.1'de verilmiştir. Her iki lazerle $1{,}30x10^{-4}$ ile $8{,}80x10^{-4}$ enerji aralığında kusurlar yapılmıştır. ns-IR lazerle aynı enerji seviyesi için iki farklı atış genişliği seçilerek aynı atış sayısında kusur yapılmıştır. ns-IR lazer için 14 ns ve 200 ns kusur ölçüleri karşılaştırıldığında yüzeydeki kusur çaplarının 126-146 µm aralığında ölçülmüş, düzgün deşik şeklinde kusur oluşturulamadığından derinlik ölçülememiştir. Ps-UV lazer ile $1{,}31x10^{-4}$ enerji değerinde yüzeyde ölçülebilir kusur oluşmamış enerjinin artmasıyla yüzeyde derinliği ve genişliği ölçülebilen kusurlar oluşmuştur. Yapılan kusurların görüntüleri aşağıda Şekil 4.8'de verilmiştir.

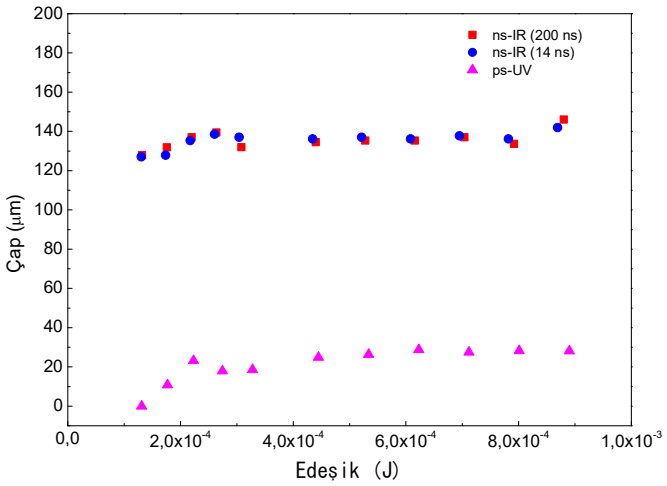

ns-IR (200 ns)-E deşik=1,32x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns)-Edeşik=1,30x10-4J
100 µm
ps-UV - E deşik= 1,31x10-4J
30 µm
ns-IR (200 ns)-Edeşik=1,76x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns)-E deşik=1,74x10-4J
100 µm
ps-UV - Edeşik= 1,77x10-4J
30 µm
ns-IR (200ns)-E deşik= 2,20x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns) -E deşik=2,17x10-4J
100 µm
ps-UV - Edeşik= 2,23x10-4J
30 µm
ns-IR (200 ns)-E deşik= 2,64x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns) -E deşik=2,61x10-4J
100 µm
ps-UV - E deşik= 2,74x10-4J
30 µm
ns-IR (200 ns)-Edeşik= 3,08x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns)-E deşik= 3,04x10-4J
100 µm
ps-UV - E deşik= 3,28x10-4J
30 µm
ns-IR (200 ns)-E deşik= 4,40x10-4J
100 µm
ns-IR (14 ns)-E deşik=4,35x10-4J
100 µm
ps-UV - Edeşik= 4,45x10-4J
30 µm



Şekil 4.8. ns-IR ve ps-UV lazer ile aynı enerji değerlerine karşılık gelen noktasal kusur Konfokal Mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.8'de verilen ns-IR ve ps-UV lazer ile yapılan kusur görüntüleri yukarıdan aşağıya enerjiye göre artan sırada verilmiştir. Bu görüntüler incelendiğinde ps-UV lazerle 1,31x10^{-4} J enerji seviyesinde yüzeyde ölçülebilir kusur oluşmamış, enerjinin artmasıyla yüzeyde düzgün dağılımlı noktasal kusurlar oluşmuştur. ns-IR lazerle yapılan kusurlarda yüzeyde erime

meydana gelmiş, enerjinin artmasıyla deşiklerde malzeme kaybı olmuş ama yüzeyde düzgün dağılım göstermemiştir. Her iki lazer için çizilen enerjiye karşılık deşik derinliği Şekil 4.9'da verilmiştir. Şekil 4.9 incelendiğinde ns-IR lazer ile oluşan kusur çapının 126 µm olduğu, enerjinin artmasıyla çapın genişleyip 135-146 µm aralığında olduğu görülmüştür. Deşik çapının arttığı belli bir değerden sonra değişmediği görülmektedir. ps-UV lazer ile yapılan deşiklerin çapı enerjinin artmasıyla artmış $2x10^{-4}$ J seviyesinden sonra 25-30 µm aralığında olduğu görülmüştür.

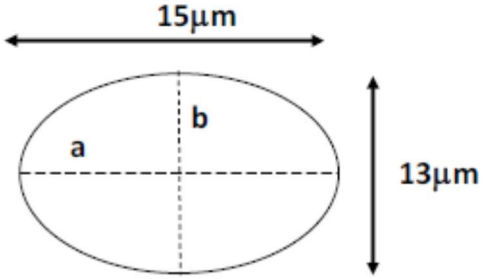


Şekil 4.9. ns-IR ve ps-UV lazer kullanılarak yapılan kusurlar için enerjiye karşı deşik çapı grafiği

Sonuç olarak; ps-UV ile yapılan kusurlarda yüzeyde deşik şeklinde bölgeler oluşurken, ns-IR lazer ile yapılan kusurlarda yüzeyde erime olduğu, belli bir geometrik şekilde kusur yapılamadığı görülmüştür. ns-IR lazer ile yüzeyde kontrollü düzgün dağılımlı nano ölçekte kusur yapmak mümkün olmadığından sadece ps-UV lazer ile çalışmaya karar verildi.

Ps-uv lazer ile ince film yüzeyinde kusur oluşturma

YBCO ince film üzerinde kusur yapmak için Rofin PowerLine Pico serisi (Spot size 15 µm) dalgaboyu 355 nm olan ps-UV kullanılmıştır. Bu lazerin parametreleri, akım (4-8 A), frekans (300-800 kHz) tır. Lazerin spot ölçüsü eliptik olup ölçüleri Şekil 4.10 da verilmiştir.

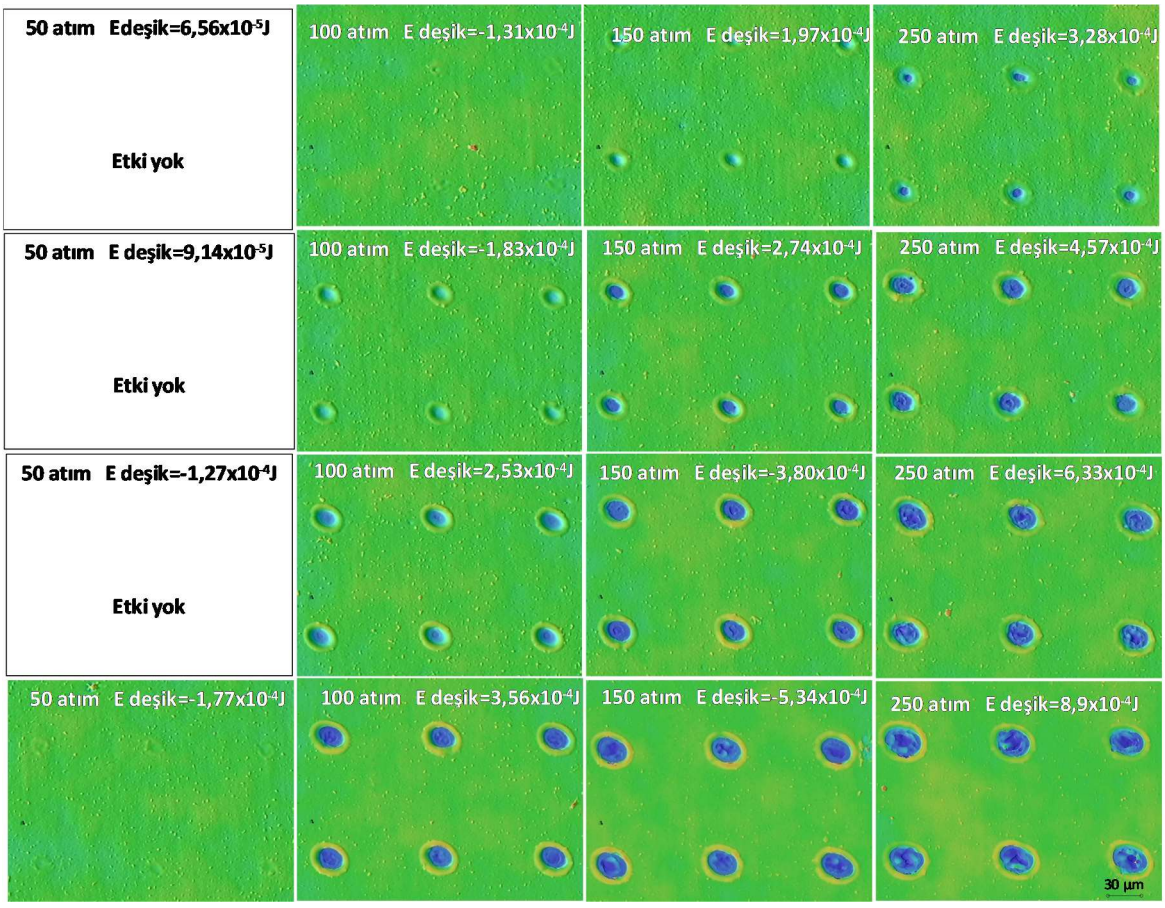


Şekil 4.10. ps-UV lazerin odak ölçüleri

Akım, hız, frekans parametreleri kullanılarak, istenilen bölgede, noktasal, çizgisel ve dairesel olmak üzere üç farklı desen uygulanabilmektedir. Çivileme merkezi yerine geçebilecek kusurları oluşturmadan önce, lazerin film üzerindeki etkisini görmek ve kullanılabilecek parametre aralığını belirlemek için, yüzeyde farklı enerji değerlerinde kusurlar oluşturulmuştur.

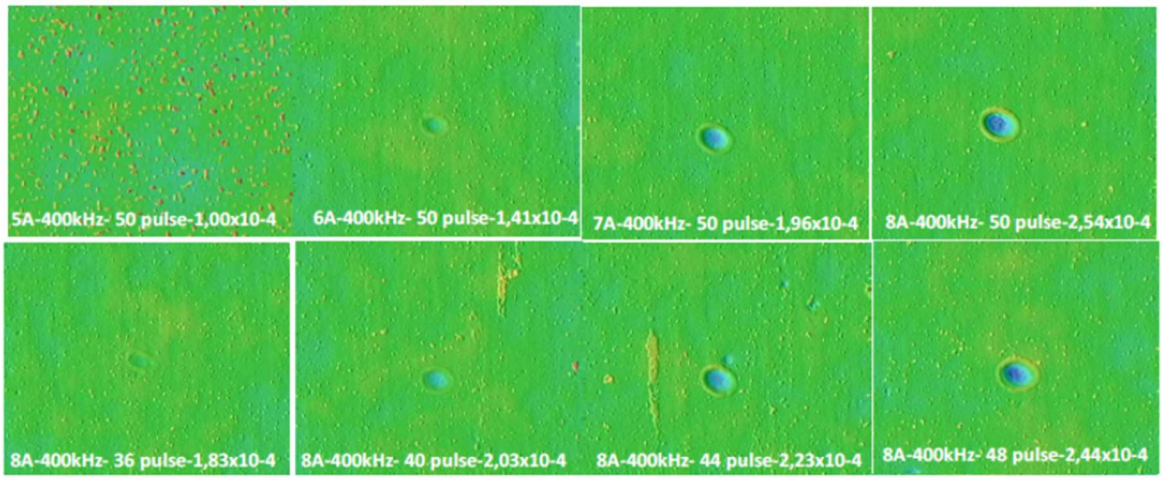
4.4.1. Noktasal Kusur Oluşturma

Bu modun parametreleri, atış sayısı, akım, frekans ve oluşturulan deşikler arası mesafedir. Bu parametreler kullanılarak film üzerinde, farklı enerji değerleri için kusurlar oluşturulmuştur. Bu kusurların görüntüleri Şekil 4.11, Şekil 4.12'de verilmiştir.



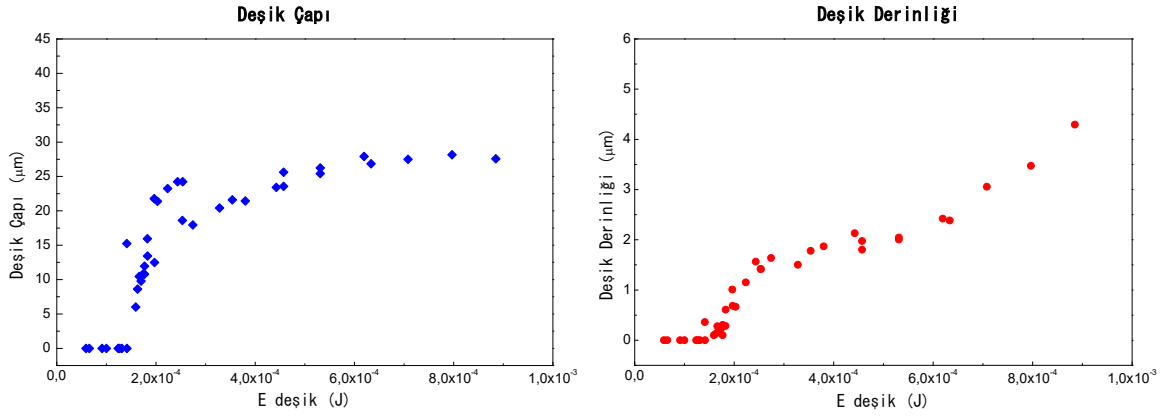
Şekil 4.11. Aynı akım değeri için değişen frekans ve atım sayısına göre yapılan noktasal kusur konfokal mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.11 deki görüntüler incelendiğinde $1{,}31 \times 10^{-4}$ J enerji seviyesinden sonra yüzeyde ölçülebilir düzenli noktasal kusurlar oluştuğu görülmüştür. Atış sayısının artmasıyla enerji artmakta ve deşiklerin boyutları değişmektedir. Yukarıdan aşağıya frekansın artmasıyla ise deşiklerin enerjisi azalmakta ve deşik boyutları küçülmektedir.



Şekil 4.12. Aynı frekans için değişen akım ve atış sayısına göre alınan konfokal mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.11 ve 4.12'deki görüntüler incelendiğinde aynı enerji düzeyine karşılık gelen farklı parametrelerin kullanıldığı görüntülerde enerjinin aynı olmasına rağmen deşiklerin derinliğinde farklılık olduğu görülmüştür. Her bir deşik için enerji değeri hesaplanıp yüzeyde oluşan deşiğin genişliği ve derinliği ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre çizilen grafikler aşağıdadır (Şekil 4.13). Bu grafikler incelendiğinde $1{,}31 \times 10^{-4}$ J/deşik enerji değerine kadar herhangi bir fiziksel kusur oluşmamaktadır. Deşik boyutları enerjinin artmasıyla artmakta, 2×10^{-4} J/deşik enerji değerinin üstünde deşik genişliği ve deşik derinliği maksimum değerlerine ulaşıp, artış göstermemektedir.

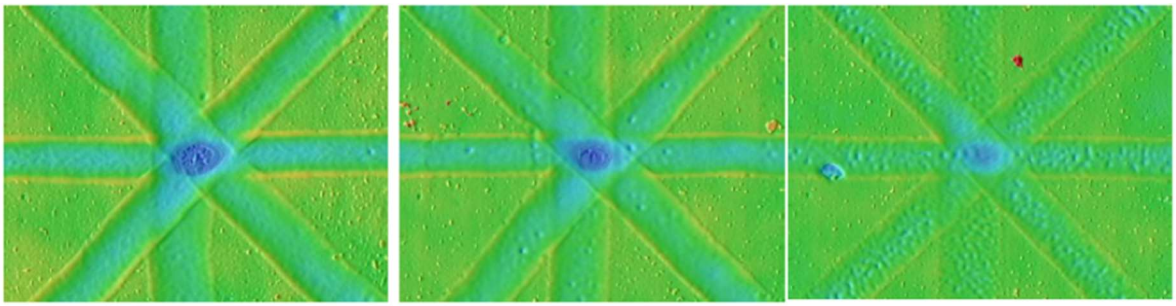


Şekil 4.13. Noktasal kusur ile oluşturulan kusurların deşik çapı ve genişliği grafikleri

4.4.2. Çizgisel Kusur Oluşturma

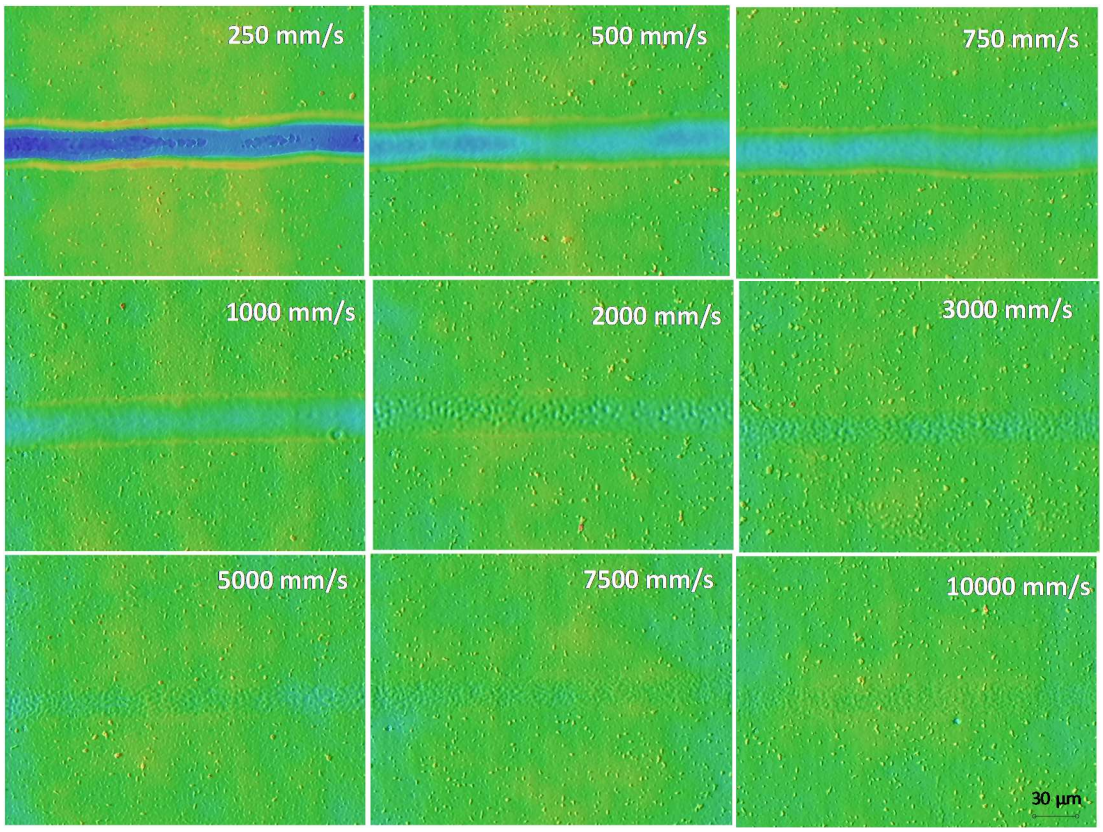
Çizgisel kusur modunda istenilen yönde ve açıda, çizgi şeklinde kusur oluşturulabilmektedir. Bu modun parametreleri; akım, frekans, oluşturulan çizgiler arası mesafe ve hızdır. Şekil 4.14'te görüldüğü gibi ps-UV lazerin spot genişliği eliptik olduğundan, tarama açısına göre çizgi

genişliği değişmektedir. Bu modda farklı yönler ve farklı enerji değerleri için çizgisel kusur yapılarak, kullanılacak enerji aralığı ve yön tespit edilmiştir. Tarama açısı x ekseninde 0°, 45°, 90° ve 135° olarak seçilmiş ve her enerji değerine karşılık gelen çizgilerin genişliği ve çizgilerin derinliği ölçülmüştür. Şekil 4.14'te aynı parametreler için 0°, 45°, 90°, 135° açılarla yapılan kusurların konfokal mikroskobu görüntüleri verilmiştir. Kusurlar incelendiğinde, çizgilerin genişlik ve derinliklerinin farklı olduğu görülmüştür.



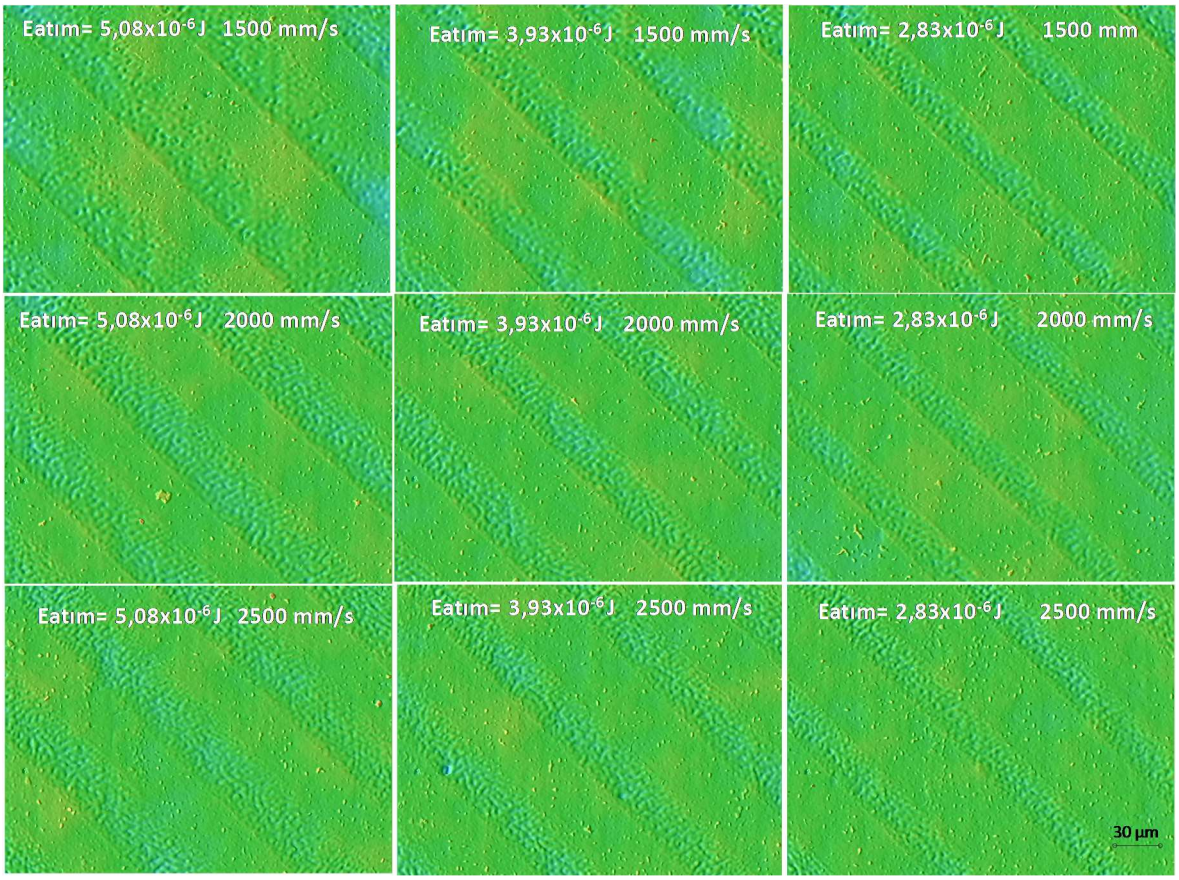
Şekil 4.14. Çizgisel modda 0°, 45°, 90, 135° olarak yapılan çizgisel kusur görüntüleri

Şekil 4.15'te hız parametresi değiştirilerek yapılan kusur numuneleri verilmiştir. 1000 mm/s hızdan sonra kusur bölgesinde 500 nanometrenin altındaki boyutlarda noktasal kusurlar oluşmuştur.



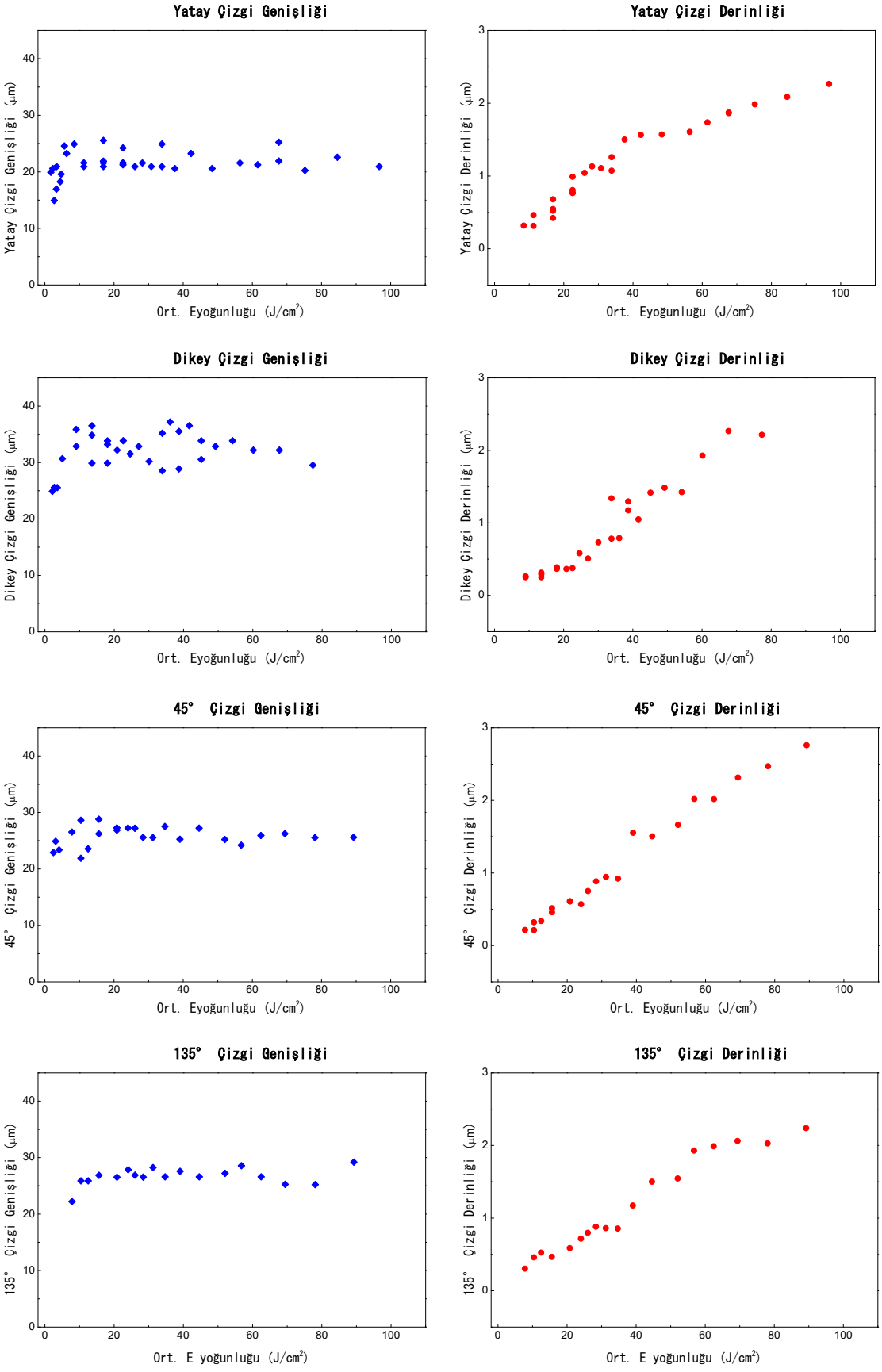
Şekil 4.15. Aynı parametreler için değişen hızlarda yapılan çizgisel kusur resimleri

Şekil 4.16. da aynı hızlar için değişen enerji değerine göre konfokal görüntüleri verilmiştir. Atım enerjisinin azalmasıyla oluşan kusurların genişliği azalmaktadır.



Şekil 4.16. Aynı hızlar için değişen atım enerjisine göre yapılan çizgisel kusur görüntüleri

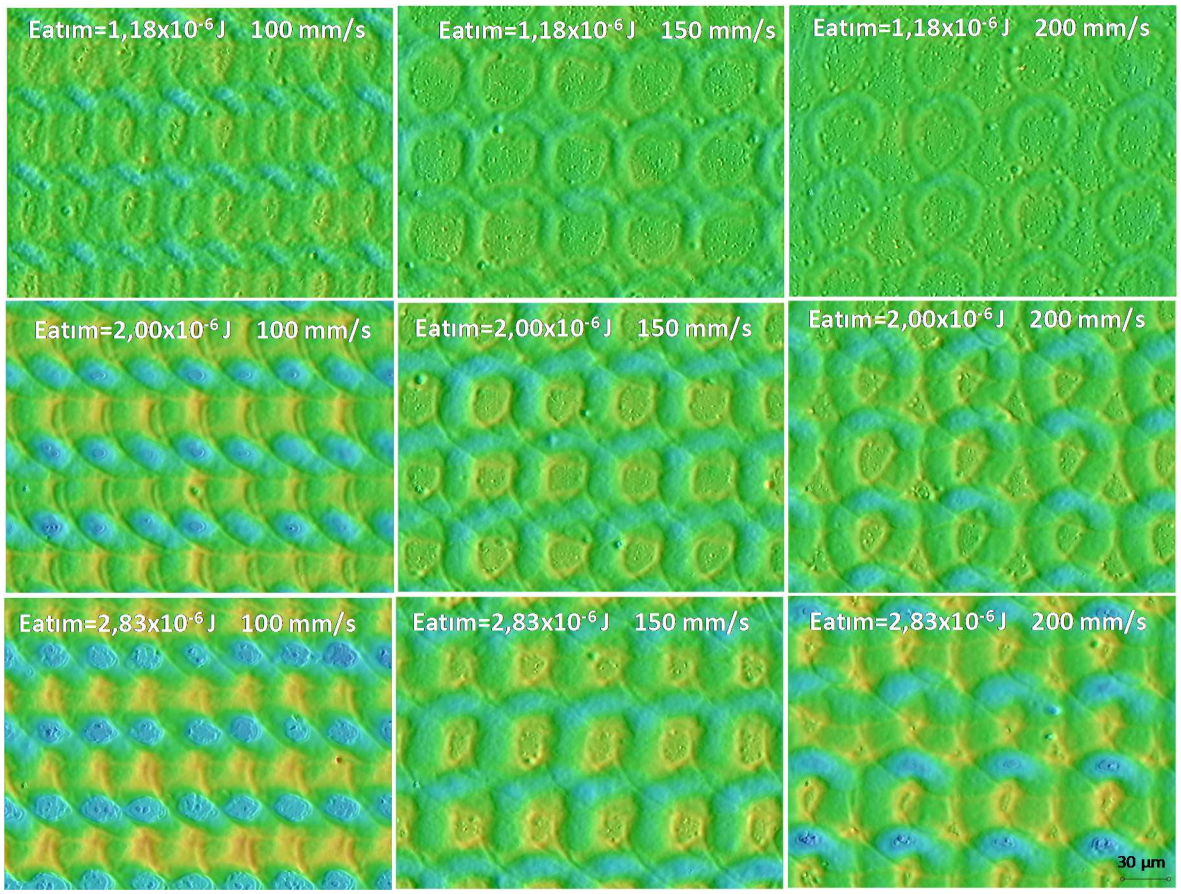
Enerji değerlerine karşılık gelen çizginin boyutları Şekil 4.17'de görülmektedir. Grafikler incelendiğinde, enerjinin artmasıyla çizgilerin derinliğinin arttığı, çizgilerin genişliğinin ise enerjinin artmasıyla arttığı daha sonra değişmediği görülmektedir. Çizgilerin açısına göre genişliğinin değiştiği genişliğin azalmasıyla derinliğin arttığı görülmektedir.



Şekil 4.17. Çizgisel kusur için derinlik ve genişliğe karşı enerji grafikleri

4.4.3. Dairesel Kusur Oluşturma

Dairesel kusur modunda, tüm yüzeyde, düzgün dağılımlı kusur oluşturulabilmektedir. Bu mod en fazla enerjiye sahip kusur şeklidir. Farklı enerji değerlerine sahip kusurlar yapılarak çatlaksız düzgün yüzey dağılımı elde edilmeye çalışılmıştır.

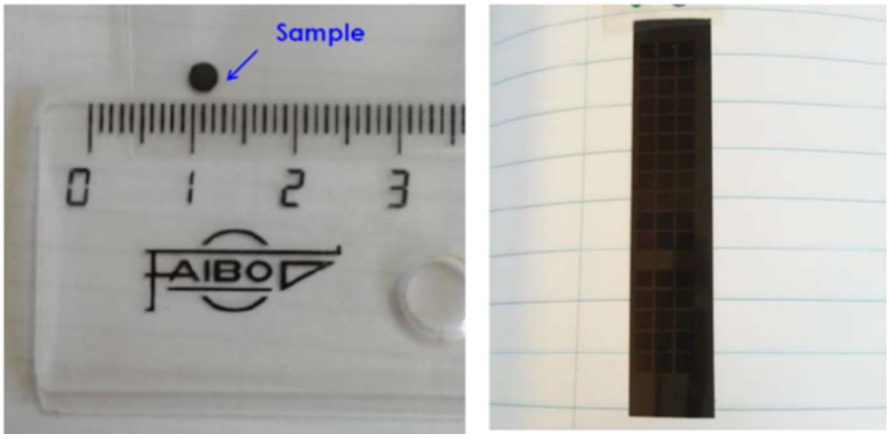


Şekil 4.18. Farklı parametreler kullanılarak yapılan kusurların konfokal mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.18 incelendiğinde, uygun parametreler seçilerek yüzeyde düzgün dağılımlı homojen bir kusur oluşturulabileceği görülmektedir. Dairesel kusur, deforme edilen yüzey alanı fazla olduğundan en büyük enerjiye sahip kusur şeklidir.

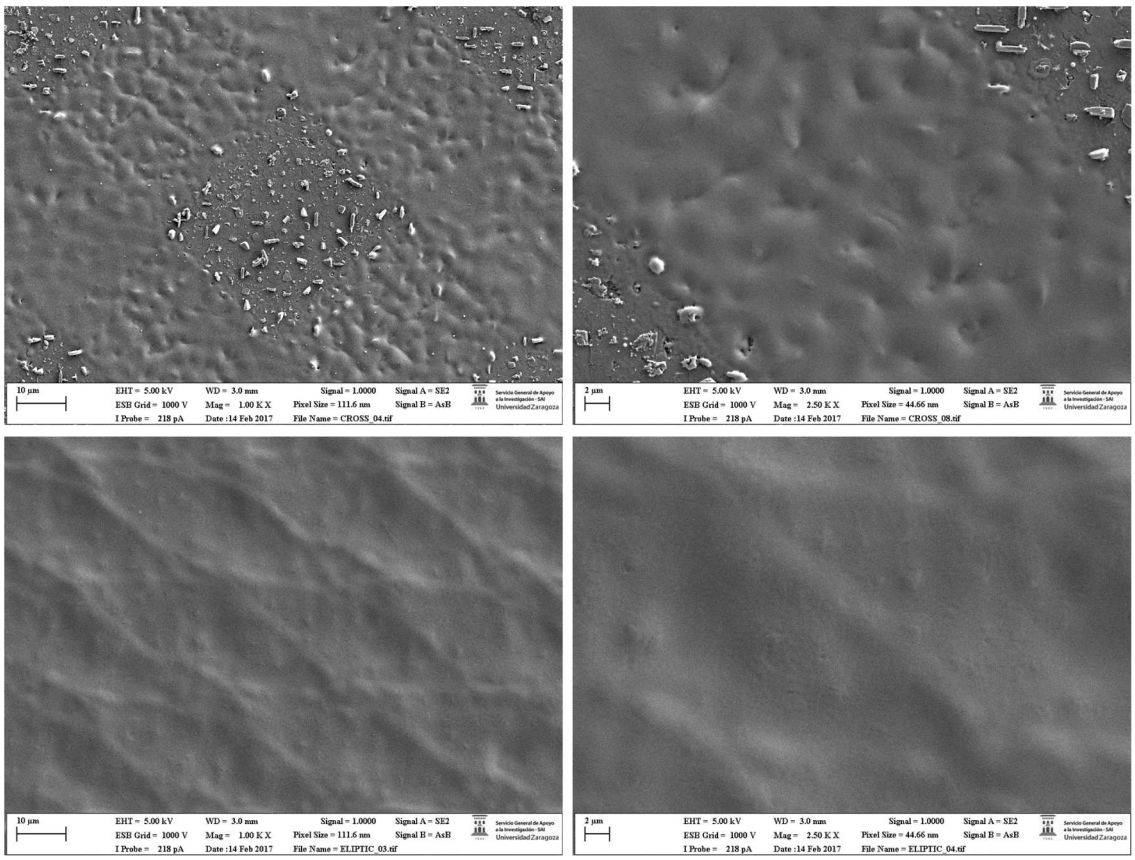
4.5. Manyetik Özelliklerin Belirlenmesi

Elde edilen sonuçlar ışığında; ps-UV laser ile YBCO film üzerinde uygun parametreler seçilerek, kontrollü kusurlar oluşturulabileceği görülmüştür. Oluşturulan bu kusurların manyetik özelliklere etkisini araştırmak için Şekil 4.19'da gösterildiği gibi numuneler hazırlanarak MPMS de manyetik alan altında manyetik özellikleri incelenmiştir.

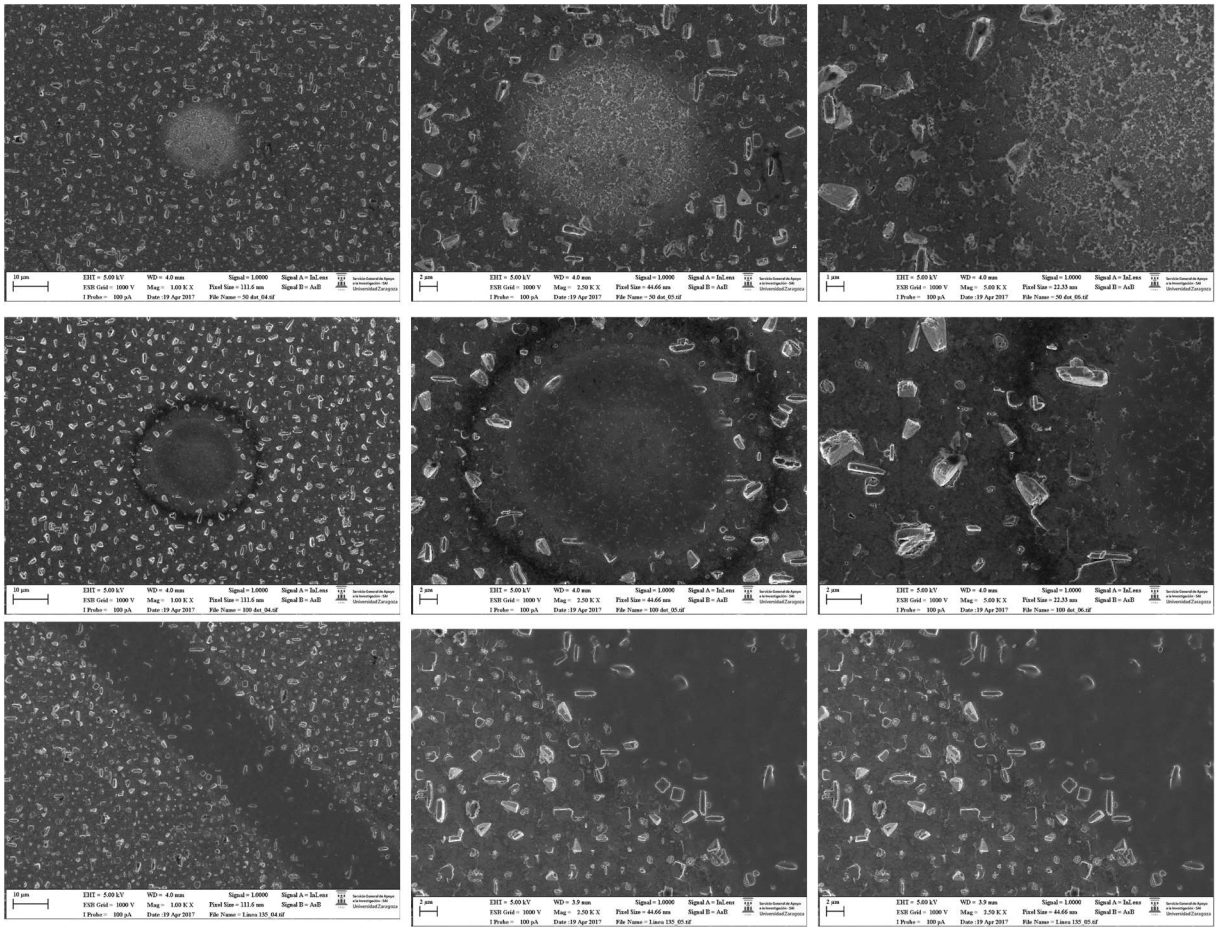


Şekil 4.19. a) Manyetik ölçüm için hazırlanan numune b) Üzerinde kusur oluşturulmuş film

Şekil 4.20 ve Şekil 4.21 de YBCO ince film üzerine noktasal, çizgisel ve dairesel lazer uygulamaları sonrasında görüntülenen SEM fotoğrafları verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde lazer uygulaması yapılan bölgeler ile yapılmayan bölgeler belirgin şekilde ayırt edilmektedir. Lazer uygulaması yüzeyde kristallerin erimesine neden olmuştur. Yüzeyde istenen kusur dışında çatlak, deşik, kırık vb. gibi kusurların oluşmadığı görülmüştür. Bu nedenle bu yöntemin endüstriyel olarak üretim bandı üzerinde uygulanmasının mümkün olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.20 Çizgisel kusurlu C1 ve dairesel kusurlu D numunesinin SEM görüntüleri



Şekil 4.21. N-1, N-2, C-2 numunesine ait SEM görüntüleri.

MPMS için numuneler lazer ile 3 mm çapında kesilerek hazırlandı. Numunelerin adlandırılması ve özellikleri Tablo4.2'te verilmektedir. Hazırlanan bu numuneler 0 manyetik alanda soğutulup, 15K de 0-5T arası 0,2 T aralıklarla yüzeye dik manyetik alan uygulanarak SQUID manyetometre (Quantum Design MPMS XL) ile manyetik ölçümler alındı.

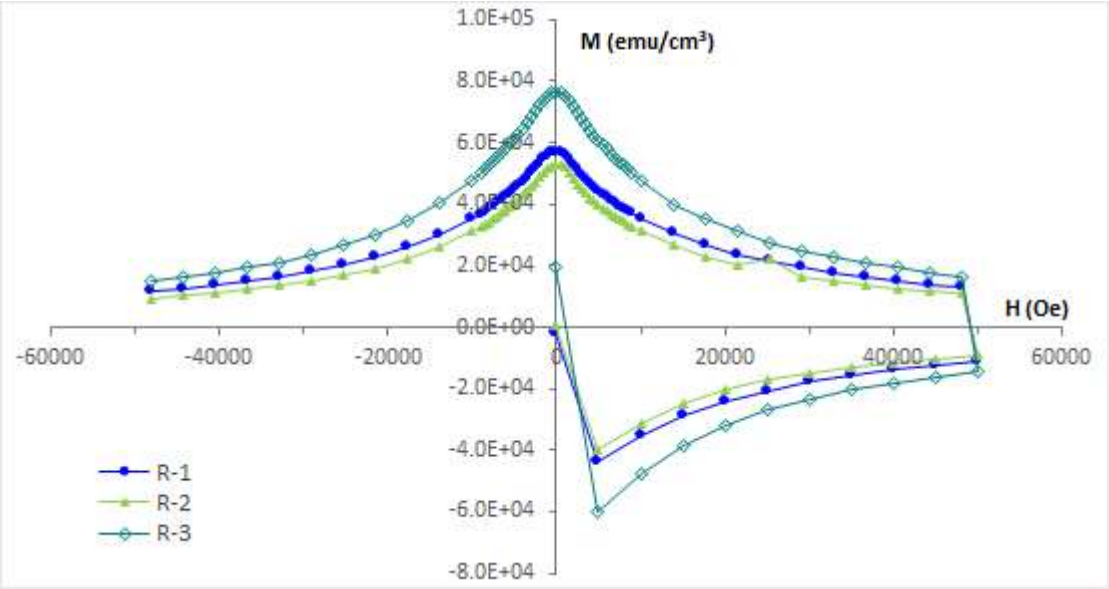
Alınan M-H eğrilerinden yararlanarak kritik durum modeli referans alınarak, R numunenin çapı olmak üzere, Bean Modeli kullanılarak Jc değerleri hesaplanmıştır.

$$J_c\,(H) = \frac{3\,\Delta M(H)}{2R}$$

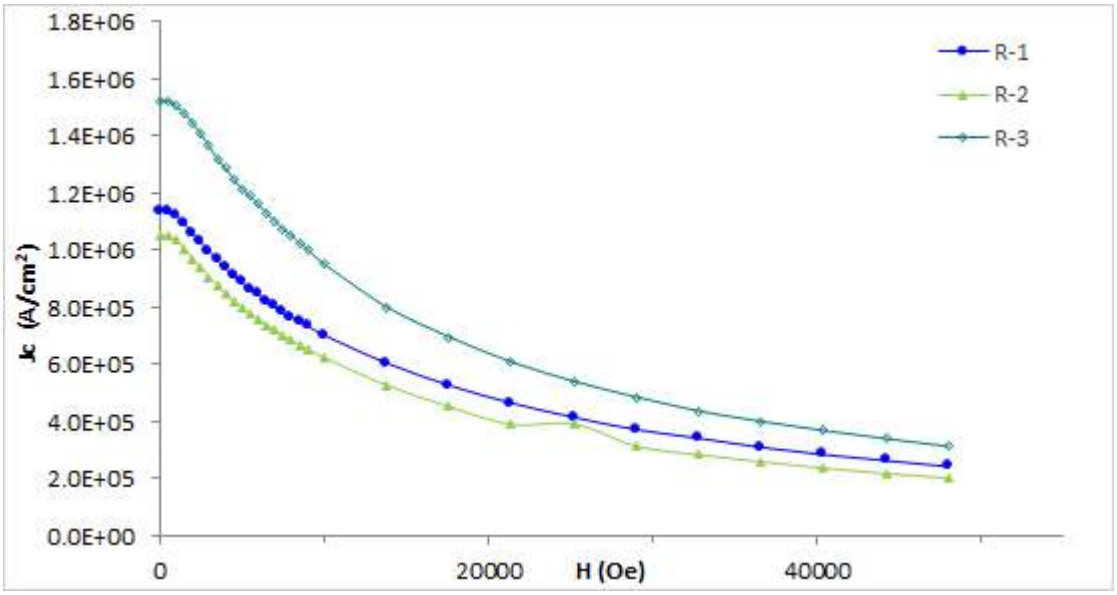
Tablo 4-2. Manyetik ölçüm için hazırlanan numunelerin adlandırılması ve özellikleri

Örnek Adı	Kusur Şekli	Atım sayısı	Yatay Uzaklık mm	Dikey Uzaklık mm	Ɛatım (J)	Ort $Ɛ_{yoğunluğu}$ (J/cm²)	∑ $Ɛ_{değik}$ (J)	*Yüzeydeki kusur Oranı
R-1	Referans Örnek							-
C-1	Çizgisel(45°)	-	0,07	0,07	$3,93x10^{-6}$	4,83		%64
	Çizgisel(135°)	-	0,07	0,07	$3,93x10^{-6}$	4,83		
D	Dairesel	-	0,025	0,025	$1,60x10^{-6}$	25,60		%100
C-2	Çizgisel (135°)	-	0,1	-	$2,00x10^{-6}$	1,54		%28
N-1	Noktasal	100	0,1	0,1	$1,83x10^{-6}$		$1,83x10^{-4}$	100 deşik/mm²
N-2	Noktasal	50	0,1	0,1	$3,56x10^{-6}$		$1,78x10^{-4}$	100 deşik/mm²
R-2	Referans Örnek							
N-3	Noktasal	50	0,1	0,1	$3,56x10^{-6}$		$1,78x10^{-4}$	100 deşik/mm²
R-3	Referans Örnek							-
N-4	Noktasal	46	0,026	0,03	$3,56x10^{-6}$		$1,63x10^{-4}$	1282 deşik/mm²
N-5	Noktasal	46	0,86	0,1	$3,56x10^{-6}$		$1,63x10^{-4}$	116 deşik/mm²
N-6	Noktasal	46	0,03	0,03	$3,56x10^{-6}$		$1,63x10^{-4}$	1111 deşik/mm²
N-7	Noktasal	46	0,1	0,1	$3,56x10^{-6}$		$1,63x10^{-4}$	100 şik/mm²
*Yüzey kusur oranları hesaplanırken kesim kaynaklı kusurlar hesaba katılmamıştır.								

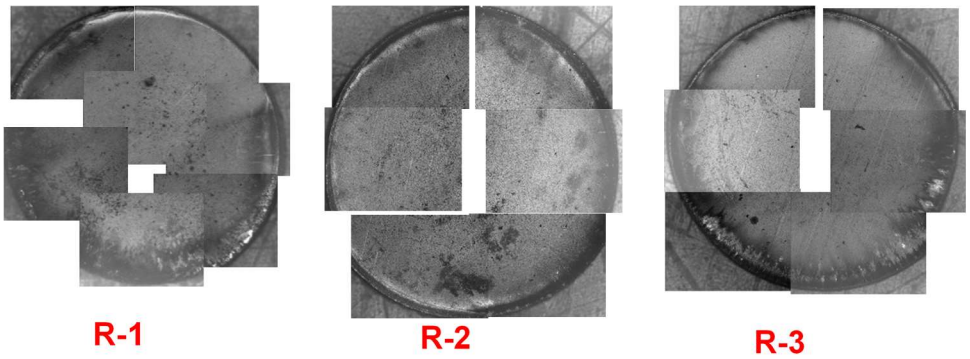
Numuneler hazırlanırken her bir numune grubu için ayrı referans numune hazırlanmıştır. Referans numunelerin M-H ölçüm sonuçları ve bu sonuçlardan hesaplanan kritik akım yoğunluğu grafiği ve konfokal mikroskobu görüntüleri sırasıyla Şekil 4.22, Şekil 4.23 ve Şekil 4.24'de verilmiştir.



Şekil 4.22.Referans numunelerin M-H eğrileri



Şekil 4.23. M-H eğrilerinden hesaplanan referans numunelerin Jc değerleri



Şekil 4.24. Referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri

Referans numunelerin manyetik ölçüm sonuçları incelendiğinde; hazır alınan ince filmin her noktasında aynı özelliklerde olduğunu düşünmemize karşın, farklı sonuçlar gözlenmiştir.

Bu farklılıkların;

- Numuneler standart üretilip homojen olduğu varsayılmasına rağmen çok uzun şeritlerde bölgesel farklılıklar olabileceği,
- Numunelerin konfokal görüntüleri incelendiğinde kesme sırasında kenar bölgelerde meydana gelen kristal kusurlarının farklılıklarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

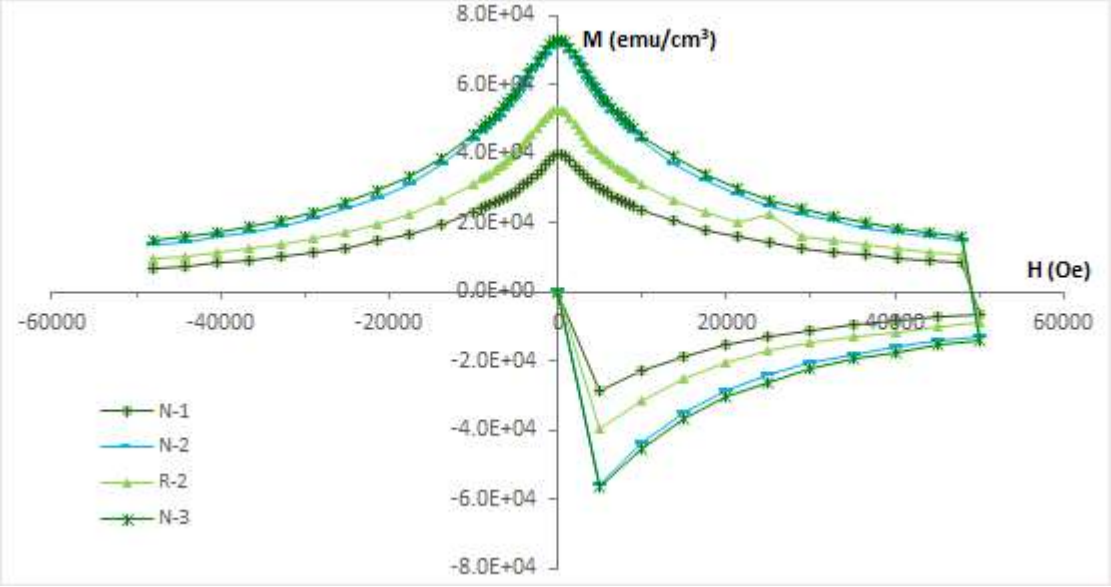
Şekil 4.24'te verilen konfokal mikroskobu görüntüleri incelendiğinde, kenarda görülen tahribattan bağımsız olarak Jc değerlerinin dış manyetik alan altında değişimi Şekil 4.23'te

verilmiştir. Bu da bize görüntülere bakarak tahribatin büyüklüğünü Jc ile orantılı olacak şekilde ifade etmenin yanıltıcı olduğu sonucunu doğurmuştur.

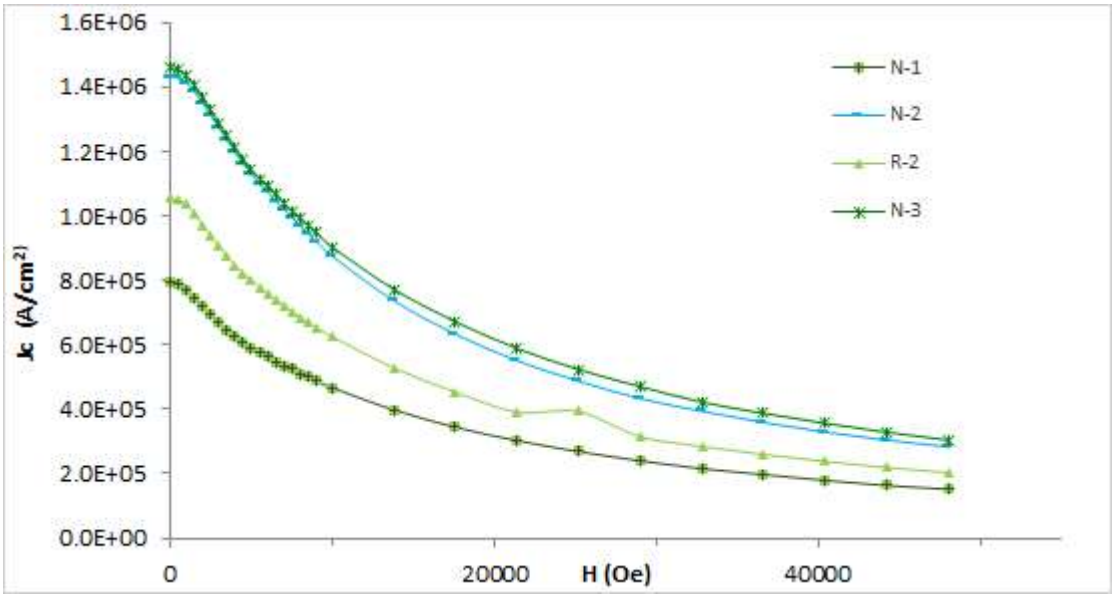
Referans numuneler, lazer uygulaması yapılan numunelere en yakın bölgeden, numune ile aynı kesme parametreleri kullanılarak, aynı zamanda kesilerek, ortamdan kaynaklanan etkiler azaltılmaya çalışılmıştır.

Noktasal Kusurlu Numuneler;

Numune yüzeyinde çeşitli parametreler kullanılarak oluşturulan noktasal kusurlu numunelerin manyetik ölçüm sonuçları Şekil 4.25 ve Şekil 4.26'da verilmiştir. Bu numuneler, x ve y ekseninde 100 µm aralıklarla 100 atış yapılarak 1,83x10^{-4} J/deşik enerjili N-1, 50 atış yapılarak 1,78x10^{-4} J/deşik enerjili N-2 ve aynı özellikli N-3 numunesi noktasal kusur oluşturularak hazırlanmıştır.



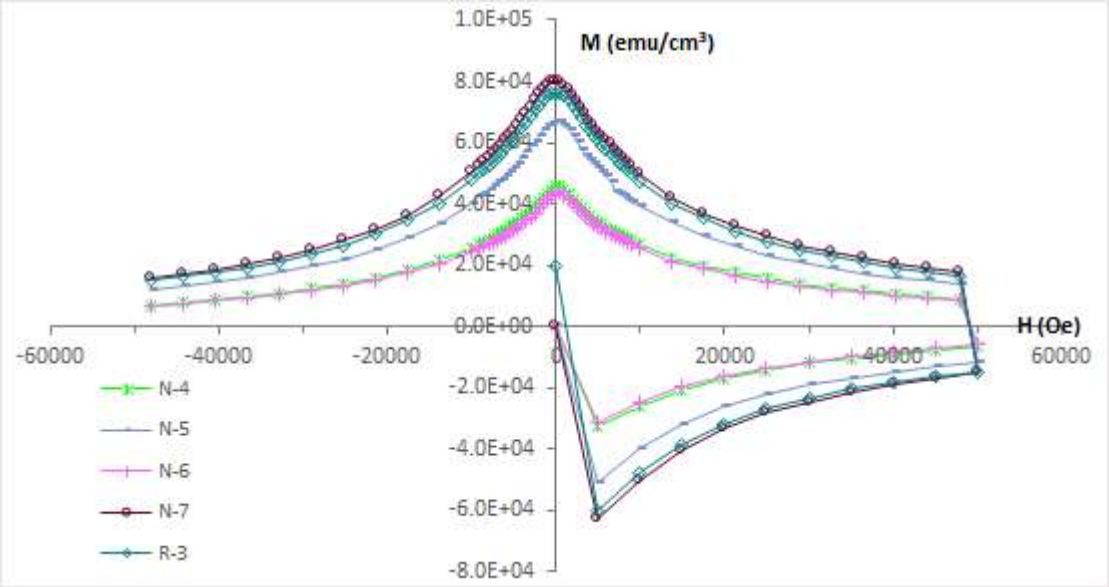
Şekil 4.25.Noktasal kusurlu ve referans numunelerin M-H eğrileri



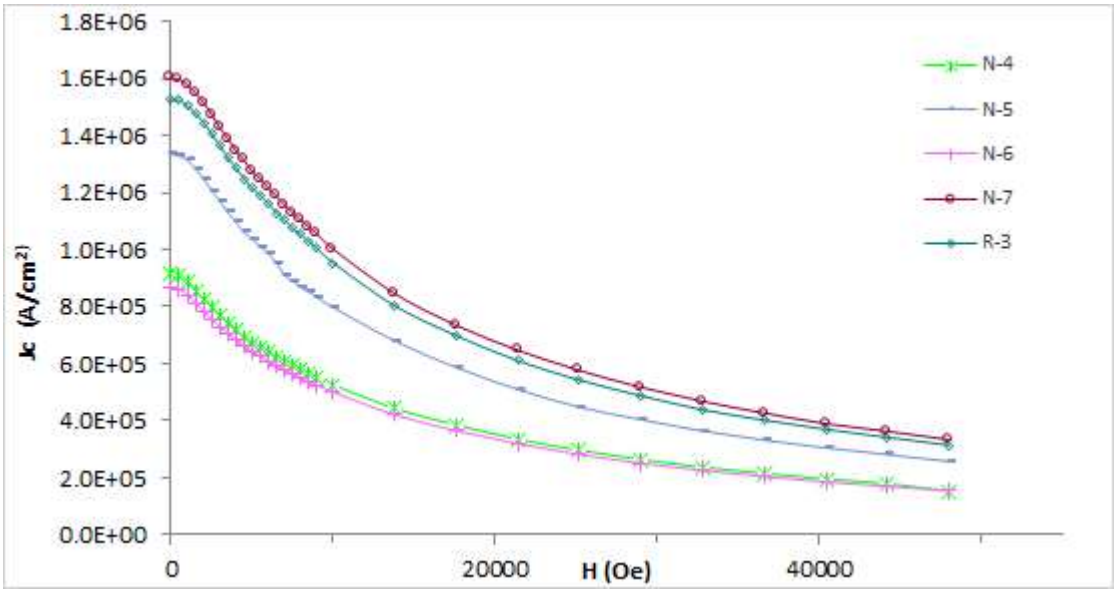
Şekil 4.26.M-H eğrilerinden hesaplanan noktasal kusurlu ve referans numunelerin Jc değerleri

Noktasal kusur grafiklerinden, N-1 numunesinde kusurların daha geniş ve derin olduğu ve dış manyetik alana bağlı olarak hesaplanan Jc değerlerinin atış sayısının artmasına bağlı olarak azaldığı görülmektedir. 50 atış ile elde edilen noktasal kusurlu numunelerin kritik akım yoğunluğu üzerinde olumlu etkilerde bulunduğu bulunmuştur.

Numune yüzeyine ayrıca noktasal olarak 30 ve 100 μm aralıklı altıgen ve kare örgü şeklinde kusurlar uygulanmıştır. Şekil 4.27 ve Şekil 4.28'de; x ekseninde 30 μm aralık olacak şekilde 46 atış ile $1{,}63 \times 10^{-4}$ J/deşik enerjili altıgen örgülü olarak oluşturulan noktasal kusurlu N-4, x ekseninde 100 μm aralık olacak şekilde 46 atış ile $1{,}63 \times 10^{-4}$ J/deşik enerjili altıgen örgülü olarak oluşturulan noktasal kusurlu N-5, x ve y ekseninde 30 μm aralıklarla 46 atış ile $1{,}63 \times 10^{-4}$ J/deşik enerjili olarak oluşturulan noktasal kusurlu N-6, x ve y ekseninde 100 μm aralıklarla 46 atış ile $1{,}63 \times 10^{-4}$ J/deşik enerjili olarak oluşturulan noktasal kusurlu N-7, numuneleri ve aynı anda hazırlanan referans numuneye ait M-H ve Jc-H grafikleri verilmiştir. Oluşturulan deşiklerin enerjisi eşit sadece aralarındaki mesafe değişmektedir.

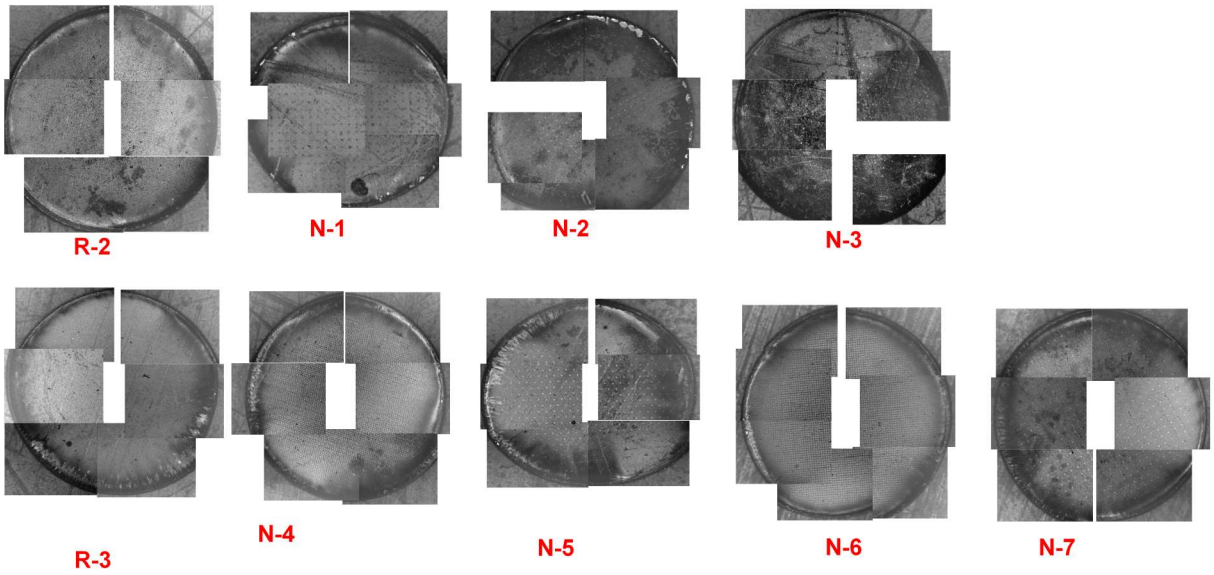


Şekil 4.27.Altıgen ve kare örgülü noktasal kusur içeren numunelerin M-H eğrileri



Şekil 4.28. Altıgen ve kare örgülü noktasal kusur içeren numunelerin Jc-H eğrileri

Şekil 4.27 ve Şekil 4.28 incelendiğinde, 100 μm uzaklıklı N-7 örneğinin kritik akım yoğunluğu değerinin referans numune ve diğer numunelerden daha yüksek olduğu görülmektedir.

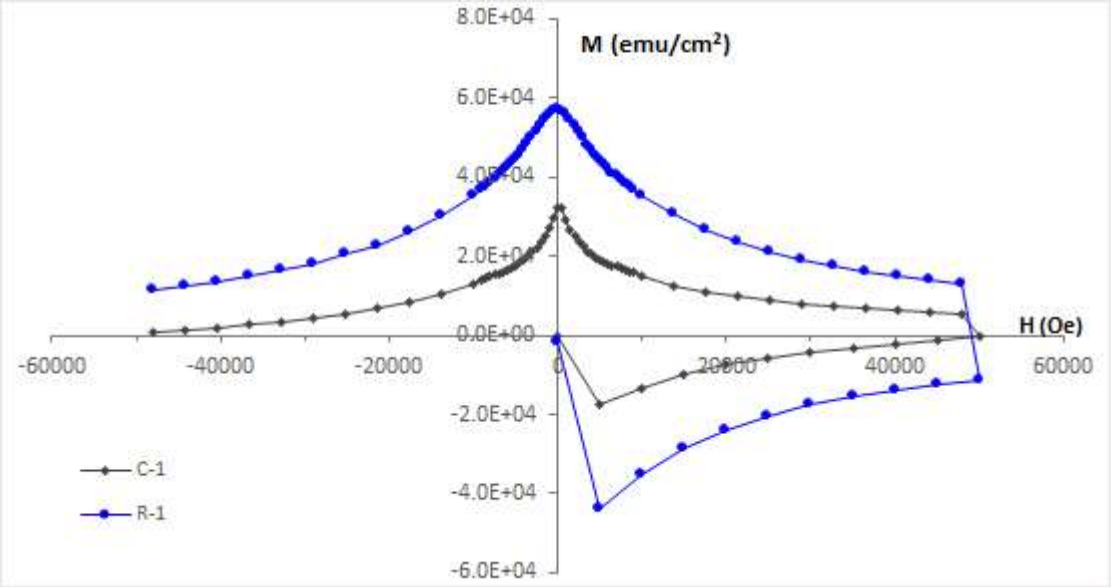


Şekil 4.29.Noktasal kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri

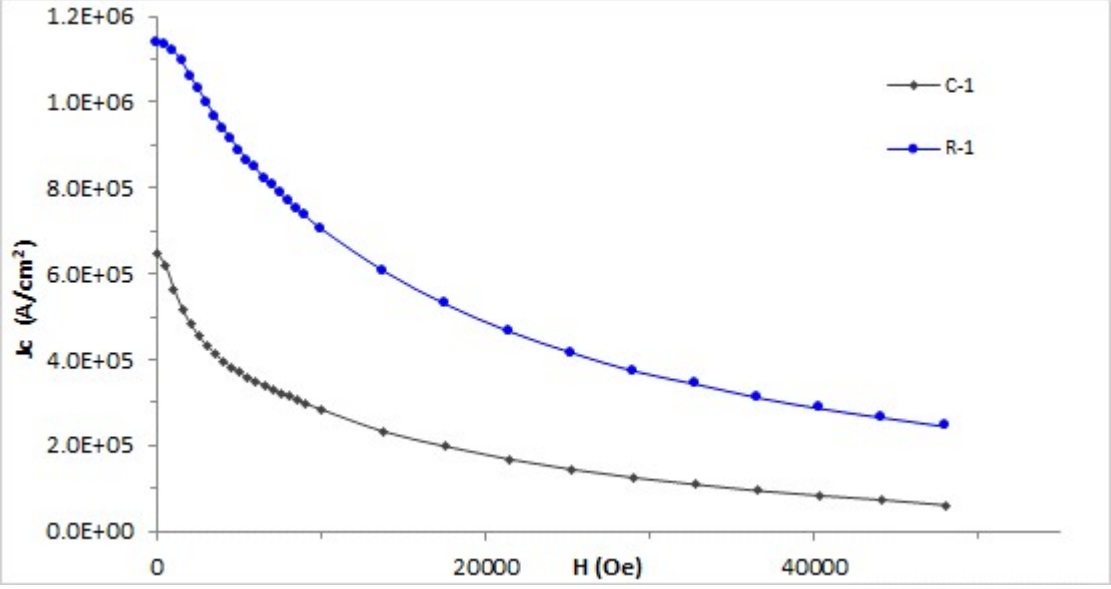
Yapılan noktasal kusurlara ait konfokal mikroskobu görüntüleri Şekil 4.29'da verilmiştir. Kesme şartları aynı olmasına rağmen her bir numunenin kenar bölgesinde kesmeye bağlı kristal kusurları oluşmaktadır. Konfokal görüntüleri incelendiğinde N-7, N-2 ve N-3 numunelerinin kenar bölgelerinde kesme kaynaklı kusurların daha fazla olduğu fakat manyetik ölçümlerin bu sonuçla paralel gitmediği görülmektedir. N-7, N-2 ve N-3 numunelerinin konfokal görüntüleri göz önüne alındığında, yüzey kusurunun R-2 ve R-3 numunelerine oranla çok olmasına rağmen hesaplanan Jc değerlerinin daha da yüksek olabileceğini düşündürmektedir.

Çizgisel Kusurlar;

Numune yüzeyinde hız parametresi kullanılarak oluşturulan çizgisel kusurlu numunelerin manyetik ölçüm sonuçları aşağıdadır. C-1 numunesi x ekseniyle 45° açı ile 70 μm aralıklarla yapılan çizgisel kusur ve x ekseniyle 135° açı ile 70 μm aralıklarla yapılan çizgisel kusur oluşturulan numunedir.



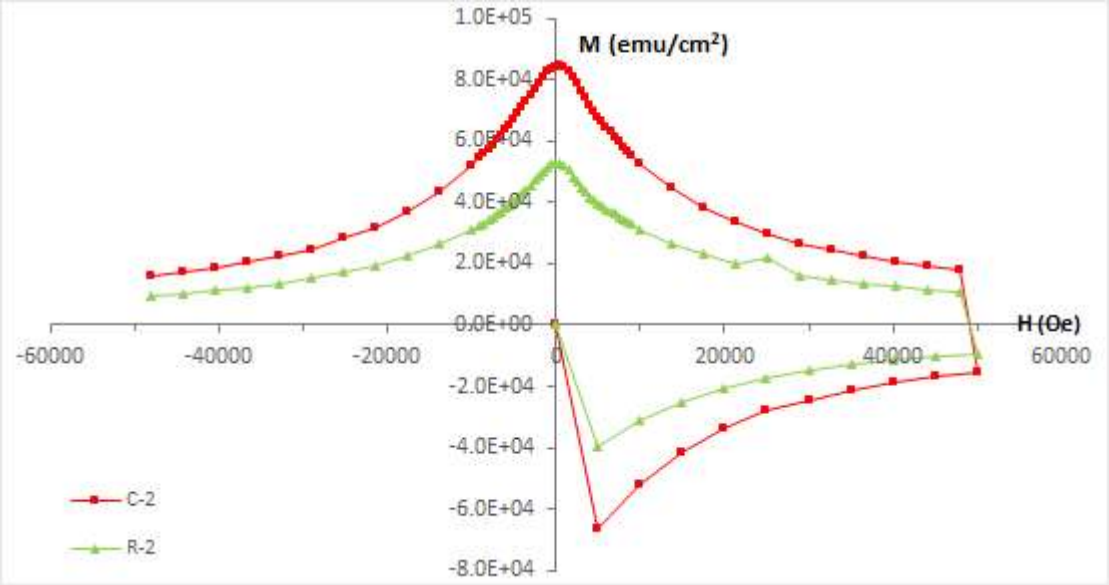
Şekil 4.30. Çizgisel kusur içeren C-1 numunesinin M-H grafiği



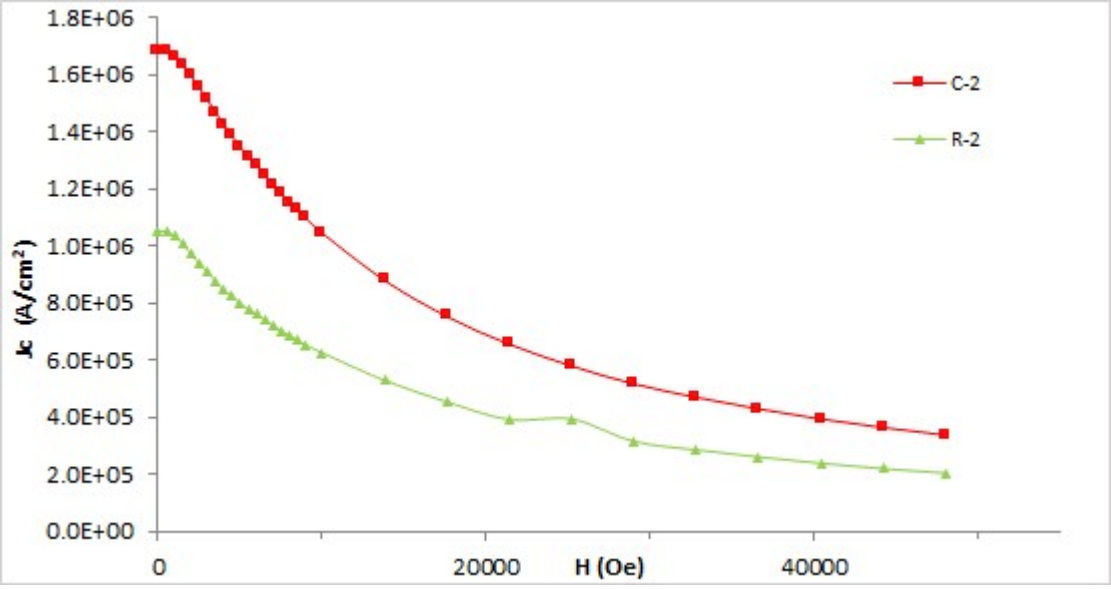
Şekil 4.31.Çizgisel kusur içeren C-1 numunesinin Jc-H grafiği

C-1 numunesinin Şekil 4.30'da M-H ve Şekil 4.31'deki Jc-H grafikleri incelendiğinde kusur oluşturulan numunede kritik akım değerinin azaldığı görülmüştür.

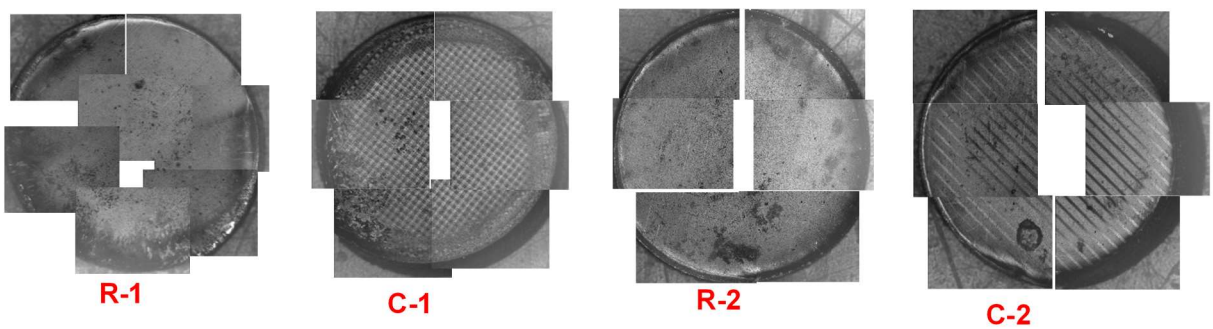
Şekil 4.32 ve Şekil4.33'te x ekseniyle 135° açı ile 100 μm aralıklarla yapılan çizgisel kusurlu C-2 numunesinin dış manyetik alan altındaki değişimi verilmiştir. Grafikler incelendiğinde, kritik akım yoğunluğu değerinin referans numunesine göre (R-2) artış gösterdiği görülmektedir.



Şekil 4.32. Çizgisel kusurlu C-2 numunesinin M-H grafiği



Şekil 4.33. Çizgisel kusurlu C-2 numunesinin Jc-H grafiği

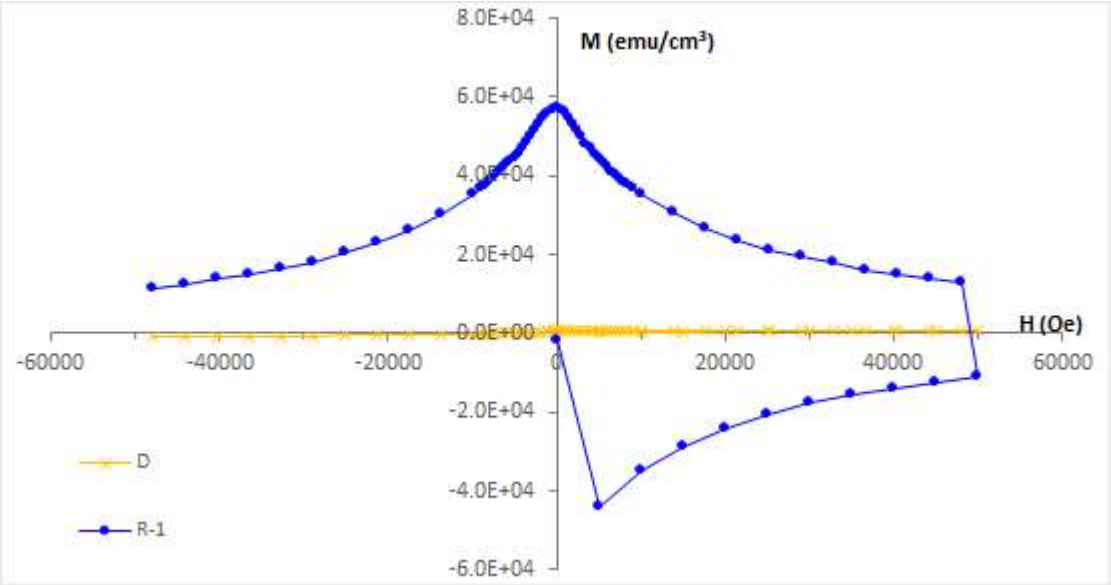


Şekil 4.34. Çizgisel kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri

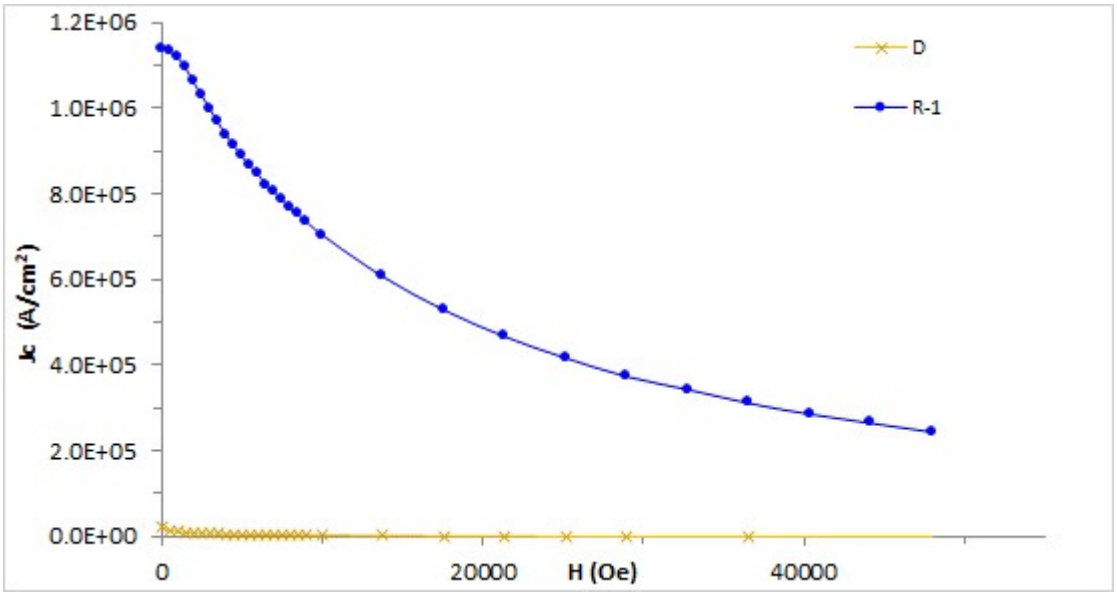
Şekil 4.34'de çizgisel kusurlu numunelerin konfokal görüntüleri verilmektedir. Referans numunelere oranla C-1 ve C-2 numunelerinde tahribatlı bölgelerin daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da bize aslında kritik akım yoğunluğu değerinin hesaplanandan daha fazla olabileceği sonucunu doğurur.

Dairesel Kusurlar;

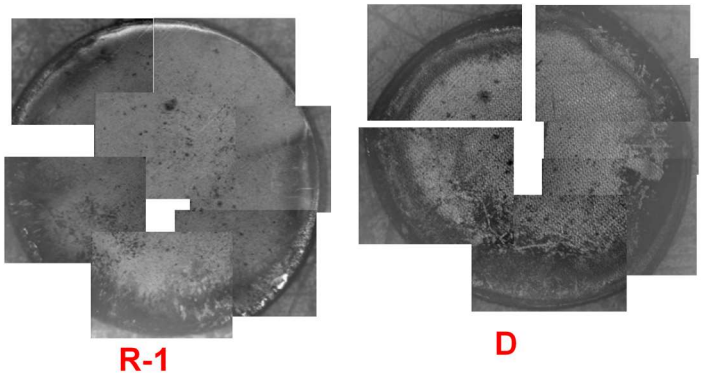
YBCO Süperiletken İnce film üzerinde, 100 µm çapında x ve y ekseninde birbirinden 25 µm uzaklıkta iç içe geçmiş dairesel kusur oluşturularak D numunesi üretilmiştir. Şekil 4.35'te referans numune ile dairesel örneğe ait M-H ve Şekil 4.36'da Jc-H grafikleri verilmiştir. İnce film üzerine yapılan dairesel kusurun YBCO süperiletken kristalleri büyük oranda bozduğu ve Jc değerini çok düşürdüğü tespit edildi.



Şekil 4.35. Dairesel kusurlu ve referans numunenin M-H eğrileri



Şekil 4.36. M-H eğrilerinden hesaplanan dairesel kusurlu ve referans numunelerin Jc değerleri

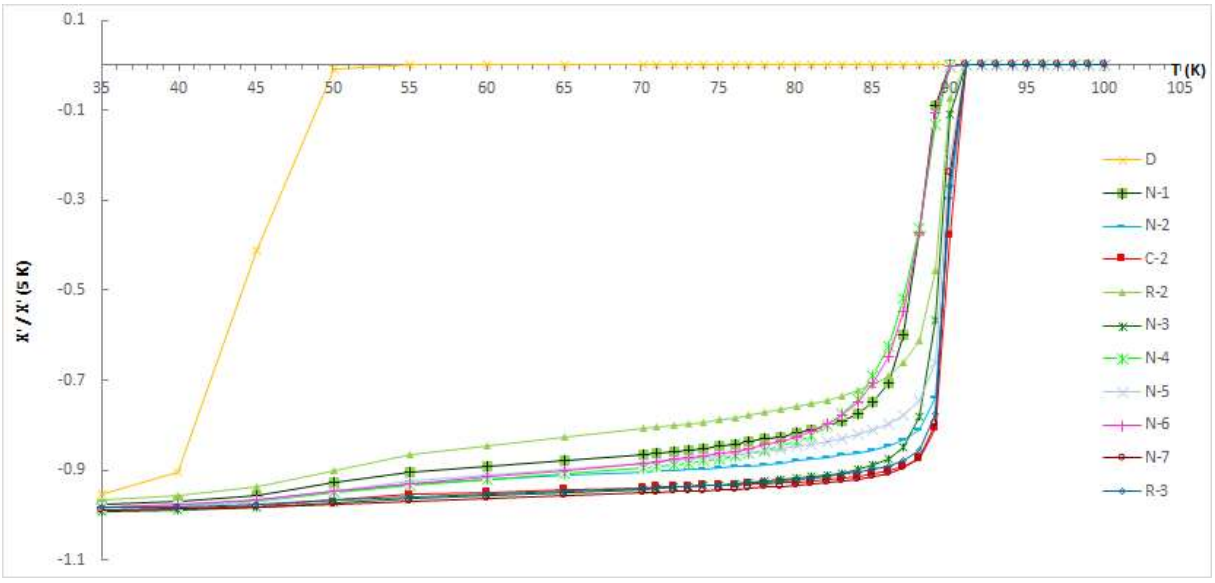


Şekil 4.37.Dairesel kusurlu ve referans numunelerin konfokal mikroskobu görüntüleri

Dairesel kusurlu olarak oluşturulan D numunesi ve referans numunesine ait konfokal görüntüleri Şekil 4.37 da görülmektedir. D numunede oluşan hasar numunede süperiletkenlik özelliğini çok büyük oranda azaltmıştır.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

YBCO süperiletken ince film üzerinde noktasal çizgisel ve dairesel kusurlar gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.1'de bu numunelere ait alınganlık ölçümleri birlikte verilmiştir. Burada D numunesinde kritik sıcaklık değerinin 50,1 K, diğer numunelerde ise kritik sıcaklık değerinin 91,1 K ile 90 K arasında olduğu ve oluşturulan kusurların numunelerin kritik sıcaklık değeri üzerinde değişime sebep olmadığı görülmüştür.



Şekil 5.1.Numunelere ait sıcaklığa bağlı alınganlık ölçüm sonuçları

Numunelerden alınan konfokal ölçüm değerleri ile çizilen grafiklerden elde edilen sonuçlar, yüksek enerji ile yapılan kusurda delik çapı ve derinliğin belirli bir değere kadar ulaşıp daha sonra sabit olduğunu göstermektedir. Bu değerler dikkate alınarak $1.63x10^{-4}$ J/deşik ve $1.78x10^{-4}$ J/deşik değeri ile genel olarak deneyler yapılmıştır. Pek çok numune üretilmesine rağmen MPMS ölçümlerinin çok maliyetli ve sıra beklenmesi sebebiyle sınırlı sayıda ölçümler alınabilmiştir.

MPMS ile yapılan M-H ve bu ölçümlerden hesaplanan Jc değerlerine göre lazer ile yüzeyde kusur, 100 μm aralıklı ve 50 atış yapılan, 100 μm aralıklı 46 atış yapılan noktasal kusurlu numuneler ve yine 100μm aralıkla doğrusal çizgi şeklinde kusur yapılan C-2 numunesinin kritik akım yoğunluğu değerlerinin artırdığı bulunmuştur.

Manyetik ölçümler sonucu hesaplamalar Jc değerinin C-2 de arttığını veya bazı numunelerde azalma gösterse de, endüstriyel alanda asıl bakılması ve incelenmesi gereken transport Jc

değerlerinde çizgisel kusurun süper elektronların geçiş yapabilmesini engelleyici olacağı göz önünde bulundurulmalıdır. Bu nedenle bundan sonra yapılacak çalışmalarda manyetik alan altında transport akımlar ölçülmeli ve yüzeyde farklı noktasal kusurlar yapılmalı ve kesme işlemi yapılmadan ölçümler alınmalıdır.

Deneysel verilerden yararlanılarak hesaplanan J_C değerleri incelendiğinde, referans numunelerin her numune grubu için numunelerle aynı anda ve bitişik bölgeden alınması ve o grup için değerlendirilmesi gerekliliği doğmuştur. Bean modeli kullanılarak Jc hesaplanmasında, MPMS ölçüm sisteminde alınan M-H değerlerinin alan bağımlılıkları, elde edilen verilerin hesaplanmasında zorluklar oluşmasına ve hata paylarının artmasına sebep olmuştur. Çünkü yapıda genelleme yapılarak her numunede kesilen toplam alan hesaba katılmıştır. Oysa kesme sırasında bazı numunelerin kenarlarında istenmeyen kusurlar oluşmuştur. Noktasal ve çizgisel kusur oluşturulan numunelerde ortalama çap ve derinlik alınarak kusurlu bölgeler hesaplamada dikkate alınmıştır. Kesimden kaynaklanan kusurlar ise dikkate alınmamıştır. Kesim kaynaklı kusurlar dikkate alınabilseydi, elde edilen J_C değerlerinden daha yüksek Jc değerleri elde edilebilirdi.

Literatür incelenerek Jc'nin arttığı gözlemlenen çalışmalar Tablo 5.1. de verilmiştir. Bu çalışmalar incelendiğinde Jc değerinin uygulanan manyetik alan değerlerinin tümünde artış göstermediği görülmektedir. Aşağıdaki tabloda artışın en fazla olduğu gölgelerdeki sayısal değerler bulunmaktadır. Yapılan çalışmalarda Jc, uygulanan manyetik alan değerlerinin hepsinde lineer artış göstermemektedir. Örneğin Lee ve arkadaşlarının Şekil 2.3'te verilen Jc grafiği incelendiğinde 0-2 T arası işlem görmüş örneğin Jc değeri referans numuneden daha düşükken 2T daan daha yüksek manyetik alanlarda STO-SL örneği katkısız numuneden çok küçük değerlere gitmekle birlikte kobalt katkılı örnekte ise Jc değerinin bir miktar arttığı görülmektedir.

Tablo 5.1. Literatürde katkılama etkisi ile yapılan bazı çalışmalar.

Ref örnek 10^6 A cm^{-2} (B//c)	İşlem gören örnek 10^6 A cm^{-2} (B//c)	Ref
4.89 (77K, 0 T)	8,42 (77K, 0 T)	Bian 2016
Ref yok	0,391 (77,3K 1T)	Konya 2013
3 (77,2K, 0 T)	5 (77,2K, 0 T)	Goswani 2010
Ref yok	3-4 (77,2K, 0 T)	Obradors
1,7 (77K, 0 T) 0,18 (77K, 3 T)	2,1 (77K, 0 T) 0,30 (77K, 3 T)	Matsumoto 2005
3,2 (77K, 0 T) 0,05 (77K, 5 T)	3,2 (77K, 0 T) 0,12 (77K, 5 T)	Matsumoto 2005
0,0364(77K, 4 T)	0,144	Jha 1
2,9 (77K, 0 T)	3,59 (77K, 0 T)	Jha -2
2,9 (77K, 0 T) 0,41 (77K, 1 T)	6,4 (77K, 0 T) 0,57 (77K, 1 T)	Jha -3
190 (77K, 0 T)	350	Jha - 5

M-H döngüsünden hesaplanan lazer ile kusur oluşturulan örneklere ait J_c değerleri Tablo 5.2. de verilmiştir. Tablo incelendiğinde R-2 referans örneğinin Jc değeri 15 K 0T da $1.05x10^6$ iken noktasal kusur uygulanan N-3 örneğinde $1.46x10^6$ değerine çıkmıştır. 15 K 2 T da ise $3.91x10^5$ iken noktasal kusurlu örneğin Jc değeri $5.89x10^5$ değerine çıkmıştır. Jc değerlerindeki artışı gösteren grafikler genel olarak incelendiğinde 0-2 T aralığında dış manyetik alan altında kritik akım değerlerinin daha fazla arttığı gözlenmiştir.

Tablo 5.2 Lazer ile kusur oluşturulan numunelere ait M-H döngüsünden hesaplanan J_c değerleri.

Örnek Adı	**Kusur Şekli**	***Yüzeydeki kusur Oranı**	**J_c A cm^{-2} (B//c 15K)**					
			0 T	**1 T**	**2 T**	**3 T**	**4 T**	**5 T**
R-1	Referans Örnek	-	$1,14x10^6$	$7,04x10^5$	$4,66x10^5$	$3,73x10^5$	$2,85x10^5$	$2,44x10^5$
C-1	Çizgisel(45°)	%64	$6,46x10^5$	$2,83x10^5$	$1,68x10^5$	$1,25x10^5$	$8,28\ x10^4$	$6,09x10^4$
	Çizgisel(135°)							
D	Dairesel	%100	$2,06x10^4$	$3,30x10^3$	$7,65x10^2$	$9,78x10^1$	$2,24x10^1$	$1,97x10^1$
C-2	Çizgisel (135°)	%28	$1,68x10^6$	$1,04x10^6$	$6,55x10^5$	$5,16x10^5$	$3,93x10^5$	$3,37x10^5$
N-1	Noktasal	100 deşik/mm^2	$7,93x10^5$	$4,67x10^5$	$3,03x10^5$	$2,40x10^5$	$1,80x10^5$	$1,52x10^5$
N-2	Noktasal	100 deşik/mm^2	$1,43x10^6$	$8,75x10^5$	$5,51x10^5$	$4,34x10^5$	$3,29x10^5$	$2,83x10^5$
R-2	Referans Örnek		$1,05x10^6$	$6,25x10^5$	$3,91x10^5$	$3,15x10^5$	$2,38x10^5$	$2,03x10^5$
N-3	Noktasal	100 deşik/mm^2	$1,46x10^6$	$9,03x10^5$	$5,89x10^5$	$4,70x10^5$	$3,56x10^6$	$3,04x10^5$
R-3	Referans Örnek	-	$1,52x10^6$	$9,53x10^5$	$6,10x10^5$	$4,87x10^5$	$3,70x10^5$	$3,14x10^5$
N-4	Noktasal	1282 deşik/mm^2	$9,16x10^5$	$5,25x10^5$	$3,35x10^5$	$2,64x10^5$	$1,95x10^5$	$1,53x10^5$
N-5	Noktasal	116 deşik/mm^2	$1,33x10^6$	$7,97x10^5$	$5,09x10^5$	$4,04x10^5$	$3,05x10^5$	$2,57x10^5$
N-6	Noktasal	1111 deşik/mm^2	$8,69x10^5$	$5,01x10^5$	$3,19x10^5$	$2,51x10^5$	$1,85x10^5$	$1,54x10^5$
N-7	Noktasal	100 deşik/mm^2	$1,60x10^6$	$1,00x10^6$	$6,46x10^5$	$5,17x10^5$	$3,90x10^5$	$3,34x10^5$

Bu sonuçlar ışığında elde edilen veriler, bu yeni bir yöntemle kritik akım yoğunluğunun arttırılabileceği ispatlanmıştır. Ayrıca literatür incelendiğinde yapılan bütün çalışmalarda dışarıdan katkı etkisi ile ek işlemler ve buna bağlı olarakta ek maliyetler getirmektedir. Bu işlemlerin endüstriyel olarak sınırsız boyutta üretilmesi oldukça zordur. Bu projede konu olan çalışma ise ek malzeme ve işlem gerektirmeksizin yapı üzerinde sonsuz uzunlukta kullanılabilir bir yöntemdir. Nano seviyede yapılan katkılama etkisi bazı manyetik alan altındaki Jc değerlerine oldukça yüksek artışlara neden olmasına rağmen düşük manyetik alanlarda ise aynı etkiyi göstermediği görülmektedir. Patent başvurusu için çalışmalara başlanmıştır. Patent işlemleri bittiğinde başvuru belgesi TÜBİTAK a sunulacaktır.

Bu çalışma kısıtlı bütçe ile sadece manyetik özelliklerin araştırması yapılarak belirli sınırlar içinde kalınarak tamamlanmıştır. Elde edilen sonuçlar kullanılarak daha kapsamlı TÜBİTAK-1001 proje başvurusu yapılmıştır. Ayrıca bu çalışmadan bir adet doktora tezi hazırlanmış olup sınav aşamasındadır.

Kaynakça

Abrikosov, A. A., 1957 “On the magnetic properties of superconductors of the second group” Sov. Phys. JETP, 5: 1174-1182.

Aktas Y., Arda L., Acikgoz M., Heiba Z. K., Aktas S., 2012 “Preparation, Growth, and Magnetic Properties of Co-doped Yb2O3 Nanoparticles and Thin Films by the Sol–Gel Process” Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 25, 8, 2789-2793

Arda L., Heibab Z.K. 2010 “Rare-earth mixed oxide thin films as 100% lattice match buffer layers for YBa2Cu3O7−x coated conductors” Thin Solid Films, 518, 12, 3345–3350

Arda, L., Aktas, S. , Hascicek, Y.S. 2005, “YbBa2-xSrxCu3O7-δ coated conductor development by sol-gel process” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 15, 2, 2635-2637

Aslanoglu, Z., Küçükömeroğlu, T., Arda, L., Akin, Y., Hascicek, Y.S. 2004, “Thick YBCO and Y0.5RE0.5BCO coated conductor by sol-gel dip coating process” Key Engineering Materials, 264-268, I, 617-620

Baerden, J., Cooper, L. N., and Schriffer J. R., 1957 “Theory of Superconductivity” Physical Rev., 108: 1175-1204.

Bardeen, J., Cooper, L.N., Schrieffer, J.R., 1957 “Microscopic Theory of Superconductivity” Phys. Rev., 106: 62.

Bardeen, J., Cooper, L.N., Schrieffer, J.R., 1957 “Theory of Superconductivity” Phys. Rev. 108: 1175.

Bednorz, J.G., Muller, K.A., 1986 “Possible High-Tc Superconductivity The Ba- La-Cu-O System”, Z. Phys. B64: 189.

Ben Salem, M. K.; Hamrita, A.; Hannachi, E.; Slimani, Y.; Ben Salem, M.; Ben Azzouz, F., The study on SiO2 nanoparticles and nanowires added YBCuO: Microstructure and normal state electrical properties, Physica C: Superconductivity and its applications, Volume 498, p. 38-44, 2014

Birlik I. 2011 “Synthesis Of Superconducting Films And Improvement Of Their Flux Pinning Properties With Barium Zirconate Nanoparticles Using Chemical Solution Deposition Method” Dokuz Eylül Üniversitesi, Doktora Tezi

Eric Cornell vd Big Vortex Lattice 2014 http://www.redorbit.com/images/pic/29514/big-vortex-lattice/#jQ8XOsC6U7571hzb.99 Son Erisim Tarihi: 15.03.2014

Foltyn S. R., Civale L., MacManus-Driscoll J. L., Jia Q. X., Maiorov B., Wang H. & Maley M. (2007) “Materials science challenges for high-temperature superconducting wire” Nature Materials 6, 631 - 642

Gao, L., Xue, Y.Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R.L., Ramisen, D. Ve Chu, C.W., 1994 “Superconductivity Up To 164 K In HgBa2Cam-1CumO2m+2+d (M=1,2 And 3) Under Quasihydrostatic Pressure”, Phys. Rev. B. 50: 4240-4263

Ginzburg, V. L.,Landau, L.,1950 ”Theory of superconductivity” Zh. Eksp. Teor. Fiz. 20: 1064.

GITAM, Department of Engineering Physics http://www.gitam.edu/eresource/Engg_Phys/semester_2/supercon/type_1_2.htm 1001BF-01 Güncelleme Tarihi: 27/05/2013

Goswami R., Haugan T.J., Barnes P.N., Spanos G., Holtz R.L., 2010 “Effects of nanoscale defects on critical current density of (Y1−xEux)Ba2Cu3O7−δ thin films” Physica C: Superconductivity 470, 5–6, 318–322

Hoffmann A., Prieto P., Metlushko V., Schuller I.K. 2012, Superconducting Vortex Pinning with Magnetic Dots: Does Size and Magnetic Configuration Matter? J Supercond Nov Magn 25:2187–2191

Jha A.K, Matsumoto K., Tomoya H., Saini S., Mele P., Yoshida Y and Awaji S., 2014, “Tuning the microstructure and vortex pinning properties of YBCO-based superconducting nanocomposite films by controlling the target rotation speed” Supercond. Sci. Technol. 27 025009 10pp

Jha A.K., Khare N. 2010, “Investigation of flux pinning properties of YBCO:BaZrO3 composite superconductor from temperature dependent magnetization studies” Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322, 2653

Jha A.K., Khare N. and Pinto R. 2011, “Enhanced critical current density in YBa2Cu3O7-x thin films deposited on La0.67Sr0.33MnO3 decorated SrTiO3 substrates” Physica C: Superconductivity, 471, 1154.

Jha A.K., Khare N. and Pinto R. 2011, “Enhanced flux pinning in pulsed laser deposited YBCO:BaTiO3 nanocomposite thin films” Solid State Communications, 151, 1447.

Jha A.K., Khare N. and Pinto R. 2011, “Interface engineering using ferromagnetic nanoparticles for enhancing pinning in YBCO thin films” Journal of Applied Physics, 110, 113920.

Jha A.K., Khare N. and Pinto R. 2012 “Comparison of flux pinning mechanism in laser ablated YBCO and YBCO:BaZrO3 nanocomposite thin films” Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 25, 377

Kechik Mohd Mustafa Awang, 2010, “Improvement of Critical Current Density in YBa2Cu3O7-δ Films with Nano- Inclusions”, University of Birmingham, Doktora Tezi

Konya, K.; Ootaguro, K.; Nishiyama, T.; Teranishi, R.; Kiss, T.; Yamada, K.; Kaneko, K.; Yoshizumi, M.; Izumi, T. 2013, “Effect of holding temperature on microstructures and Jc properties of YBa2Cu3O7-X films fabricated by TFA-MOD method” Physica C: Superconductivity 494, 15 144–147

Kresin, V.Z., Stuart A.W.,1990 “Fundamental of Superconductivity” Plenum Press New York 1-16.

Kunzler, E.J., Buehler, E., Hsu, F.S. L., 1961 “Superconductivity in Nb3Sn at High Current Density in a Magnetic Field of 88 k gauss” Physical Review Letters, 6: 89-91.

Lee S., Tarantini C., Gao P., Jiang J., Weiss D. J., Kametani F., Folkman C. M., Zhang Y., Pan, X. Q. Hellstrom E. E., Larbalestier D. C. and Eom C. B. 2013 “Artificially engineered superlattices of pnictide superconductors” Nature Materials, DOI:10.1038/NMAT3575

London, H., London, F.,1935 ”The electromagnetic Equations of the Supercoductors” Proceeding of the Royal Society A149: 71.

Lu Ji, Xiaoxin Gao, Deyong Ge, Wei Xie, Pei Wang, Xinjie Zhao, Zheng Wang, Ming He, Xu Zhang, Wei Li, Feng Song, and Shaolin Yan 2013, “The Influence of CeO2 Nano-Dots Decoration on Substrates on Flux Pinning Strength in Tl2Ba2CaCu2O8 Thin Films” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 23, 3,

Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomı, Y. Asano, T., 1988 “High-Tc Oxide Superconductor Without A Rare Eart Element”, Jpn. J. Of Appl. Phys., 27: 209-211.

Matsui, H.; Ogiso, H.; Yamasaki, H.; Sohma, M.; Yamaguchi, I.; Kumagai, T.; Manabe, T. 2013, “Dimpling in critical current density vs. magnetic field angle in YBa2Cu3O7 films irradiated with 3-MeV gold ions” Journal of Applied Physics, Volume 114, Issue 23, pp. 233911-233911-4

Matsumoto, K. Horide, T. Pele, P. Yoshida, Y. Mukaida, M. Ichinose, A. Horii, S., 2005. Effect of artificial pinning centers on vortex pinning in high-temperature superconducting films, Physica C 426-431, 1091-1095.

Meissner, W., Ochsenfeld, R., 1933 “Superconductivity” Naturwissensch 21: 787-788. 1001BF-01 Güncelleme Tarihi: 27/05/2013

NIST, Nanoscale Physics Laboratory, The Electron Physics Group 2014 http://physics.nist.gov/TechAct.2002/Div841/div841.html ,Son Erisim Tarihi: 24.02.2014

Obradors X., Puig T., Pomar A., Sandiumenge F., Mestres N., Coll M., Cavallaro A., Roma N., Gazquez J., Gonzalez J.C.,Castano O., Gutierrez J., Palau A., Zalamova K., Morlens, S., Hassini A., M Gibert, Ricart S., Moreto J.M., Pinol S., Isfort D. and Bock J., 2006 Supercond. Sci. Technol. 19 S13–S26 doi:10.1088/0953-2048/19/3/003

Okuyucu, H, Arda, L, Heiba, Z.K., El-Kawni, M.I, Tolliver, J.C, Barnes, P.N, Aslanoglu, Z , Akin, Y, Hascicek, Y.S, 2003a “Y-and Yb-123 coated conductor development by PLD and sol-gel on (Gd1 - xErx)2O3 buffered Ni tapes” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13, 2, 2677-2679

Okuyucu, H, Arda, L., Akin, Y., Heiba, Z.K, Aslanoglu, Z, Hascicek, Y.S., 2003b, “Development of 100% lattice match buffer layers on RABiTS Ni tapes by sol-gel” IEEE Transactions on Applied Superconductivity 13, 2, 2680-2683

Onnes, H.K 1911.”Disappearance of The Electrical Resistance of Mercury of Helium” Akad. van Wetenschappen 14: 113-115, 818-821

Polat, O.E., Ertugrul, M. Thompson, Leonard K.J., Sinclair J.W., Paranthaman M.P., Wee S.H., Zuev Y.L., Xiong X., Selvamanickam V., Christen D.K., Aytuğ T. 2012 “Superconducting

properties of YBa2Cu3O7-delta films deposited on commercial tape substrates, decorated with Pd or Ta nano-islands" Superconductor Science & Technology, 25, 2 Article No: 025018

Schilling, A., Cantoni M., Gao D., Ott H. R.,1993 "Superconductivity above 130 K in the Hg–Ba–Ca–Cu–O system" Nature 363:56- 58.

Sheng, Z.Z., Hermann A.M., 1988, "New 120K TlBaCaCuO Superconductors" Nature 332: 138-140.

Varanasi C, Barnes P N, Burke J, Carpenter J and Haugan T 2005 "Controlled introduction of flux pinning centers in YBa2Cu3O7−x films during pulsed-laser deposition" Appl. Phys. Lett. 87 262510

Wang J., Tsai C.F., Naugle D.G. and Wang H., 2009 "Microstructural and Pinning Properties of YBa2Cu3O7-δ Thin Films Doped with Magnetic Nanoparticles" IEEE/CSC & ESAS European Superconductivity News Forum (ESNF), No. 7,

Wang W.T., Pu M.H., Lei M.,, Zhang H., Wang Z., Zhang H., Cheng C.H., Zhao Y. 2013 "Enhanced flux pinning properties in superconducting YBa2Cu3O7z films by a novel chemical doping approach" Physica C 493 104–108

Wu, M.K., Asheburn, J.R., Torng , C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, J., Wang, Y.Q. Ve Chu, C.W.,1987 "Superconductivity At 95 K In A New Mixed Phase YBaCuO Compound And Ambient Pressure", Phys. Rev. Lett., 58:908-1002.

Yakinci Z.D., Gokhfeld D.M., Altin E., Kurt F., Altin S., Demirel S., Aksan M.A., Yakinci M.E. 2013 "Jc enhancement and flux pinning of Se substituted YBCO Compound" J Mater Sci: Mater Electron 24:4790–4797

Yang W.M., Wang M, 2013 "New method for introducing nanometer flux pinning centers into singledomain YBCO bulk superconductors", Physica C 493 128–131

Yildirim G., Dogruer M., Karaboga F., Terzioglu C. 2014 "Formation of nucleation centers for vortices in Bi-2223 superconducting core by dispersed Sn nanoparticles" Journal of Alloys and Compounds 584 344–351

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. ŞÜKRÜ ÇAVDAR
Proje No:	115F008
Proje Başlığı:	YBCO Süperiletken Kaplamalar Ve Filmlerde Çivileme Merkezlerinin Oluşturulması, Karakterizasyonu Ve Optimizasyonu
Proje Türü:	3001 - Başlangıç AR-GE
Proje Süresi:	24
Araştırmacılar:	HALUK KORALAY, LÜTFİ ARDA
Danışmanlar:	XERMAN FRANCISCO DE LA FUENTE LEIS (Yurt Dışı)
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	GAZİ Ü. FEN F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/05/2015 - 01/11/2017
Onaylanan Bütçe:	104000.0
Harcanan Bütçe:	72363.94
Öz:	Süperiletken malzemelerde kritik akım değerinin artırılması konusunda pek çok çalışma yapılmış ve bu çalışmalarda nadir toprak elementlerinin yapı içerinde kısmi yer değişikliği, katkı etkisi veya süperiletken olmayan ikincil yapıların rastgele katılması ile çivileme merkezleri oluşturularak kritik akımın artması sağlanmıştır. Yapılan çalışmalar, çivileme merkezlerinin oluşturulması, kritik akımın artırılması için en önemli parametre olduğunu göstermiştir. Bu çalışmada; süperiletken ince filmler sol-jel tekniği kullanılarak önce tampon sonra YBCO süperiletken tabaka, hazır olarak alınan 75?m kalınlığında yönlendirilmiş Ni-%5W şerit - RABITS (The Rolling Biaxially Assisted Textured Substrates) üzerine kaplandı ve karakterize edildi. Üretilen ve hazır olarak temin edilen standart film yüzeylerine lazerle yüzey taraması yapılarak, farklı tarama açıları ile farklı geometrilerde deşikler oluşturuldu. Oluşturulan merkezlerin, hangi sabit dış manyetik alanda, hangi sabit uzaklıklarda hangi geometrik yapının uygun olarak girdapların çivileme merkezlerinin yerini alıp alamayacakları ve/veya hangi oranda alabilecekleri kontrol edilerek, Abrikosov yapısında çivileme merkezlerinin oluşturulması sağlanmaya çalışıldı. Sunulan projenin, literatürde mevcut olan çalışmalardan en önemli farkı; süperiletken yüzeyinde lazer ile kontrollü yapay çivileme merkezlerinin etkisinin detaylı şekilde incelenmesidir.
Anahtar Kelimeler:	YBCO, İnce film, Çivileme Merkezleri
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Laser Modification of 2G-HTS Tapes Surface (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 2- Growth of Gd2O3 Gd1 98Ho0 02O3 buffer layers on Ni W tapes using sol gel method (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum),

TÜBİTAK