CVD Yöntemi İle Karbon Kapsüllenmiş Bor Kullanılarak Yüksek Akım Kapasiteli MgB_2/Fe Tel Üretimi

Program Kodu: 3001

Proje No: 115F237

Proje Yürütücüsü:

Doç. Dr. Haluk KORALAY

Araştırmacı(lar)

Doç. Dr. Şükrü ÇAVDAR

Bursiyer(ler):

Naki KAYA

TEMMUZ 2017

ANKARA

ÖNSÖZ

Bu projede kimyasal buharlaştırma metodu (CVD) ile amorf bor karbonla farklı oranlarda kapsüllenmiştir. Elde edilen farklı oranlarda karbonla kapsüllenmiş bor ile magnezyum karıştırılarak tüp içinde toz (PIT) metodu ile karbon içerikli tüp, uygun çekme işlemlerinden sonra 1mm çapında elde edilmiştir. Tel farklı sıcaklıklarda (600, 650, 700, 750 ve 800 ^{o}C) 30 dakika sinterlenerek MgB_2/Fe üretilmiştir. MgB_2/Fe telin karaketerizasyonu için SEM, XRD, DTA/TGA ve PPMS ölçümleri yapılmıştır.

Bu çalışma TUBİTAK tarafından, 115F237 proje kodu ile desteklenmiştir.

TÜBİTAK

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ i

İÇİNDEKİLER ii

TABLO VE ŞEKİLLER LİSTESİ iv

ÖZET viii

ABSTRACT ix

1. GİRİŞ 1

2. LİTERATÜR ÖZETİ 2

3. GEREÇ VE YÖNTEM 6

3.1 Amorf Bor Tozlarının CVD Metodu ile Karbon Kapsüllenmesi 6

3.2 Karbon Kapsüllenmiş Amorf Bor Tozları ile Magnezyum Tozlarının Karıştırılması 14

3.3 Elde Edilen Toz Karışımının İn-Sitü (PIT) Yöntemi İle Demir Kılıf içerisine Doldurulması 15

3.4 İn-Sitü Yöntemi ile Hazırlanan Demir Kılıf Malzemenin Soğuk Çekme İşlemi 19

3.5 Çekilen Tellerin Sinterlenmesi 21

3.6 Sinterlenen Tellerin İçinden Toz Numunenin Alınması 22

4. BULGULAR VE TARTIŞMA 22

4.1 DTA-TGA Analiz Sonuçları 22

4.2 XRD Sonuçları 31

4.3 M-T Sonuçları 34

4.4 M-H Sonuçları 37

4.5 Öneriler 41

5. KAYNAKLAR **42**

TÜBİTAK

TABLO VE ŞEKİLLER LİSTESİ

Tablo 1. MgB_2 süperiletken sisteminin bazı fiziksel özellikleri **2**

Tablo 2. CVD yöntem ile karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının elementel analiz sonuçları **14**

Tablo 3. Farklı kılıf malzemelerinin farklı sıcaklıklardaki Mg/B reaksiyonu ve kritik akım yoğunluğu değerleri **17**

Tablo 4. Numunelerin DTA-TG grafiklerinden elde edilen endotermik ve egzotermik pik sıcaklıkları **30**

Şekil 1. a) PIT metoduyla, b) IMD metoduyla üretilen, MgB_2 telinin 4.2 K de, manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğunun değişimi **5**

Şekil 2. MgB_2 ye farklı katkı malzemelerinin 4,2 K deki kritik akım yoğunluğu değerleri **6**

Şekil 3. 700 ^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü **7**

Şekil 4. 750 ^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü **7**

Şekil 5. 850 ^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü **7**

Şekil 6. 700 ^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü **8**

Şekil 7. 750 ^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü **8**

Şekil 8. 850 ^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü **8**

Şekil 9. 750 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri **9**

Şekil 10. 850 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri **9**

Şekil 11. 700 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri **9**

Şekil 12. CVD yönteminin şematik gösterimi **10**

Şekil 13. Amorf bor tozlarının yerleştirdiği alümina kayık **10**

Şekil 14. CVD sistemi **11**

Şekil 15. 700 ^{0}C' de, 30 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri **12**

Şekil 16. 700 ^{0}C' de, 60 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri **13**

Şekil 17. 700 ^{0}C' de, 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri **13**

Şekil 18. Otomatik karıştırıcı **14**

Şekil 19. Karıştırılmadan sonra alınan magnezyum ve karbon kapsüllü bor tozları ve hassas tartı **15**

Şekil 20. Farklı kılıf malzemesi için 5K deki manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğunun değişimi **16**

Şekil 21. Hazırlanan demir kılıf malzeme **17**

Şekil 22. Sabitlenmiş demir kılıf malzeme **18**

Şekil 23. Çekiç yardımı ile tozun demir kılıf malzemeye doldurulması **18**

Şekil 24. Açık ucu alüminyum folyo ile kapatılmış demir kılıf malzeme **19**

Şekil 25. MgB_2/Fe tel üretim aşamaları **19**

Şekil 26. Yivli merdane **20**

Şekil 27. Soğuk çekme kalıpları **20**

Şekil 28. Soğuk çekme makinesi **21**

Şekil 29. Soğuk çekme makinesinde uzatılan tel görüntüsü **21**

Şekil 30. Yatay fırın **22**

Şekil 31. 30 Dakika boyunca 600 ^{0}C'de sinterlenen numune **23**

Şekil 32. 90 Dakika boyunca 600 ^{0}C'de sinterlenen numune **23**

Şekil 33. 30 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune **24**

Şekil 34. 60 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune **24**

Şekil 35. 90 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune **25**

Şekil 36. 30 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune **25**

Şekil 37. 60 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune **26**

Şekil 38. 90 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune **26**

Şekil 39. 30 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune **27**

Şekil 40. 60 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune **27**

Şekil 41. 90 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune **28**

Şekil 42. 30 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune **28**

Şekil 43. 60 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune **29**

Şekil 44. 90 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune **29**

Şekil 45. CVD yöntemi ile 30 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen 600 ºC - 650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği **31**

Şekil 46. CVD yöntemi ile 60 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen ve 600 ºC - 650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği **32**

Şekil 47. CVD yöntemi ile 90 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen ve 600 ºC - 650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği **33**

Şekil 48. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği **34**

Şekil 49. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C' de sinterlenen numunenin M-T grafiği **34**

Şekil 50. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği **35**

Şekil 51. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği **35**

Şekil 52. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği **36**

Şekil 53. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği **36**

Şekil 54. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **38**

Şekil 55. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **38**

Şekil 56. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **39**

Şekil 57. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **39**

Şekil 58. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **40**

Şekil 59. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği **40**

ÖZET

Birtakım olumlu özellikleri itibariyle MgB_2 süperiletken yapıların teknolojik olarak daha etkin kullanılabilmesi için var olan üretim metotlarının daha da geliştirilmesi gerekmektedir. Bu temel olgudan yola çıkarak, nano yapıların üretiminde temel tekniklerden birisi olan kimyasal buharlaştırma metodu ile (CVD), karbonla farklı oranlarda amorf bor kapsüllenmiştir. Elde edilen farklı oranlarda karbonla kapsüllenmiş bor ile magnezyum karıştırılarak tüp içinde toz (PIT) metodu ile karbon içerikli tüp, uygun çekme işlemlerinden sonra 1mm çapında elde edilmiştir. Tel farklı sıcaklıklarda (600, 650, 700, 750 ve 800 ^oC) 30 dakika sinterlenerek MgB_2/Fe üretilmiştir. MgB_2/Fe telin karakterizasyonu için SEM, XRD, DTA/TGA ve PPMS ölçümleri yapılmıştır. Projemiz nano malzeme üretim yöntemlerinden biri olan CVD yöntemi ile karbon kapsullenmiş bordan oluşan, MgB_2/Fe tel yapısının araştırıldığı ilk çalışma olmuştur. Çalışma sonuçlarına göre 700 ve 750 ^0C' de sinterlenen numunelerde MgB_2 yapısının oluştuğu, diğer sıcaklıklarda MgB_2 yapılarının oluşmadığı görülmüştür ayrıca ppms ölçümleri neticesinde proje çalışmamızda denenen bu yeni yöntemin MgB_2 nin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığında bir değişim yapmadığı ve 30000 Oe manyetik alan altında yapılan ölçümlerde malzemelerin paramanyetik özellik gösterdiği saptanmıştır.

Anahtar kelimeler: MgB_2, CVD Yöntemi, SEM, XRD, DTA/TGA, PPMS

ABSTRACT

Due to their positive properties, existing production methods need to be further developed so that MgB_2 superconductors can be used more technologically. Starting from this basic fact, amorphous boron was encapsulated at different ratios of carbon by the chemical evaporation method (CVD), which is one of the basic techniques in the production of nano structures. At different ratios obtained, the carbon-containing tube with powder (PIT) method by in-tube mixing of boron encapsulated with magnesium was obtained at a diameter of 1 mm after appropriate extrusion processes. The wire was sintered at different temperatures (600, 650, 700, 750 and 800 ^oC) for 30 minutes to produce MgB_2 / Fe. SEM, XRD, DTA / TGA and PPMS measurements were performed for MgB_2 / Fe wire characterization. It was the first study to investigate the structure of MgB2 / Fe wire, which consists of carbon-encapsulated bordering with the CVD method, which is one of the nano material production methods of our project. According to the results of the study, it was observed that MgB_2 structure was formed in the samples sintered at 700 and 750 ^0C but MgB_2 structures were not formed in other temperatures. It was also found that this new method, which was tried in our project work as a result of ppms measurements, showed that MgB_2 did not change the transition temperature to superconductivity and that the materials showed paramagnetic properties under measurements made at 30000 Oe.

Key Words: MgB2, CVD Method, SEM, XRD, DTA/TGA, PPMS

1. GİRİŞ

MgB_2 süperiletkenliğin keşfinden (Akimitsu vd. 2001) günümüze kadar süperiletken malzemelerin teknolojiye uygulanması konusunda özellikle gelişmiş ve gelişmekte olan ülkelerdeki endüstriyel kuruluşlar ve araştırma merkezleri yoğun bir şekilde çalışmaktadır. Özellikle küçük ölçekte ve yüksek hassasiyette sensörler, detektörler veya büyük ölçekte MAGLEV trenleri, süper-bilgisayarlar, rüzgar türbinleri, kaçak akım sınırlayıcıları, manyetik rezonans görüntüleme (MRI) sistemleri, SQUID'ler, süperiletkenlerin teknolojik uygulamalarına verilebilecek önemli örneklerden bazılarıdır. Teknolojide süperiletkenlerin daha yaygın olarak uygulandığı düşünüldüğünde, MgB_2 süperiletkenleri özellikleri bakımından daha fazla önem kazanmaya başlamıştır. MgB_2 üretimi ucuz, kristal yapısı basit, kolay üretilebilir, işlenebilir ve ayrıca nispeten yüksek geçiş sıcaklığına sahiptir (39-40 K). Özellikle magnet uygulamaları için MgB_2 süperiletkenlerin avantajları aşağıdaki şekilde özetlenebilmektedir: 20 K gibi sıcaklıklarda düşük veya orta büyüklükteki magnet uygulamaları için yeterli ve kabul edilebilir sonuçlara ulaşılabilmektedir (Vinod vd. 2007). MgB_2 malzemesi Nb-Ti'un üçte biri kadar yoğunluğa sahiptir. Dolayısıyla aynı ağırlıkta iki malzemeyi karşılaştırdığımızda MgB_2 den daha hafif kabloların yapımı mümkün olabilmektedir, Nb-Ti ve Nb_3Sn süperiletkenlerine göre daha yüksek Tc değerine sahip oldukları için daha geniş termal aktivite alanına sahiptir. Bir diğer önemli özelliği de sıvı helyum kullanmaksızın yüksek manyetik alanlarda süperiletkenlik özelliğini koruyabilmesidir. MgB_2'nin keşfinden günümüze farklı araştırma grupları, sistem üzerine çeşitli katkılamalar yaparak bu katkılamanın kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluğuna etkisini araştırmışlardır. Bu katkılamalar sistemin geneline veya magnezyum ve bor yerine yapılmış olup, sonuç itibariyle kritik sıcaklık değerinde önemli sayılabilecek bir artma gözlenmemesine rağmen bazı katkılamaların sistemin kritik akım yoğunluğu değerinde artışa neden olduğu bulunmuştur. Çalışmalar sonucunda MgB_2 tellerin akım yoğunluğundaki artış özellikle sisteme karbon eklenmesiyle olmuştur. Araştırma sonuçları akım yoğunluğundaki artışın nedeninin, sisteme katkılanan elementlerin/bileşiklerin yapı içerisinde tuzaklama merkezleri şeklinde davranmalarına dayandırılmıştır. MgB_2 süperiletken malzemesinin önemli bazı fiziksel özellikleri Tablo 1'de özetlenmektedir.

Tablo 1. MgB_2 süperiletken sisteminin bazı fiziksel özellikleri

MgB_2' nin Bazı Özellikleri	
Tc, K	39-40
Koherens, Uzunluk (ab) A	37-120
Jc, (4.2 K, 0 T), $A.cm^{-2}$	10^7
Hc üst, T	14-39
Hc alt, mT	27-48

MgB_2 nin genel özelliklerine bakıldığında kritik sıcaklık değerinin 38-40 K aralığında olduğu bu özelliğiyle kritik sıcaklık değerinin helyumun buharlaşma sıcaklığından oldukça üstünde olduğu görülmektedir. 4.2 K de kritik akım değeri bazı çalışmalarda 10^7 $A.cm^{-2}$ olduğu bulunmuş olup bu sıcaklıkta Tablo 1'de de görüleceği gibi yaklaşık 39 T ya kadar süperiletkenlik özelliğini koruyabilmektedir.

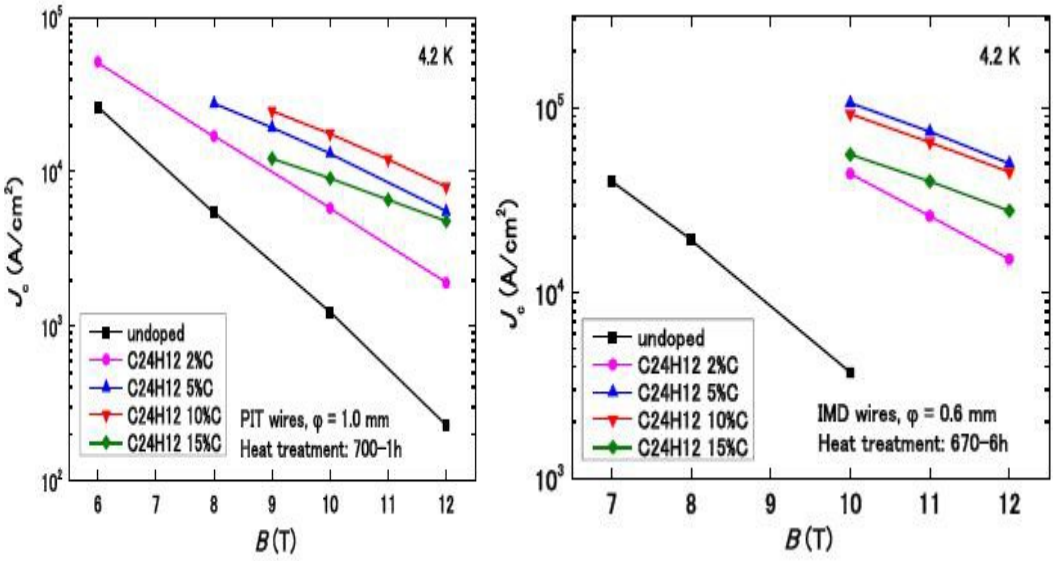
2. LİTERATÜR ÖZETİ

MgB_2 bileşiğinin süperiletken olduğunun bulunmasından bu yana bileşik ile ilgili teorik ve deneysel pek çok çalışma yapılmıştır. Yapılan bu deneysel çalışmalar sistemin üretim teknikleri ve özelliklerinin geliştirilmesi için yapılan kısmi yer değiştirmelerden ve katkılamalardan oluşmaktadır. Literatür araştırması yapıldığında dikkat çeken bazı çalışmalar özetlenmiştir. MgB_2 bileşiğine katkılama, pek çok bileşik ve atom ile yapılmıştır. Bu katkılamalardan bazılarına örnek verilecek olursa, (Aksan vd., 2006) kobalt katkısının MgB_2 sisteminde kritik sıcaklığı azalttığı, yapısal olarak da çok fazlı bir yapı ortaya çıkardığını belirlemişler ve ayrıca katkı miktarı arttıkça kritik sıcaklığın azaldığını, süperiletken faza geçişin giderek daha geniş sıcaklık aralıklarında gerçekleştiğini bulmuşlardır. Bir başka çalışma MgB_2 sistemine sıcak presleme yöntemiyle Fe_3O_4 katkısı yapılmıştır. 5-30 K sıcaklık aralığında %5 Fe_3O_4 katkılı MgB_2 sisteminde kritik akım yoğunluğunu 10^6 $A.cm^{-2}$ den daha yüksek bulmuşlardır. Dolayısıyla elde ettikleri sonuçlardan geniş ölçekli uygulamalar için Fe_3O_4 katkılı MgB_2 sisteminin uygun olduğu kanaatine varmışlardır (Qu vd. 2009). MgB_2 sisteminde yapılan çalışmalar içerisinde kritik akım yoğunluğunu arttıran en iyi malzemenin karbon ve karbon kaynaklı bileşikler olduğu için, pek çok araştırmacı sisteme katkılamayı bu doğrultuda yapmışlardır. Bu çalışmalardan bazıları ise; C. H. Cheng vd. $MgB_{2-x}C_x$ (x=0%, 5%, 8%, 10%) bileşimine sahip elmas nano parçacıklarının katkısını araştırmışlardır (Cheng

vd. 2003). Kritik sıcaklık değeri katkılama miktarıyla azalmış, fakat Hirr ve Jc değerleri artmıştır. Bu sonucun gözlenmesi elmas nano parçacıklarının bu bileşiklerde akı tuzaklama özelliklerinin artmasından kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Mikro yapısal analizlerde, elmas katkılanmış MgB_2 süperiletkeninin sıkı paketli MgB_2 nano grainler (≈50–100 nm) ve grainler içerisinde düzgün bir şekilde dağılmış elmas nano parcacıklarının (≈10-20 nm) varlığını gösterdiğini ifade etmişlerdir. Soltanian ve arkadaşları MgB2-xCx (x=0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 ve 0.4) sistemini hazırlayarak akı tuzaklama, örgü parametreleri, kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluk özellikleri incelenmiştir (Soltanian vd. 2003). Karbon iyonunun ortalama boyutunun (0.077nm) bor iyonundan (0.082nm) daha küçük olması nedeniyle a- parametresinde bir düşüş gözlenmiş, ancak c- ekseninde değişim gözlenmemiştir. 5, 10, 20 K sıcaklık değerindeki x=0.4 örneği hariç diğer örneklerde, katkısız MgB_2 örneğinin kritik akım değerinin üstünde bir değere sahip olduğu bulunmuş. Karbon katkısı kritik sıcaklığı düşürmüş ve Tc değerindeki düşüş az olup x=0,4 için 2.7 K olarak bulunmuştur. Ayrıca karbon yapıda magnezyum ile nano boyutta Mg_2C_3 ve MgB_2C_2 fazlarını oluşturmuştur. Sonuç olarak nano boyutta katkılamanın yüksek alanlarda akı tuzaklama özelliklerinin artışından sorumlu olduğu belirlenmiştir. S. Ueda ve grubu $Mg_{1-2x}B_2(Na_2CO_3)_x$ (x=0-0,1) sistemini incelemişlerdir (Ueda vd. 2004). Karbon kaynağı olarak sodyum karbonat kullanılmış. Na_2CO_3 miktarı x=0.055 katkı değerine kadar Jc değerini artırmış, aşırı katkıyla birlikte azalmıştır. Katkılamayla birlikte Tc' de düşüş gözlenmiştir. Küçük MgO parçacıkları ve karbon içeren lokal bölgeler $Mg(B,C)_2$ tuzaklama merkezleri gibi davranıp akı çivileme (Flux Pinning) kuvvetini artırmış, buna bağlı olarak da kritik akım yoğunluğu değerinde artış gözlenmiştir. x=0.055 örneği için Tc değeri azalmış (37.6 K) fakat 20 K de, 6T manyetik alanda en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu belirlenmiştir (Jc=3.8x10^5 A/cm2). Paranthaman ve arkadaşları $MgB_{2-X}C_X$ ($0 \le x \le 1$) yapısındaki örnekleri katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlayarak karbon katkılamasının MgB2 bulk süperiletkeni üzerine etkisini incelemişlerdir (Parathaman vd 2001). Hazırlanan örneklerin kristal yapıları hekzagonal olup kristal yapı parametrelerinin MgB_2'nin literatürdeki değerleriyle aynı olduğu bulunmuştur. Yapılan manyetik ölçümler saf ve karbon katılmış örnekler (x=0.05 ve 0.1) için Tc' nin başlangıç değerinin aynı olduğunu göstermektedir. MgB_2 sistemine bor ile kısmi yerdeğiştirme yapılarak farklı oranlarda (x= 0, 0.05, 0.1 ve 0.2) SiC katkılandırılmıştır. Katkısız MgB_2 sisteminin kritik sıcaklık değerini 37.5 K olarak bulunmuş, sisteme SiC katkı miktarı artmasıyla birlikte kritik sıcaklık değerinde azalma gözlemlemişlerdir. Yaptıkları çalışmada 3T ve 5K deki en yüksek kritik akım yoğunluğunu % 5 SiC katkılı örnekte 4x105 A.cm^{-2} olarak bulmuşlardır (Dilek vd. 2011). MgB_2 sistemine yapılan katkılar yalnızca katı malzemeler araştırılmayıp tel, şerit ve ince film gibi uygulamaya yönelik olarak da araştırılmıştır. Bunlara örnek olarak, Kim ve arkadaşları farklı bor ve malik asit ($C_4H_6O_5$) katkısının MgB_2 teline kritik akım yoğunluğuna etkisini

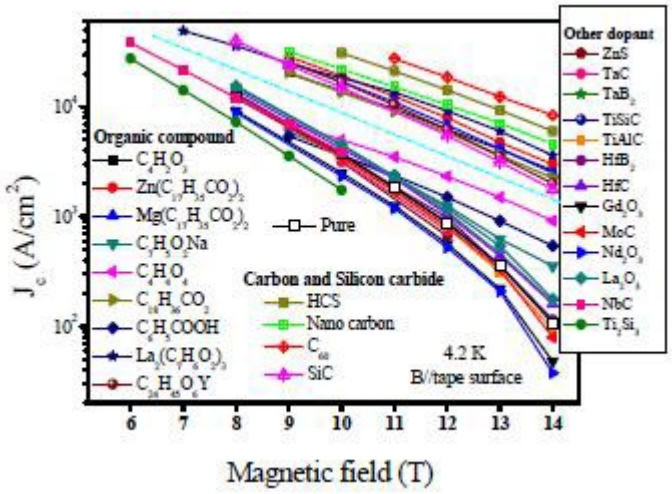
araştırmışlar. Yaptıkları çalışmada bor un farklı formlarında ki yapılarını MgB_2 tel üretiminde kullanmışlar ve en iyi kritik akım yoğunluğunu amorf bordan elde edilen sistemde gözlemlemişler. Ayrıca malik asit katkılı sistemin 6 T ve 4.2 K de ki kritik akım yoğunluğunu 100000 $A.cm^{-2}$ olarak ve aynı sıcaklık ve 10 T manyetik alanda ise 25000 $A.cm^{-2}$ olarak bulmuşlardır. Malik asit katkılı bu değerin saf MgB_2 sisteminden daha yüksek olduğunu, 5T ve 20 K deki kritik akım yoğunluğunu 13000 $A.cm^{-2}$ olarak bildirmişlerdir (Kim vd. 2010). Yine bir başka çalışmada demirin kılıf malzemesi olarak kullanılması durumunda MgB_2'un yapısı ve iletkenliği üzerine etkilerinin ne yönde değişeceği araştırılmıştır (Yan vd. 2003). Yapılan bu çalışmada magnezyum ve bor tozları kılıf içerisinde, 650-850 ^oC aralığındaki farklı sıcaklıklarda ve 2 ile 5 saat aralığında farklı sürelerde argon atmosferinde sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Demir kılıfın, malzemenin mikro yapısında görülen boşlukları azalttığı ve kritik akım yoğunluğunu 1T ve 15K'de, 10^4 $A.cm^{-2}$ olarak belirlemişlerdir. Soltanian ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada sinterleme suresinin ve sıcaklığın bakır, gümüş ve demir kılıflı MgB_2 şeritlerin kritik akım yoğunlukları üzerine etkisini araştırmışlardır (Soltanian vd. 2002). Bakır, gümüş ve demir kılıflar kullanarak PIT metodu ile MgB_2 şeritlerin Jc değerlerini M-H eğrilerinden faydalanarak Bean formülü yardımıyla hesaplamışlardır. 6 dakika sinterleme süreci için bakır ve gümüş kılıflı şeritlerin Jc değerleri daha uzun süren sinterleme sürecine oranla daha iyi sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir. Çünkü uzun suren ısıl işlemlerde MgB_2, bakır ile Cu_2Mg, gümüş ile Ag_3Mg fazlarını oluşturmaktadır. Elde edilen sonuçlardan çalışmada kullanılan kılıf malzemeleri içinde Fe' nin MgB_2 ile reaksiyona girmemesinden dolayı en iyi kılıf maddesi olduğunu belirtmişlerdir. Dolayısıyla sunulan proje çalışmalarımızda da kılıf malzemesi olarak demir kullanılmıştır. Kim vd. çalışmalarında yeni bir üretim metodu kullanarak MgB_2 tel elde etmişlerdir (Kim vd. 2011). Bor hazır olarak alınmamış olup, BCl_3 den kristal nano bor tozları radyo frekansı (RF) argon plazma kullanarak elde edilmiştir. Karbon katkısı direk sisteme dahil edilmemiş olup, metan gazı kullanarak (CH_4) RF plazma yöntemi ile sisteme dahil edilmiştir. Elde edilen karışım 5.5 mm iç çapı ve 9.5 mm dış çapı olan bir demir kılıf içerisine doldurularak 0.52 mm çapında tel elde edilinceye kadar çekilmiştir. Teller 3.5 mm boyutunda kesilmiş ve argon akışı altında 30 dk süresince 600-900 ^oC sıcaklık aralığındaki farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Elde edilen MgB_2/Fe telin kritik akım yoğunluğu, 10 T ve 4.2 K de 27000 A cm^{-2} olarak elde edilmiş. Karbon kaynağı olarak, malik asit ve SiC un kullanılmasıyla ve amorf bordan elde edilen MgB_2 telden daha iyi sonuçlar elde edildiği aynı grup tarafından rapor edilmiştir. Örneğin 650 ^oC de 30 dakika ısıl işlem görmüş MgB_2 telin, üst kritik alanının değerini 31 T olarak bulmuşlardır ki bu değer amorf bordan üretilen malik asit katkılı örneklerden %10 civarında daha yüksektir (27.6 T). Bir başka çalışma Ye vd. tarafından karbon ihtiva eden koronen ($C_{24}H_{12}$) ile pavezyum firması tarafından üretilen nano bor toz kullanılmıştır (Ye vd. 2014).

Bor tozları kaplanarak MgB_2 sistemi ile demir kılıflı tel PIT ve MID (Internal Mg diffusion) metodları kullanılarak üretilmiştir. Karbon kaynağı olarak kullanılan $C_{24}H_{12}$, MgB_2/Fe telindeki kritik akım yoğunluğunu arttırmıştır. Şekil 1.a da görüldüğü gibi farklı oranlardaki karbon, PIT metodu ile üretilen MgB_2 teli içine katkılanmış, 4,2 K de ve 8-10 T manyetik alan arasında, en yüksek kritik akım yoğunluğunun %10 C katkısında olduğunu belirlemişlerdir. Şekil 1.b de IMD metodu ile üretilen MgB_2/Fe teli için, yine farklı oranlarda karbon katkısı yapılmış, 4,2 K de ve 10-12 T manyetik alan arasında kritik akım yoğunluk değerleri incelendiğinde %5 karbon katkısının en yüksek değeri verdiğini göstermişlerdir.



Şekil 1. a) PIT metoduyla, b) IMD metoduyla üretilen, MgB_2 telinin 4.2 K de, manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğunun değişimi (Ye vd. 2014)

Farklı üretim ve katkılama yöntemleri ile en çok çalışılan konulardan birisi MgB_2 sistemine karbon katkısıdır. Sistemde karbon katkı miktarı arttıkça, geçiş sıcaklığının daha düşük sıcaklıklara kaydığı görülmektedir. Tc' deki azalmaya karşın, karbon katkısının belli bir değerine kadar kritik akım yoğunluğunu arttırdığı belirlenmiştir. Çalışmamızda borun karbon ile kapsüllenmesinin nedeni; şu ana kadar yapılan çalışmalarda, MgB_2 süperiletkeninin manyetik özelliklerini en fazla arttıran katkı malzemesinin karbon olmasından dolayıdır (Şekil 2).

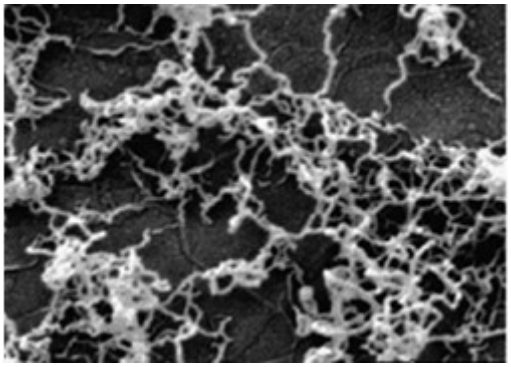


Şekil 2. MgB_2 ye farklı katkı malzemelerinin 4,2 K deki kritik akım yoğunluğu değerleri (Gao vd. 2010b)

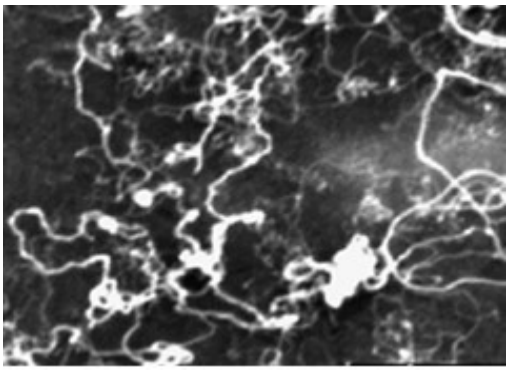
3. GEREÇ VE YÖNTEMLER

3.1 Amorf Bor Tozlarının CVD Metodu ile Karbon Kapsüllenmesi

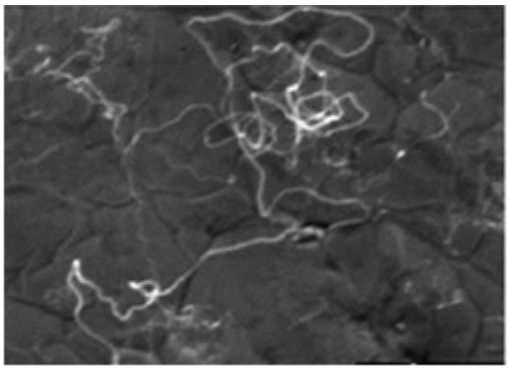
Amorf bor tozlarının CVD yöntemi ile karbon kapsüllenme işlemi için, uygun sıcaklık koşulunu belirlemek adına Fe katalizörü karbon kapsüllendi ve karbon kapsüllenen Fe numunelerinin SEM görüntülerine bakıldı. Ardından literatür taraması yapılarak, farklı numunelerin farklı sıcaklıklarda karbon kapsüllenmesi sonucu elde edilen karbon kapsüllenmiş numunelerin SEM görüntüleri karşılaştırıldı ve optimum sıcaklığın 700 ^{0}C olması kararlaştırıldı. Aşağıda farklı çalışmalardan alınmış CVD metoduyla farklı sıcaklıklarda karbon kapsüllenmiş numunelerin SEM görüntüleri literatür karşılaştırılması maksadı ile verilmiştir ve literatürde varolan nikel ve paslanmaz çelik örneklerinin SEM görüntülerinde de 700 ^{0}C' de karbon kapsülleme işleminin, karbon yapılarının daha çok oluşmasını sağladığı görülmüştür. Yapı içerisindeki karbon fazları lifler şeklinde kendini göstermektedir.



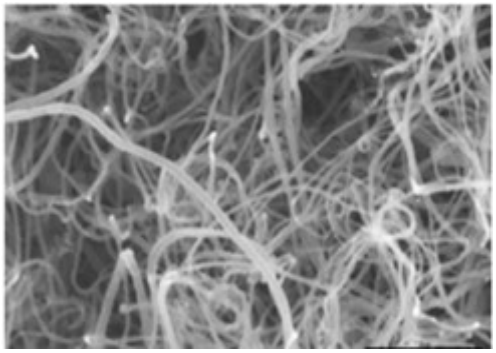
Şekil 3. 700^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü [9]



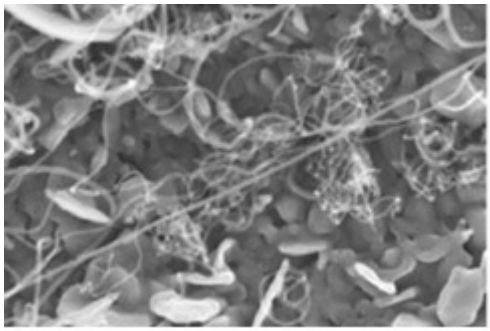
Şekil 4. 750 ^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü [9]



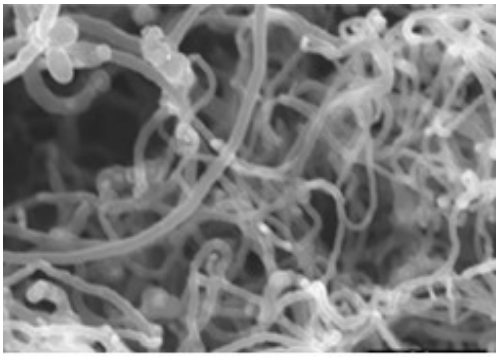
Şekil 5. 850 ^{0}C ‘de CVD metodu ile karbon kapsüllenmiş nikelin SEM görüntüsü [9]



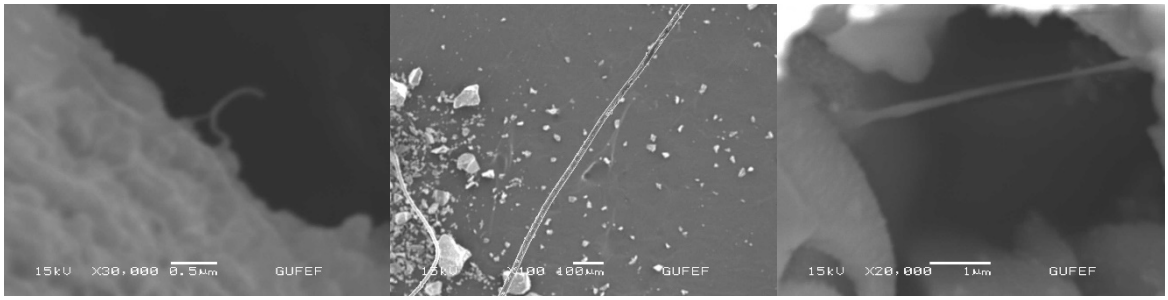
Şekil 6. 700^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü [3]



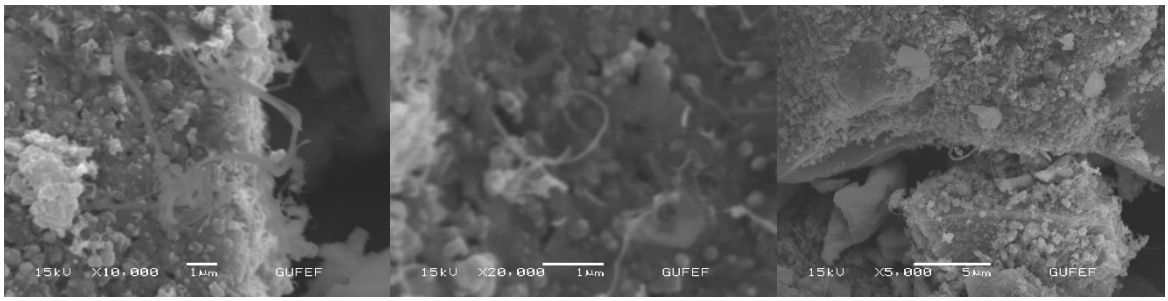
Şekil 7. 750 ^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü [3]



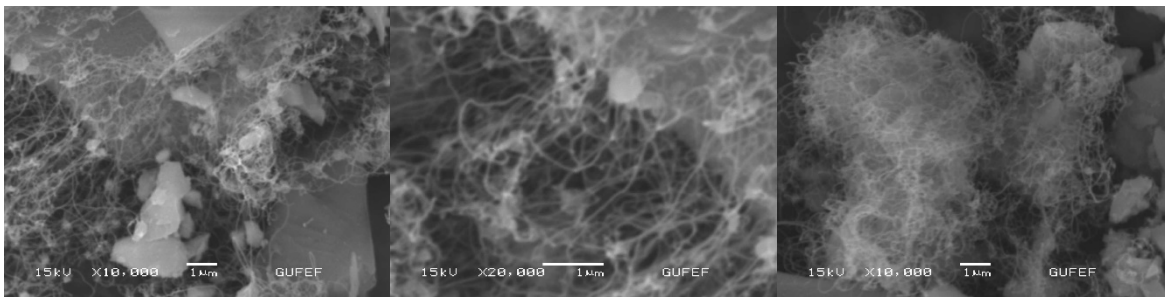
Şekil 8. 850 ^{0}C de CVD metoduyla karbon kapsüllenmiş paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü [3]



Şekil 9. 750 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri

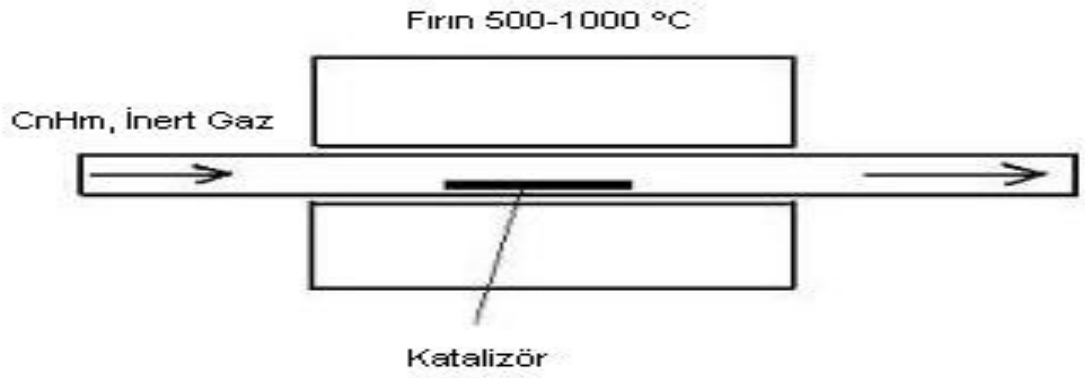


Şekil 10. 850 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri



Şekil 11. 700 ^{0}C ' de karbon kapsüllenmiş demirin SEM görüntüleri

Demire ait yukarıdaki SEM görüntülerinin literatür 3 ve 9 ile örtüştüğü görülerek reaksiyon için uygun sıcaklığın 700 ^{0}C olduğuna karar verildi. 700 ^{0}C, 750 ^{0}C ve 850 ^{0}C ' de yapılan karbon kapsüllemelerinin tamamında karbon yapıları görülse de, 700 ^{0}C sıcaklığında yapılan karbon kapsülleme işleminde karbon yapıları daha belirgin olarak görülmektedir. CVD metodu ile karbon kaplama deneyleri; genelde 500 ^{0}C altında ve 1000^{0}C' nin üzerinde olmamaktadır. Bunun sebebi 500 ^{0}C' nin altında kapsüllenmiş karbon fazları oluşmaması ve yüksek sıcaklıklarda da hedef malzemenin bozulma riskidir. Yapılan ön çalışmaların ardından, CVD metodu ile karbon kapsüllenme işlemi için, sıcaklığın 700 ^{0}C olmasına ve % 95-97 saflıkta amorf bor tozlarının kullanılacağına, hidrokarbon kaynağı olarak asetilen gazı, taşıyıcı gaz olarak Helyum ve Hidrojen gazını kullanılacağına, taşıyıcı gaz akışını 100 ml/dk, asetilen akış hızının 20 ml/dk olacağına karar verilerek; CVD sistemi ile 30 dk, 60dk ve 90 dk boyunca karbon kapsülleme deneyleri gerçekleştirildi.



Şekil 12. CVD yönteminin şematik gösterimi [28]

CVD yöntemi, hidrokarbon içeren gazın katalizör üzerinde birikimi olarak adlandırılabilir. En çok kullanılan hidrokarbon türleri etilen ve asetilendir. Bu gazlar 550–750°C arasında tüp reaktörde dekompoze olurlar[28]. Hidrokarbon gazı inert bir gazla yüksek sıcaklıkta reaktöre gönderilir. İnert gaz olarak genelde helyum kullanılır. Hidrokarbon birikimi sırasında katalizör üzerinde karbon nanotüpler büyür. Katalizör genelde yüksek sıcaklığa dayanabilen alümina tipi bir malzeme üzerine tutunur, bu çalışmada kullanılan alümina tipi kayığa, aşağıda ki şekilde gösterildiği gibi, kapsüllenmenin homojen olabilmesi açısından, amorf bor tozları olabildiğince ince bir tabaka şeklinde alimüna kayığa yayıldı.



Şekil 13. Amorf bor tozlarının yerleştirdiği alümina kayık

CVD metodunda Fe, Ni, Mg, Mn, Al, Zn, Cu veya Co gibi katalizörler kullanılır. Karbon yüksek sıcaklıklarda bu metaller içinde çözünmez ve nanotüp oluşturmak üzere çökelme meydana gelir[35]. Reaksiyon süresi ve sıcaklığı, karbon kaynağı ve derişimi, karbon kaynağının ve inert gazın akış hızı, kullanılan katalizör ve destek maddesi, ortam basıncı CVD yöntemine etki eden faktörlerdendir. Bu parametreler değiştirilerek elde edilen karbon nanotüplerin; kristalliği, çap dağılımı ve saflığı değiştirilebilir. Çalışmamızda bu değişkenleri

göz önünde bulundurarak optimum şartlarımızı belirlenerek, MgB_2 yapısının oluşumu için gerekli Bor ve Magnezyum miktarları sitokiyometrik oran hesabı ile aşağıdaki şekilde belirlendi.

Mg +2B→MgB_2 genel denkleminden yararlanarak periyodik tablodaki Mg ve B atom ağırlıklarını kullanıp hesaplamalar yapıldı.

Mg atom ağırlığı: 24.305 gr

Bor atom ağırlığı:10.81 gr

Bu değerlerle 10 gr bileşik için kullanacak miktar hesaplanabilir.

Mg +2B→MgB_2

(24.305)+2.(10.81)=45.925 gr toplam bileşik varsa 10 gr için orantı kurulabilir.

45.925 gr bileşikte	24.305 gr Mg varsa
10 gr bileşikte	5.292324 gr Mg vardır
45.925 gr bileşikte	21.62 gr B varsa
10 gr bileşikte	4.707675 gr B vardır

O halde 10 gr bileşikte 5,292324 gr Mg ve 4.707675 gr B vardır.

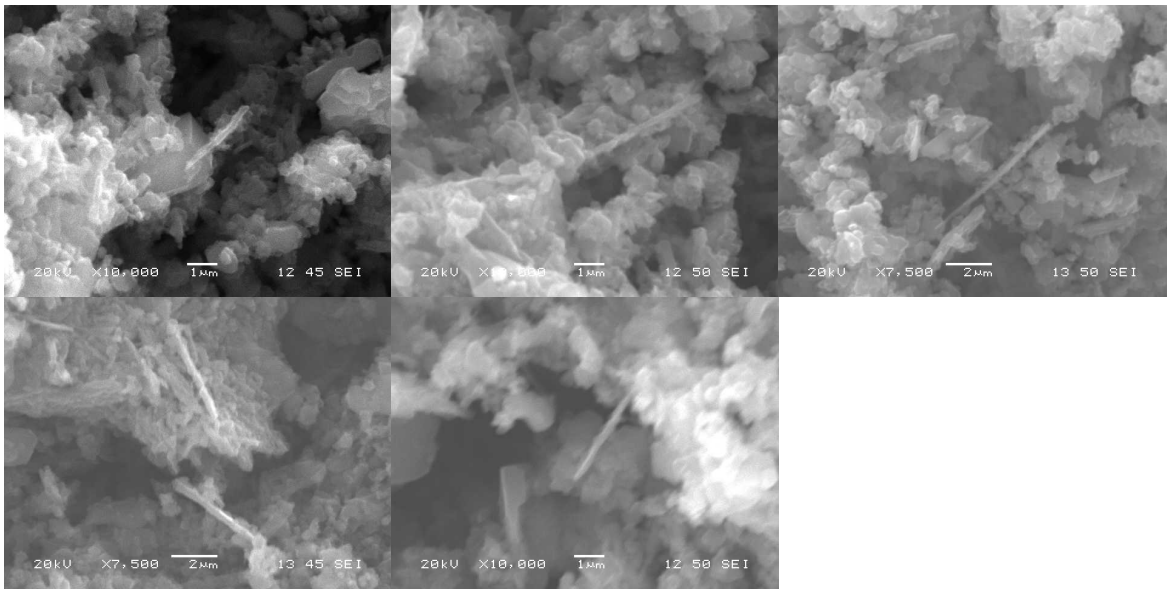
Yukarıda belirtilen sitokiyometrik hesapla bulunan bor kütlesi, aşağıda resmedilen sistem ile belirlenen optimum şartlar altında; 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika boyunca, Ankara Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuarı'nda, CVD metoduyla karbon kapsüllendi.



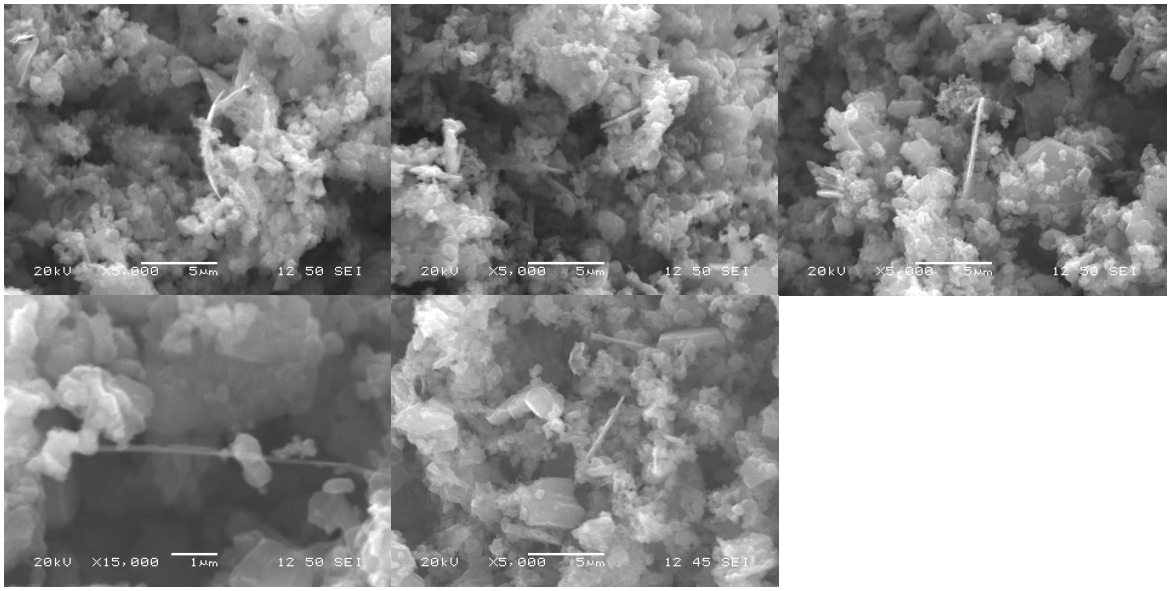
Şekil 14. CVD sistemi

700 ^{0}C' de yapılan deneylerden sonra elde edilen karbon kapsüllenmiş bor numunelerinin yüzeyleri üzerinde karbon fazlarının homojen dağılıp dağılmadığını belirlemek amacı ile SEM

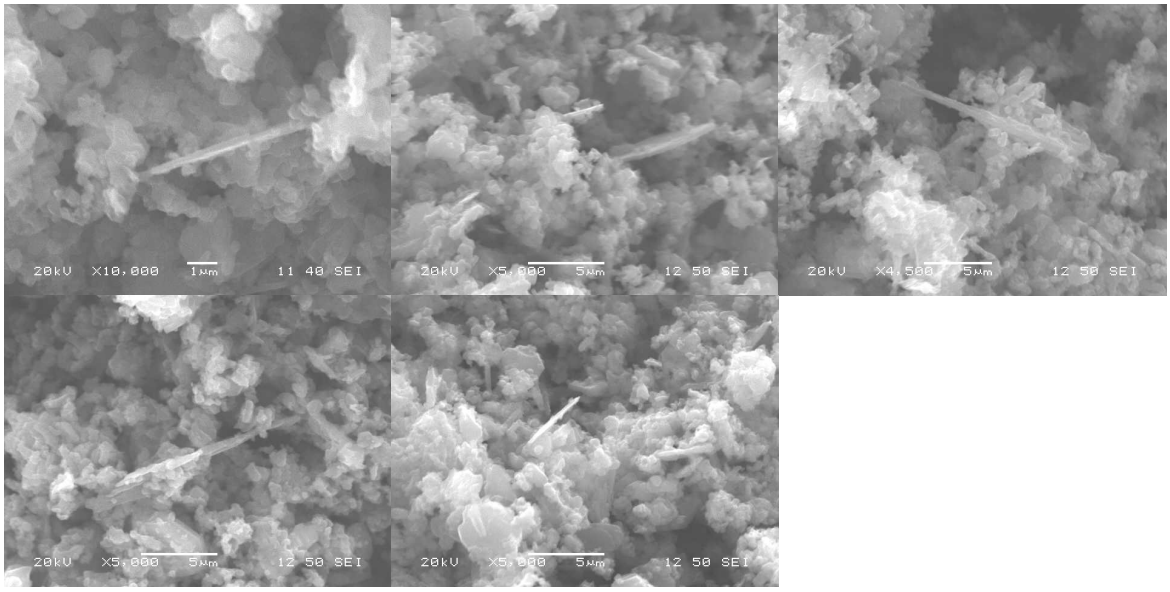
görüntülerine bakıldı. Aşağıda SEM görüntülerinden belirtildiği gibi yapı içerinde karbon fazlar gözlemlendi. Karbon fazları ipliksi yapılar tarzında kendini göstermektedir. 700 ^{0}C' de 30-60 ve 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen bor numunelerinin, SEM görüntülerine bakıldığında karbon yapılarının en azı 30 dk lık işlem sonucunda oluşurken, en yoğun olanı ise 90 dk'lık işlem sonucunda görülmektedir. Bu durum, belli bir doygunluk seviyesine kadar CVD yöntemi ile karbon kapsülleme işleminde, deney süresinin karbon yapısının oluşumunda doğru orantı arz ettiğini göstermektedir. Bu durum tablo 2' de elementel analiz sonuçları ile de desteklenmektedir. Elementel analizleri ODTÜ, Merkez laboratuarında yapılmıştır. Elementel analiz sonucunda 700 ^{0}C sıcaklığında 30 dk lık karbon kapsüllenme deneyinde karbon oranı % 5.98, 700 ^{0}C sıcaklığında 60 dklık karbon kapsüllenme deneyinde karbon oranı % 7.79, 700 ^{0}C sıcaklığında 90 dk lık karbon kapsüllenme deneyinde ise karbon oranı % 14.70 olarak bulunmuştur.



Şekil 15. 700 ^{0}C' de, 30 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri



Şekil 16. 700 ^{0}C' de, 60 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri



Şekil 17. 700 ^{0}C' de, 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının SEM görüntüleri

Ön çalışma kapsamında eklemiş olduğumuz demir, nikel ve paslanmaz çelik örneklerinin SEM görüntülerinde olduğu gibi borun karbon kapsüllenmesinde de 700 ^{o}C' de her bir deney süresinde karbon yapıları belirgin olarak görülmektedir. Reaksiyon süresi, reaksiyon sıcaklığı, karbon kaynağı olarak kullanılan gazın ve inert gazın akış hızı, karbon nanotüp sentezinin şartlarını optimize etmek ve kaliteli bir üretim yapmak maksadı ile oldukça önemli parametrelerdir[8]. Bu parametreler deneysel şartları optimize edilecek şekilde ayarlandı[32].

Bu çalışmada da deneysel şartların optimize edilme basamağı için deney süreleri olan 30, 60 ve 90 dk 'nın hangisinde karbon yüzdeliğinin fazla olduğunu görebilmek adına, ön çalışmamızda literatür karşılaştırması ile belirlenen optimum sıcaklık olan, 700 ^{o}C sıcaklıkta 30, 60 ve 90 dk boyunca karbon kapsüllenmiş numunelerin elementel analizi yapıldı. Bu bağlamda aşağıda tabloda da gösterildiği gibi, 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen numunede en yoğun karbon oranı gözlemlendi.

Tablo 2. CVD yöntem ile karbon kapsüllenen amorf bor tozlarının elementel analiz sonuçları

	C (%)	H (%)	N(%)	S (%)
700 ^{0}C 30 dklık deney	5,98	0,23	0,47	---------
700 ^{0}C 60 dklık deney	7,79	0,26	0,41	---------
700 ^{0}C 90 dklık deney	14,70	0,34	----------	---------

3.2 Karbon Kapsüllenmiş Amorf Bor Tozları ile Magnezyum Tozlarının Karıştırılması

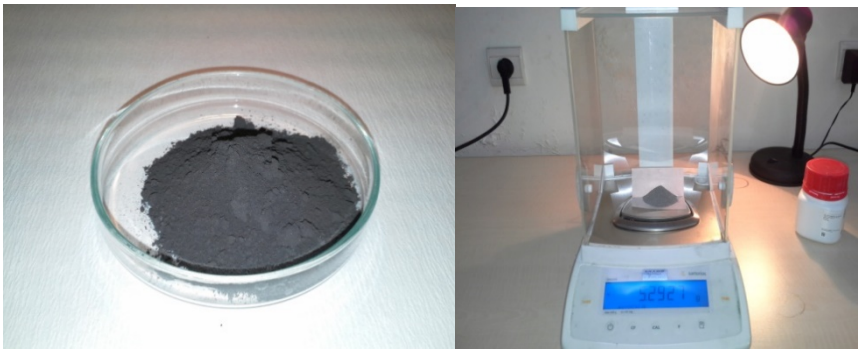
Sitokiyometrik oran ile belirlenen magnezyum ve karbon kapsüllenmiş bor tozları, $MgB_{2-x}C_x$ olacak şekilde tartıldı. Tartılan tozların homojen karışım olabilmesi için karıştırıcıya yerleştirildi.



Şekil 18. Otomatik karıştırıcı

Karıştırıcıda iki adet hazne ve her bir haznede karışımı homojenleştirmek amacı ile bulunan 12’ şer bilye bulunmaktadır. Haznenin birisine belirlenen miktar olan Mg ve karbon kapsüllü bordan 10 gr olacak şekilde konuldu ve diğer hazneye de eşit miktarda (10 gr) tuz konuldu. Her bir hazneye 12 adet agad bilyeler yerleştirilip tozlar 750 rpm karışma hızında, 60 dakika

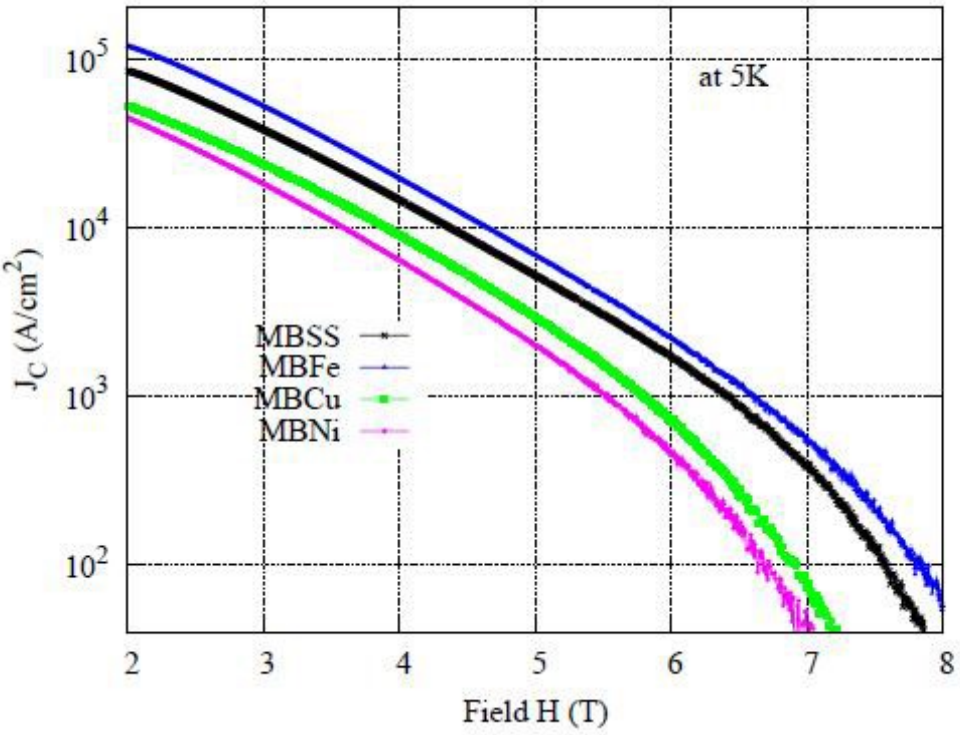
boyunca karıştırıldı. Ardından haznelerdeki homojen karışım tozu alınarak karıştırma işlemi esnasında toz miktarında kayıp oluşup oluşmadığını kontrol etmek açısından yeniden tartıldı ve karışım tozlarında herhangi bir azalma görülmedi.



Şekil 19. Karıştırılmadan sonra alınan magnezyum ve karbon kapsüllü bor tozları ve hassas tartı

3.3 Elde Edilen Toz Karışımının İn-Sitü (PIT) Yöntemi İle Demir Kılıf içerisine Doldurulması

Yapılan çalışmalarda, MgB_2 tel üretimi için, toz numune karışımı demir kılıf malzemesi kullanılarak PIT tekniği ile gerçekleştirilmektedir. Bu metodun düşük maliyetli ve kolayca şekillendirilmesi gibi bazı avantajları vardır. Burada yüksek sıcaklıklardaki MgB_2 toz örneğinin, magnezyumun düşük sıcaklıkta erimesinden dolayı (650 ^oC) metalik tüp ile reaksiyona girmemesine dikkat edilmelidir. Aksi takdirde elde edilecek örneğinin süperiletkenlik özellikleri olumsuz yönde etkilenebilmektedir. Dolayısıyla çalışmalarımızda daha yüksek akım yoğunluğuna sahip olan MgB_2 sistemimizde kılıf malzemesi olarak demir kullanılacaktır. Şekil 20 incelendiğinde 5 K deki kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı olarak değişimini gösteren grafikte en yüksek akım yoğunluğuna sahip kılıf malzemesinin demir olduğu görülmektedir (Soltanian vd. 2002).



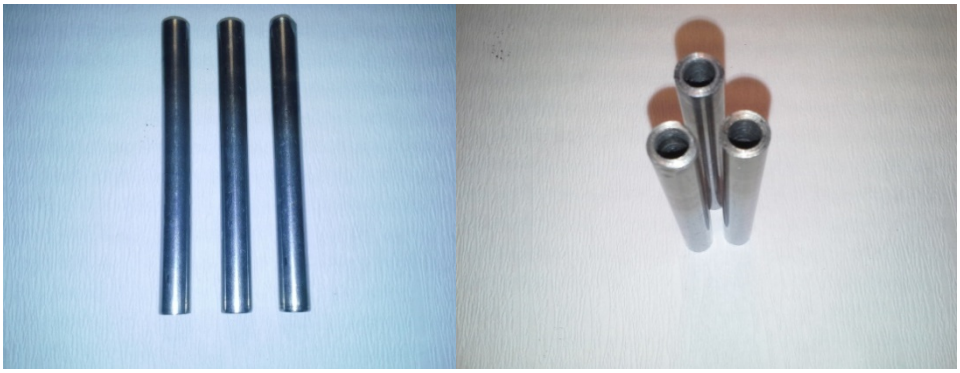
Şekil 20. Farklı kılıf malzemesi için 5K deki manyetik alana bağlı olarak kritik akım yoğunluğunun değişimi

Soltanian ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada sinterleme süresinin ve sıcaklığın bakır, gümüş ve demir kılıflı MgB_2 şeritlerin kritik akım yoğunlukları üzerine etkisini araştırmışlardır (Soltanian vd. 2002). Bakır, gümüş ve demir kılıflar kullanarak PIT metodu ile MgB_2 şeritlerin J_c değerlerini M-H eğrilerinden faydalanarak Bean formülü yardımıyla hesaplamışlardır. 6 dakika sinterleme süreci için bakır ve gümüş kılıflı şeritlerin J_c değerleri daha uzun suren sinterleme sürecine oranla daha iyi sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir. Çünkü uzun suren ısıl işlemlerde MgB_2, bakır ile Cu_2Mg, gümüş ile Ag_3Mg fazlarını oluşturmaktadır. Elde edilen sonuçlardan çalışmada kullanılan kılıf malzemeleri içinde Fe' nin MgB_2 ile reaksiyona girmemesinden dolayı en iyi kılıf maddesi olduğunu belirtmişlerdir. Dolayısıyla proje çalışmalarımızda da kılıf malzemesi olarak demir kullanılmıştır. Tablo 3 te farklı kılıf materyallerin farklı sıcaklıklarda Mg/B ile reaksiyon durumları ve kritik akım yoğunlukları gösterilmiştir. Bu tablodan da anlaşıldığı üzere PIT metodu ile yapılacak en doğru kılıf materyal demirdir.

Tablo 3. Farklı kılıf malzemelerinin farklı sıcaklıklardaki Mg/B reaksiyonu ve kritik akım yoğunluğu değerleri (Gao vd. 2010)

	Isıl İşlem Sıcaklığı						5 K'de	
Kılıf Malzemesi	600 °C	675 °C	750 °C	825 °C	900 °C	Tc (K)	J_c, 2T, (A/cm^2) ($x10^4$)	J_c, 2T, (A/cm^2) ($x10^4$)
MgB_2/Ag	$Ag_{0.24}Mg_{0.76}$	$Ag_{0.24}Mg_{0.76}$	$Ag_{0.24}Mg_{0.76}$	MgAg	MgAg			
MgB_2/Cu	Mg_2Cu	Mg_2Cu	Mg_2Cu	$MgCu_2$	$MgCu_2$	38.3	5.2	2.9
MgB_2/Fe	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Fe_2B	38.2	11.8	6.8
MgB_2/Ni	Mg_2Ni, $MgNi_{2.5}Bi_2$	$MgNi_{2.5}Bi_2$	$MgNi_{2.5}Bi_2$	$MgNi_{2.5}Bi_2$	$MgNi_{2.5}Bi_2$	37.8	4.5	2.0
MgB_2/SS	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	38.5	8.5	5.2
MgB_2/Ta	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor	Reaksiyona Girmiyor			

Kılıf malzemenin demir olmasına karar verildikten sonra 10 cm uzunluğunda, 8 cm derinliğinde, 10 mm çapında, 2 mm et kalınlığında 3 adet dikişsiz hidrolik demiri, in-sitü yöntemi için hazırlandı.



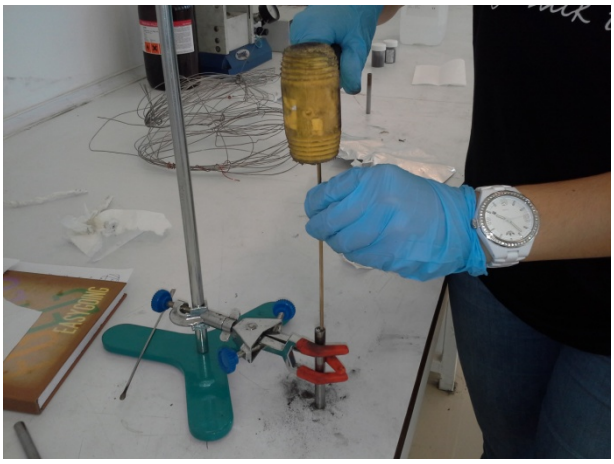
Şekil 21. Hazırlanan demir kılıf malzeme

Demir kılıfın bir ucu 2 cm dolacak şekilde alüminyum folyo ile kapatıldı ve dik bir şekilde sabitlenerek homojen karışım haline getirilen magnezyum ve karbon kapsüllenmiş bor tozları dolduruldu. MgB_2/Fe tel çekme işlemleri Ankara Üniversitesi Süperiletken Teknolojileri Uygulama ve Araştırma Merkezinde gerçekleştirildi.



Şekil 22. Sabitlenmiş demir kılıf malzeme

Demir kılıf materyal sabitlendikten sonra, homojen toz karışım, demir kılıfa eşit miktarda doldurularak bir çekiç yardımı ile içeri sıkıştırıldı. Burada dikkat edilecek ayrıntı, her çekiçleme öncesinde koyduğumuz toz miktarı ile çekiçle vurma sayımızın eşit olmasıdır. Örneğin 1 gr toz konulup ardından 5 çekiç darbesi vuruluyorsa, bir sonraki toz miktarı ve çekiç darbesi de 1 gr toz ve 5 çekiç darbesi olmalıdır.



Şekil 23. Çekiç yardımı ile tozun demir kılıf malzemeye doldurulması

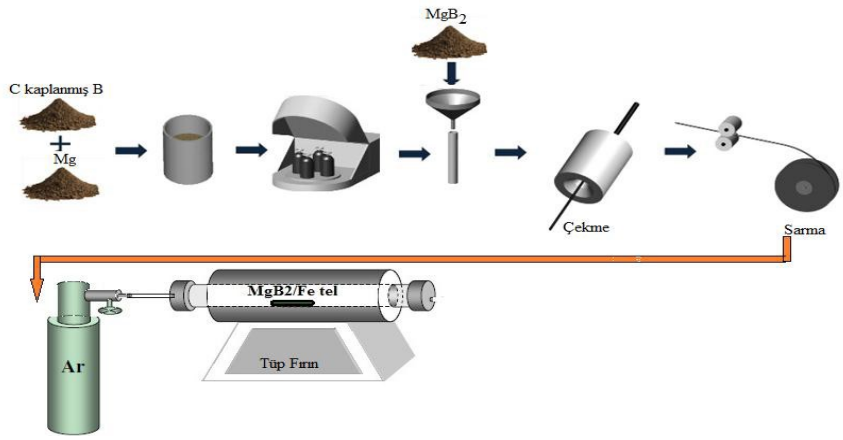
Doldurma işlemi tamamladıktan sonra demir kılıf malzemenin açık uçlu kısmına alüminyum doldurularak her iki ucu kapalı hale getirilip soğuk çekme işlemine hazır hale getirilmiştir.



Şekil 24. Açık ucu alüminyum folyo ile kapatılmış demir kılıf malzeme

3.4 İn-Situ Yöntemi ile Hazırlanan Demir Kılıf Malzemenin Soğuk Çekme İşlemi

Şekil 25' te MgB_2/Fe tel üretim aşaması basamaklar halinde detaylı bir şekilde gösterilmiştir. Bor farklı metotlarla karbon kapsüllenebilmektir. Projemiz kapsamında CVD yöntemi ile karbon kapsüllenme işlemi yapıldıktan sonra, karbon kapsüllenmiş amorf bor tozları belli sitokiyometrik oran ile magnezyum tozları ile karıştırıldı. Ardından CVD yöntemi ile 700 ºC' de 30 dk, 60 dk ve 90 dk boyunca karbon kapsüllenen bor tozları ile magnezyumdan oluşan karışımlar, in-sitü metodu ile ayrı ayrı 3 demir kılıf materyale dolduruldu ve soğuk çekme aşamasına gelindi. Bu aşamadan sonra argon gazı altında yatay fırında tellerin sinterlenmesine geçilecektir.10 cm uzunluğundaki demir kılıf materyaller aşağıda resmedilen yivli merdane yardımı ile uç kısımları bir miktar ezilip incelemesi amacı ile sıkıştırıldı.



Şekil 25. MgB_2/Fe tel üretim aşamaları



Şekil 26. Yivli merdane

Ucu sivriltildikten sonra soğuk çekme makinesinde herbiri farklı çaplara sahip soğuk çekme kalıpları yardımı ile inceltilerek uzatıldı. Öncelikle şekil 27' de gösterilen soğuk çekme kalıplarından, çapı 9.8 mm' lik kalıptan geçirildi ve daha sonra kademeli olarak 0.2 mm azalışlarla farklı kalıplardan geçirilerek, tüm teller 1.2 mm çapına ulaşıncaya kadar çekilerek uzatıldı. Bu işlem için şekil 28' deki soğuk çekme makinesi kullanıldı.



Şekil 27. Soğuk çekme kalıpları



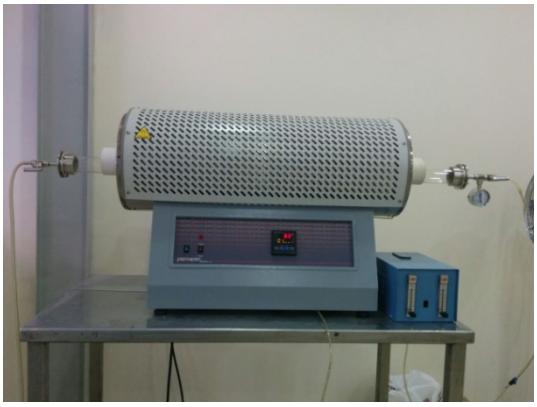
Şekil 28. Soğuk çekme makinesi



Şekil 29. Soğuk çekme makinesinde uzatılan tel görüntüsü

3.5 Çekilen Tellerin Sinterlenmesi

Soğuk çekme işlemi ile uzatılan tel 5 cm uzunluğunda kesilerek 0.02 mm kalınlığındaki zirkonyum folyo içine konulup 0.05 mm çaplı neobyum tel ile sarılarak argon atmosferi altında kuartz boru içinde farklı sıcaklıklarda (600, 650, 700, 750, 800^{o}C) 30 dakika sinterlenmiştir. Fırın içindeki kuartz boru içerisindeki hava ortamının giderilmesi için vakumlama işlemi yapıldı. Kuartz borunun içerisindeki ortam belirli bir sure vakumlandıktan sonra ortama %99.99 (spektroskobik) saflıkta Ar gazı verilip tekrar vakumlama işlemi uygulanmıştır. Bu işlem birkaç kez tekrarlanarak kuartz boru içerisindeki hava tamamen uzaklaştırılıp Ar atmosferi oluşturulmuştur.



Şekil 30. Yatay fırın

3.6 Sinterlenen Tellerin İçinden Toz Numunenin Alınması

Her biri 5 cm olacak şekilde ayrılan teller bir mengeneye sıkıştırıldı ve farklı taş kalınlıklarında demir egelerle tellerin yüzeyleri bir miktar aşındırıldı. Soyulan yüzeylerden toz numuneler bir toplu iğne ile kazınarak saklama kaplarına biriktirildi. Ve daha sonra toz numunelerimiz XRD, DTA-TG ve manyetik karakterizasyon işlemi için gruplandırıldı.

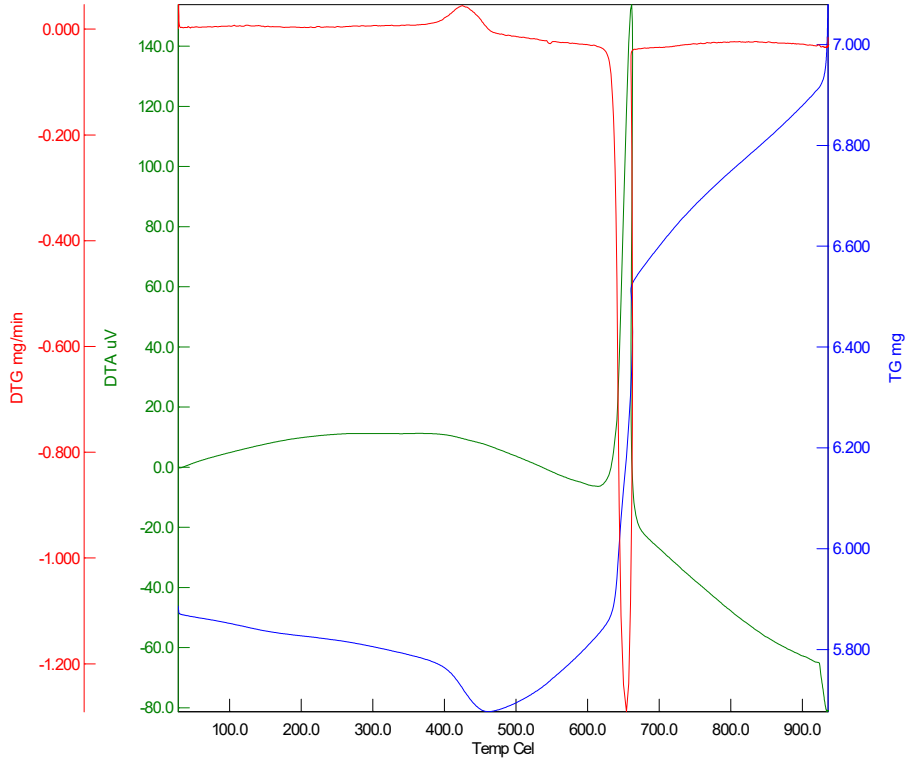
4. BULGULAR VE TARTIŞMALAR

4.1 DTA-TGA Analiz Sonuçları

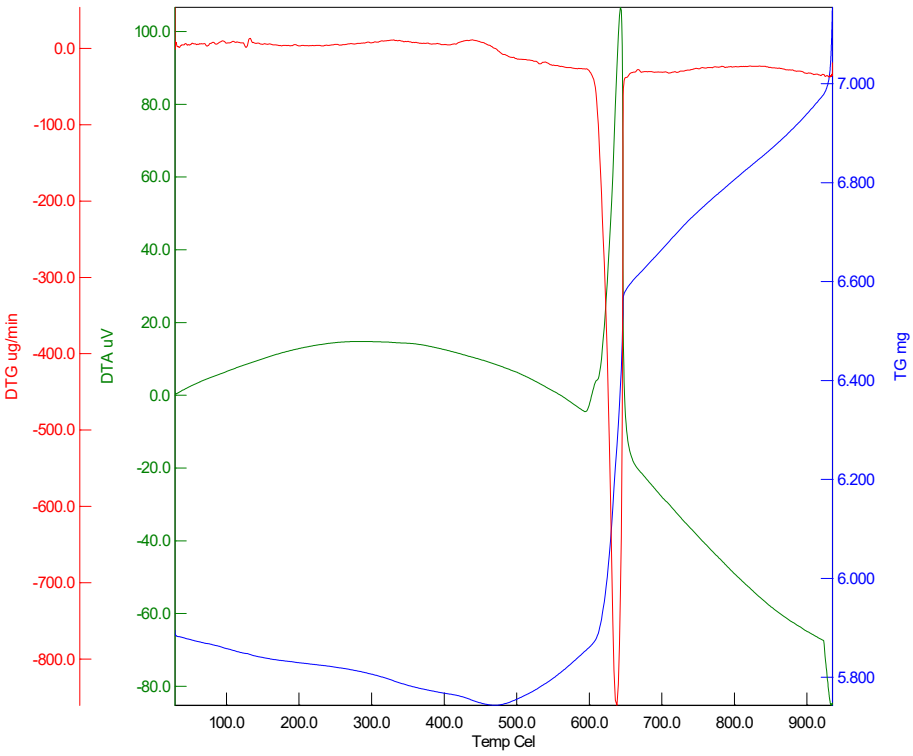
Mg-B sistemi için,650 ^{o}C' nin altında katı-katı dengesi ve 650 ^{o}C'nin üzerinde ise sıvı-gaz-katı dengesi vardır. MgB_2 yapısının oluşması için öncelikle magnezyumun erimesi ve ardından yükselen sıcaklıklarla bor ile reaksiyona girmesi gerekmektedir. Genel DTA grafik yorumlaması ile aşağı yönlü ilk keskin pik endotermik, yukarı yönlü ilk keskin pik ise egzotermik pik olarak değerlendirilirse, aşağıdaki iki genel denklem ile magnezyum ve borun faz dönüşümleri özetlenebilir.

Endotermik pik halinde;Mg(katı) $\longrightarrow$ Mg(sıvı)

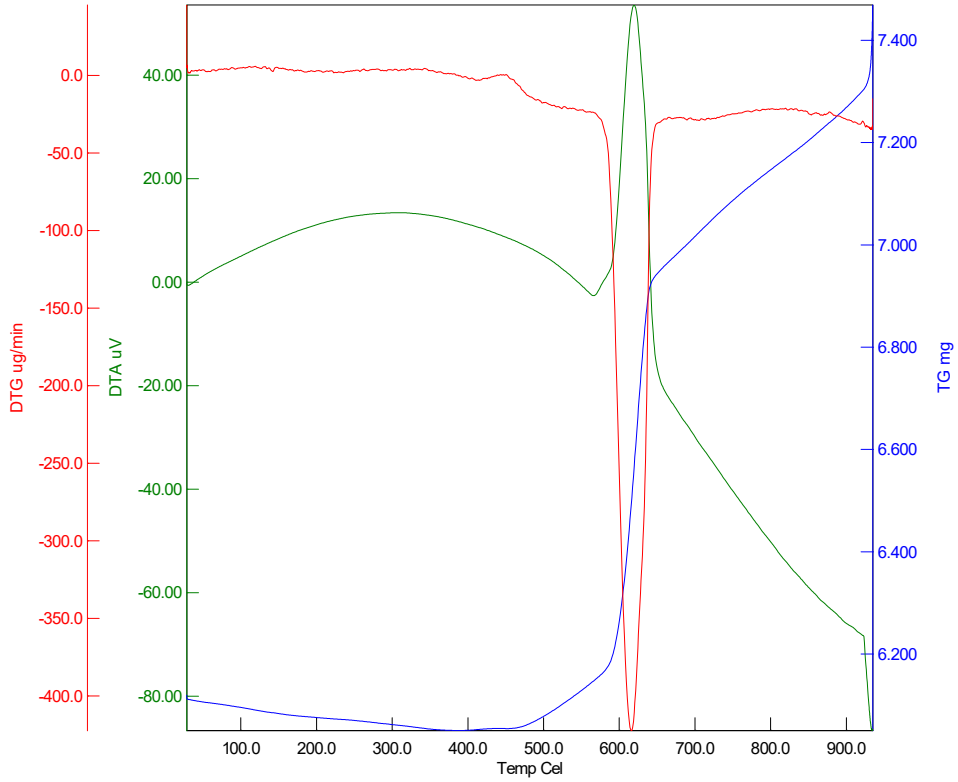
Egzotermik pik halinde;Mg(sıvı)+2B(katı) $\longrightarrow$ MgB_2



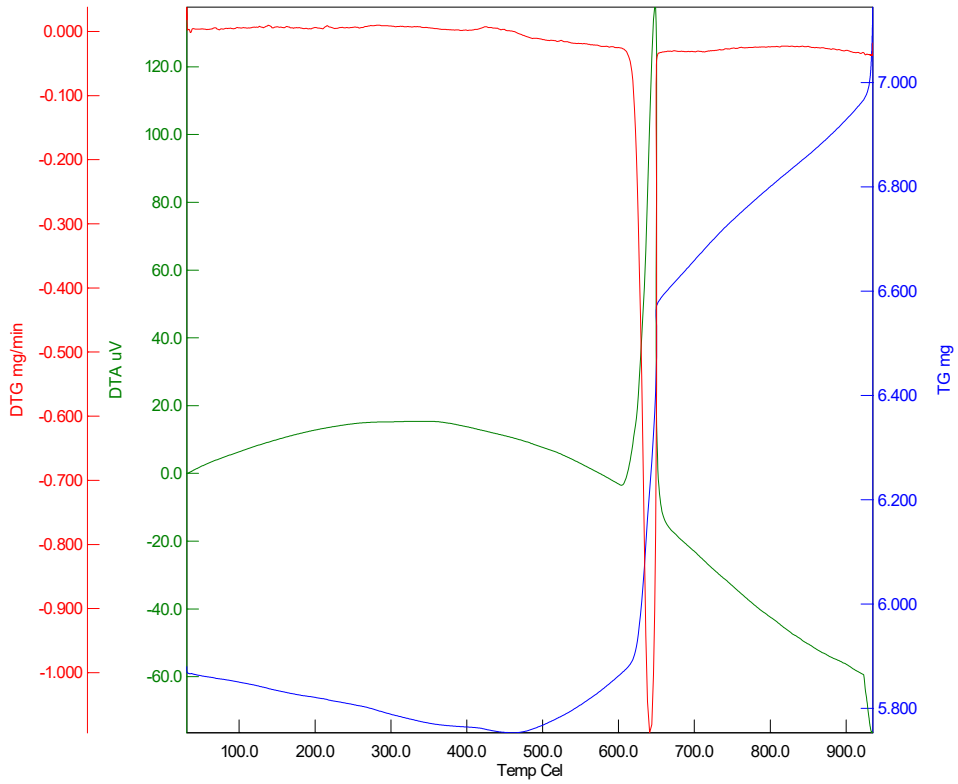
Şekil 31. 30 Dakika boyunca 600 ^{0}C'de sinterlenen numune



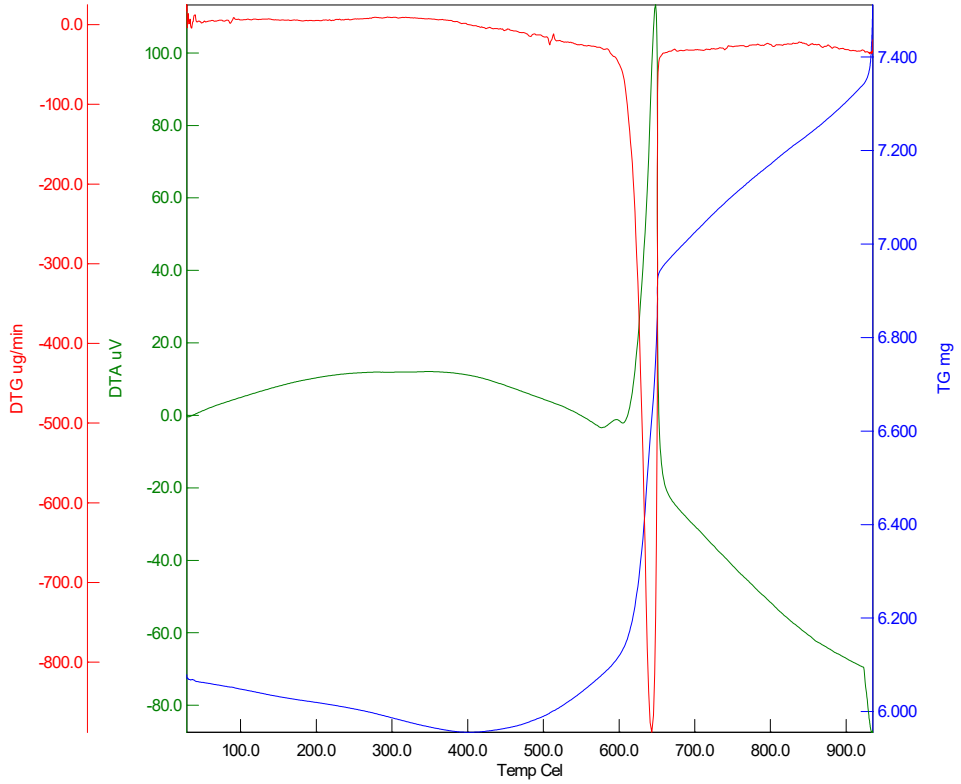
Şekil 32. 90 Dakika boyunca 600 ^{0}C'de sinterlenen numune



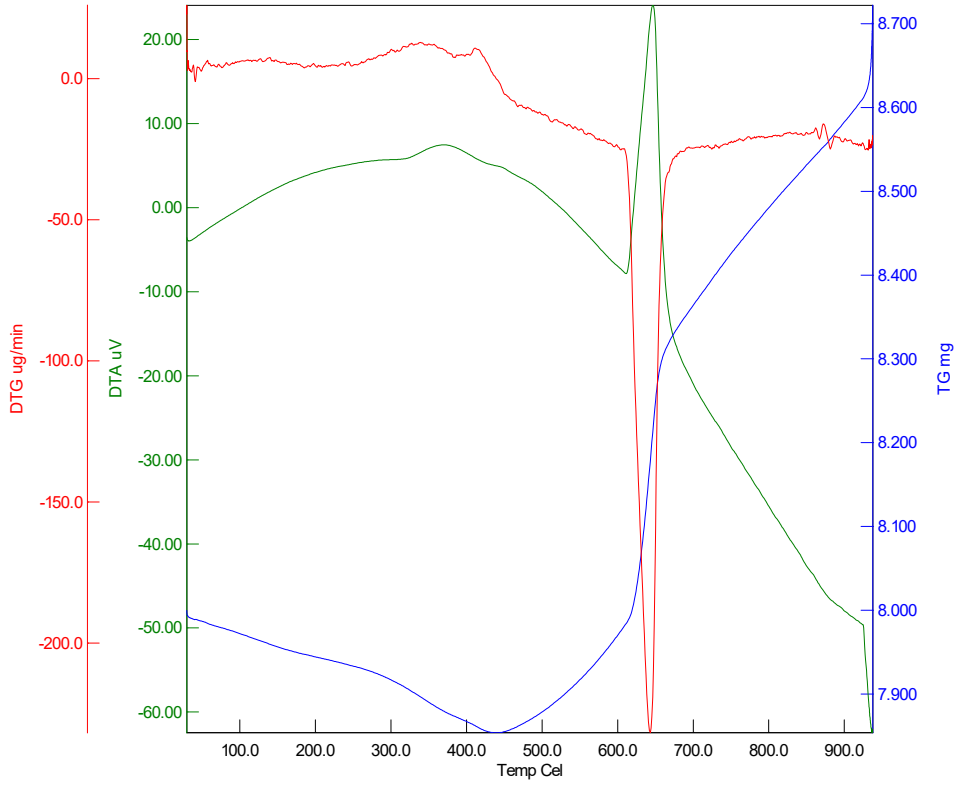
Şekil 33. 30 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune



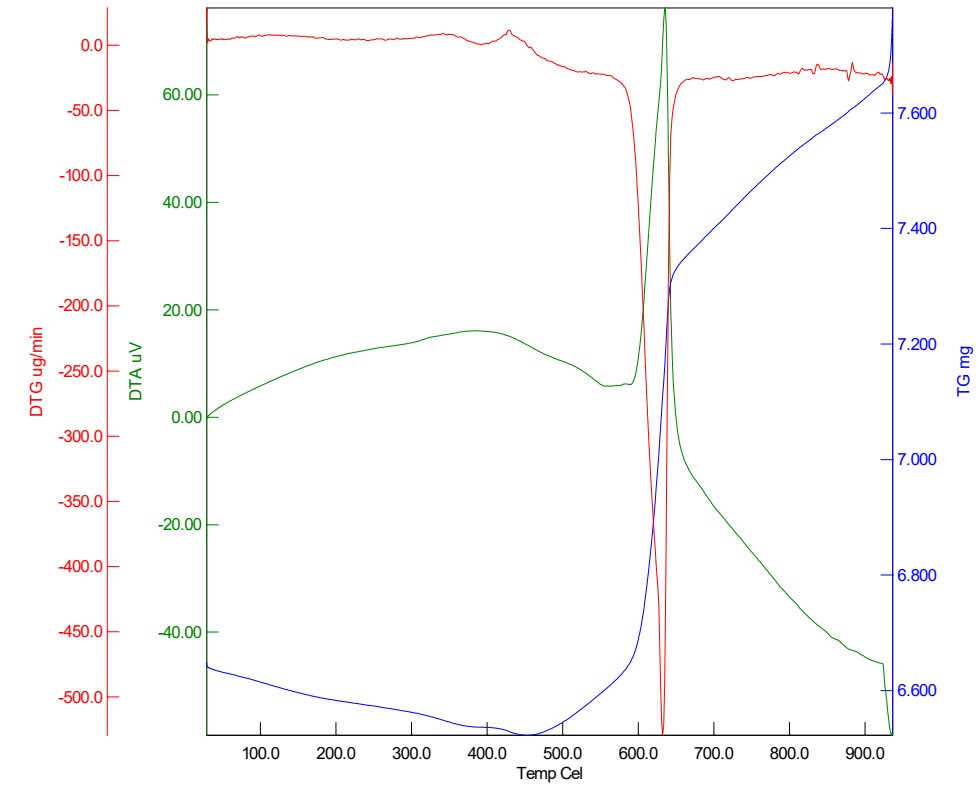
Şekil 34. 60 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune



Şekil 35. 90 Dakika boyunca 650 ^{0}C'de sinterlenen numune

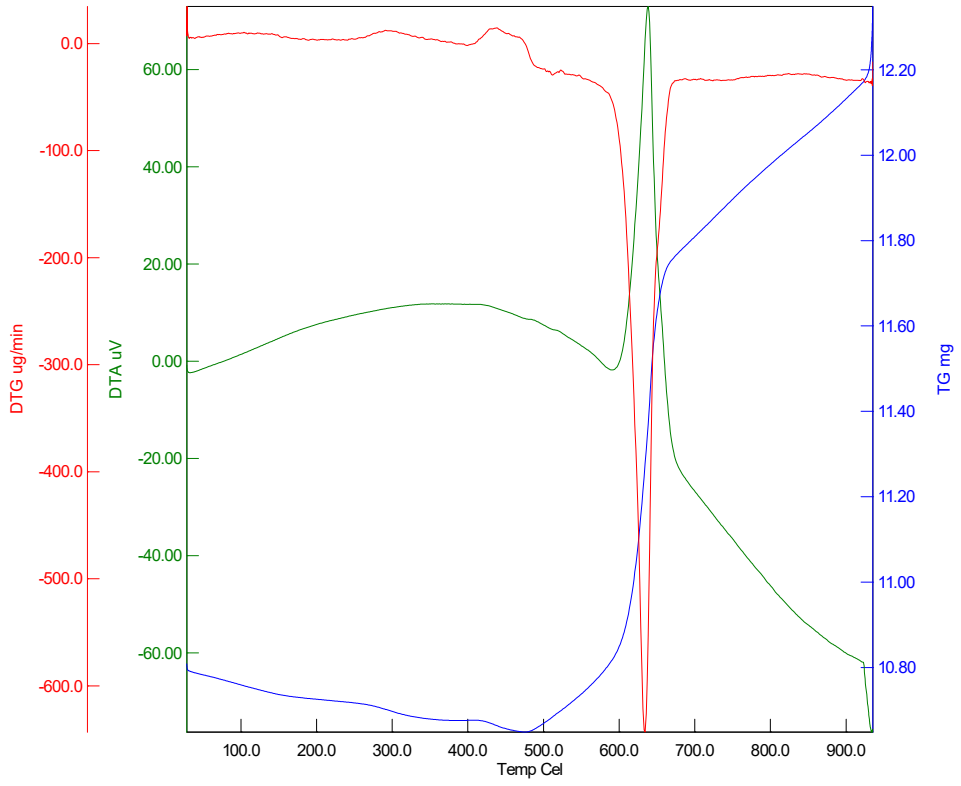


Şekil 36. 30 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune

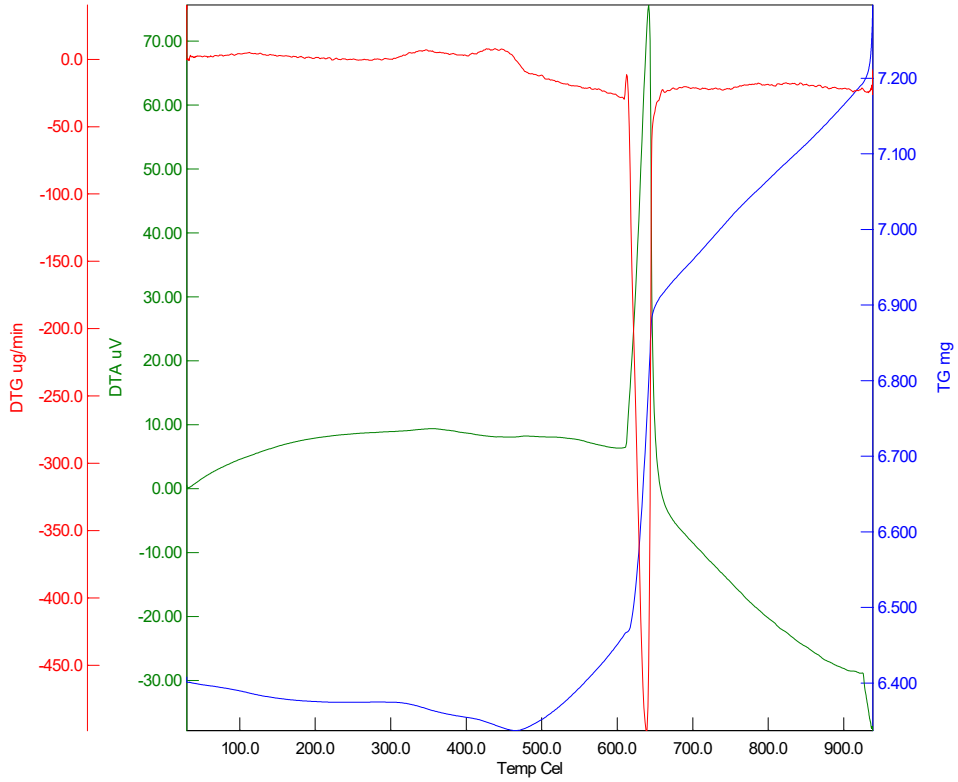


.

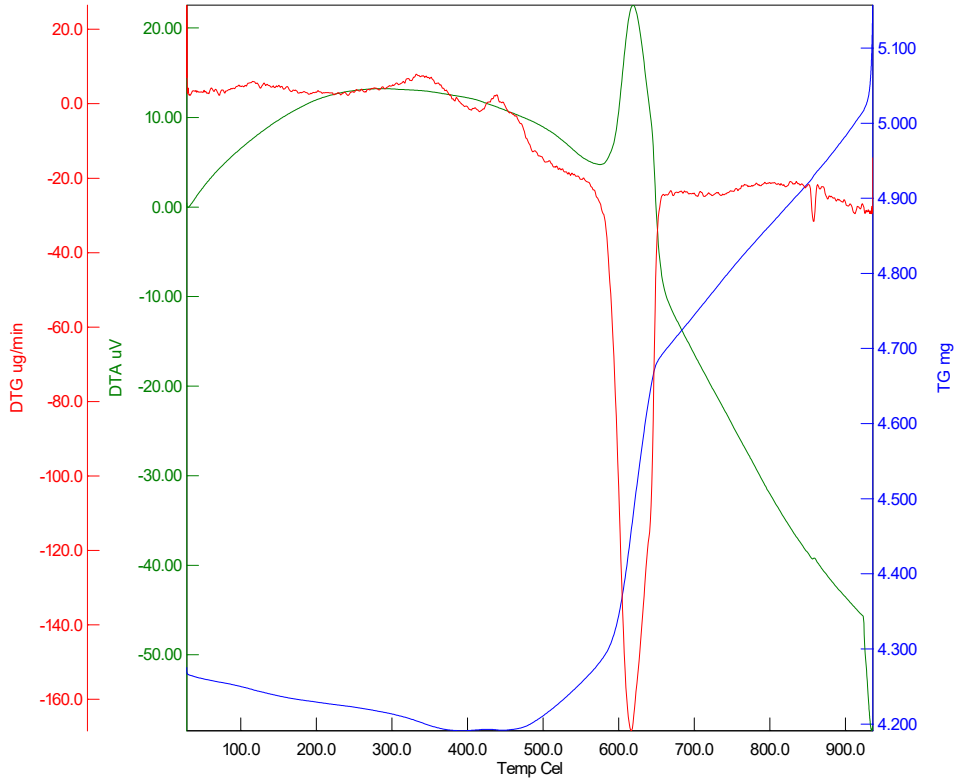
Şekil 37. 60 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune



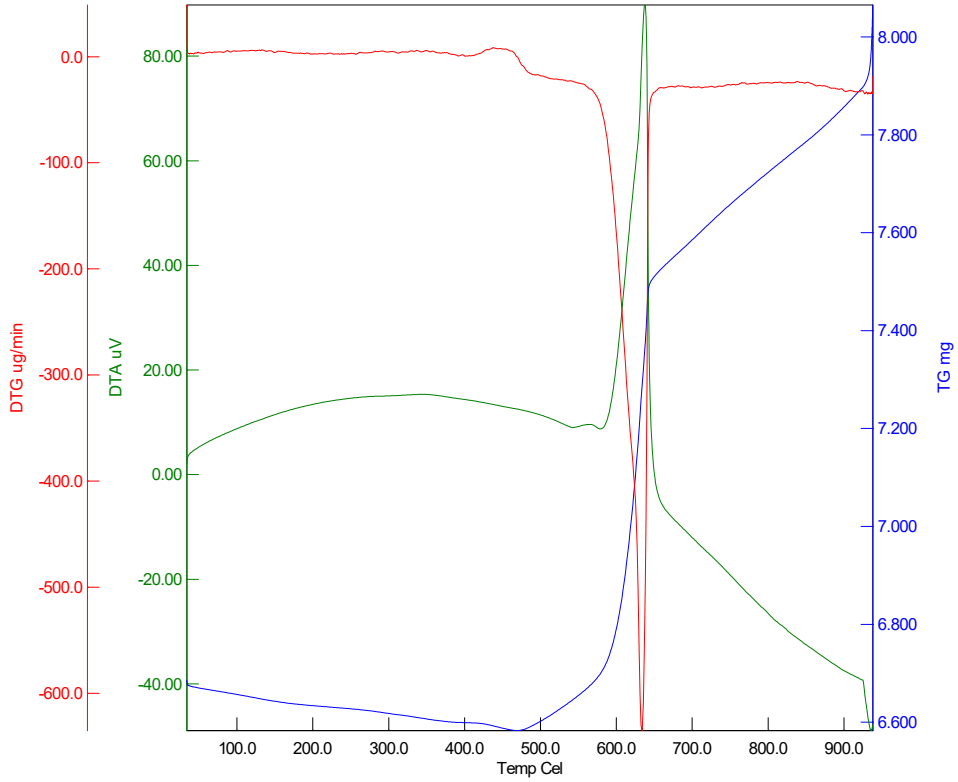
Şekil 38. 90 Dakika boyunca 700 ^{0}C'de sinterlenen numune



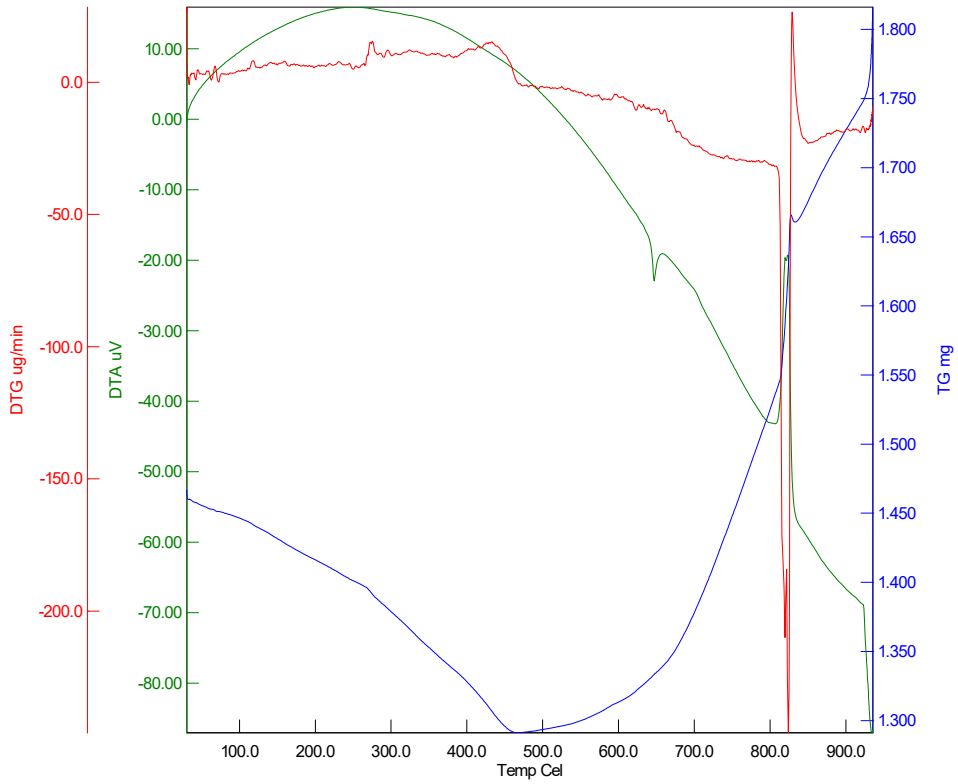
Şekil 39. 30 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune



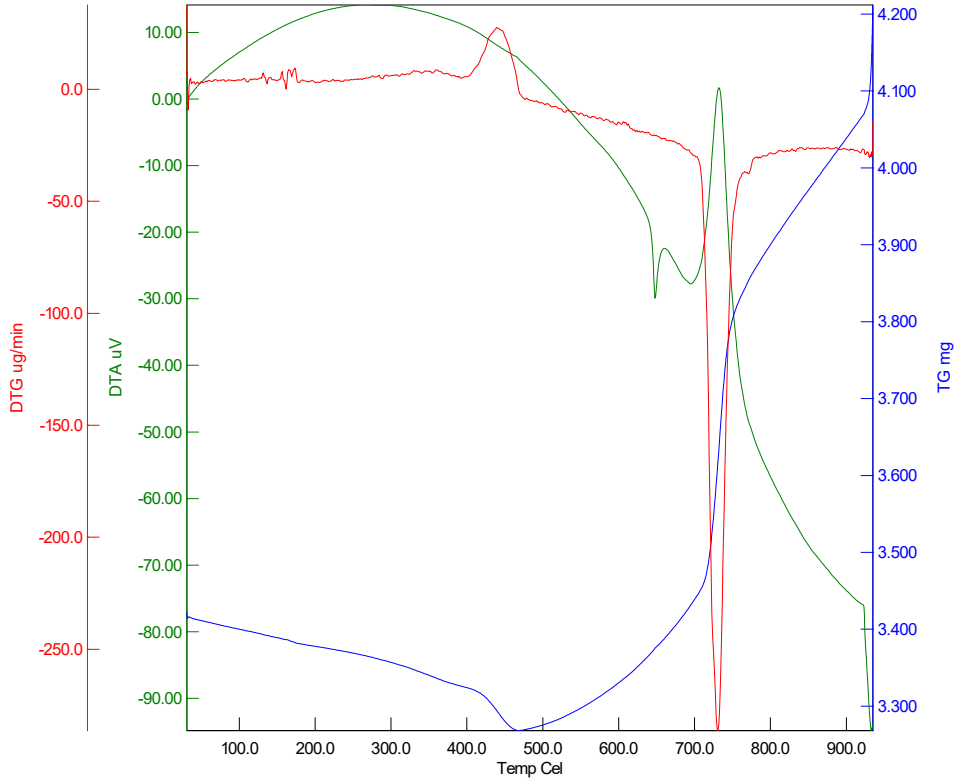
Şekil 40. 60 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune



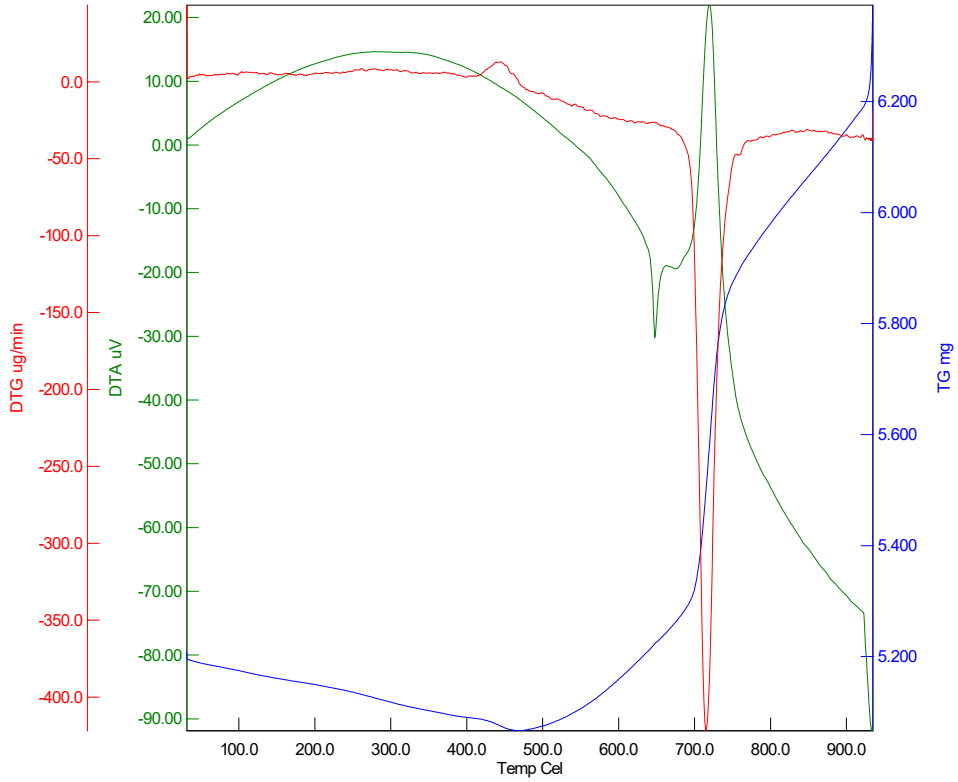
Şekil 41. 90 Dakika boyunca 750 ^{0}C'de sinterlenen numune



Şekil 42. 30 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune



Şekil 43. 60 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune



Şekil 44. 90 Dakika boyunca 800 ^{0}C'de sinterlenen numune

Tablo 4. Numunelerin DTA-TG grafiklerinden elde edilen endotermik ve egzotermik pik sıcaklıkları

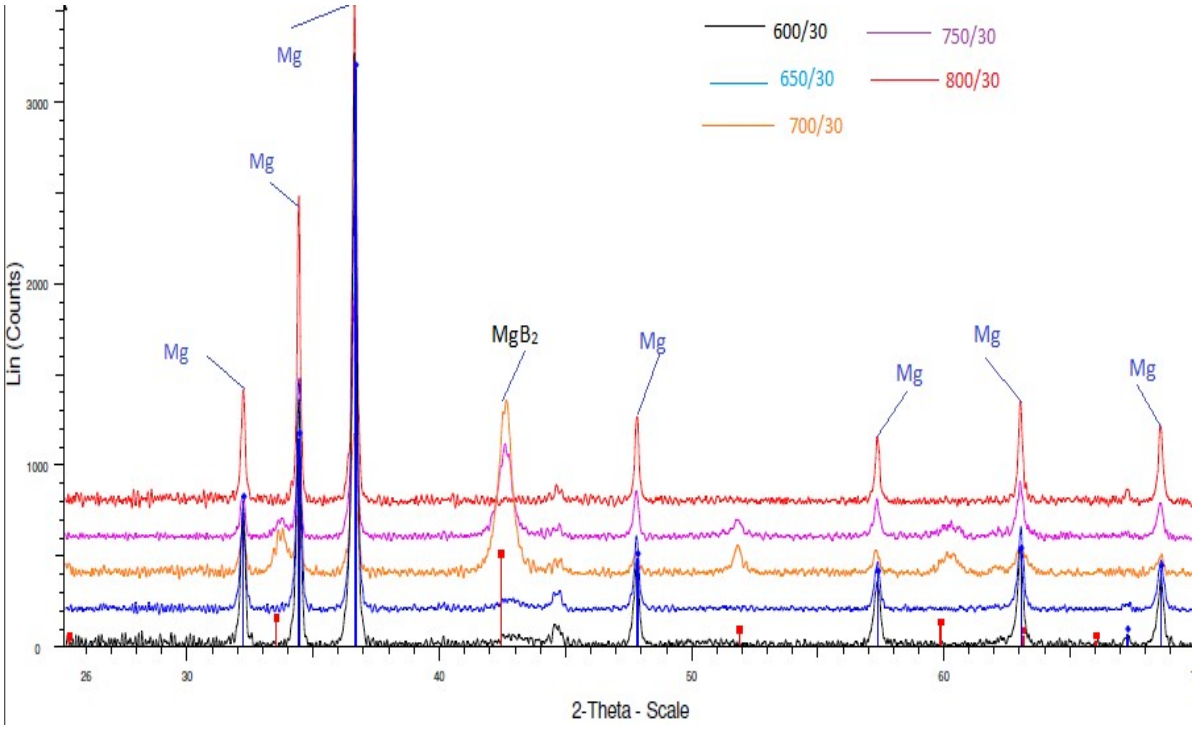
Numune	Endotermik Pik	Egzotermik Pik
30 Dakika Boyunca 600 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	620 ^{0}C	650 ^{0}C
90 Dakika Boyunca 600 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	610 ^{0}C	640 ^{0}C
30 Dakika Boyunca 650 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	580 ^{0}C	620 ^{0}C
60 Dakika Boyunca 650 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	600 ^{0}C	630 ^{0}C
90 Dakika Boyunca 650 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	590 ^{0}C	650 ^{0}C
30 Dakika Boyunca 700 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	610 ^{0}C	640 ^{0}C
60 Dakika Boyunca 700 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	590 ^{0}C	630 ^{0}C
90 Dakika Boyunca 700 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	600 ^{0}C	630 ^{0}C
30 Dakika Boyunca 750 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	620 ^{0}C	640 ^{0}C
60 Dakika Boyunca 750 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	570 ^{0}C	620 ^{0}C
90 Dakika Boyunca 750 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	570 ^{0}C	620 ^{0}C
30 Dakika Boyunca 800 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	620 ^{0}C	630 ^{0}C
60 Dakika Boyunca 800 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	620 ^{0}C	630 ^{0}C
90 Dakika Boyunca 800 ^{0}C'de Sinterlenen Numune	620 ^{0}C	630 ^{0}C

Mg-B sistemlerinde endotermik pikin görüldüğü yer katı magnezyumun eriyerek sıvı magnezyuma döndüğü noktadır. Yapılan tüm uygulamalardaki endotermik pikler incelendiğinde magnezyumun erime noktasında düşüş görülmüştür. Bir yapıda safsızlık oranı yapının erime noktası ile doğrudan ilişkilidir [30]. Bir elementin erime noktası, safsızlığı ile bağlantılıdır bilgisinden yola çıkarak bu durumun, gerçekleştirilen işlemler esnasında, magnezyumun oksijenle etkileşimden ve borun yüzeyine kapsüllenmiş karbonun yapı içerisine dahil olmasından doğan safsızlıklar yüzünden olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca TGA eğrisine bakıldığında örneğin oksitlenmesine bağlı olarak kütlesinde değişiklik olmuştur. 750

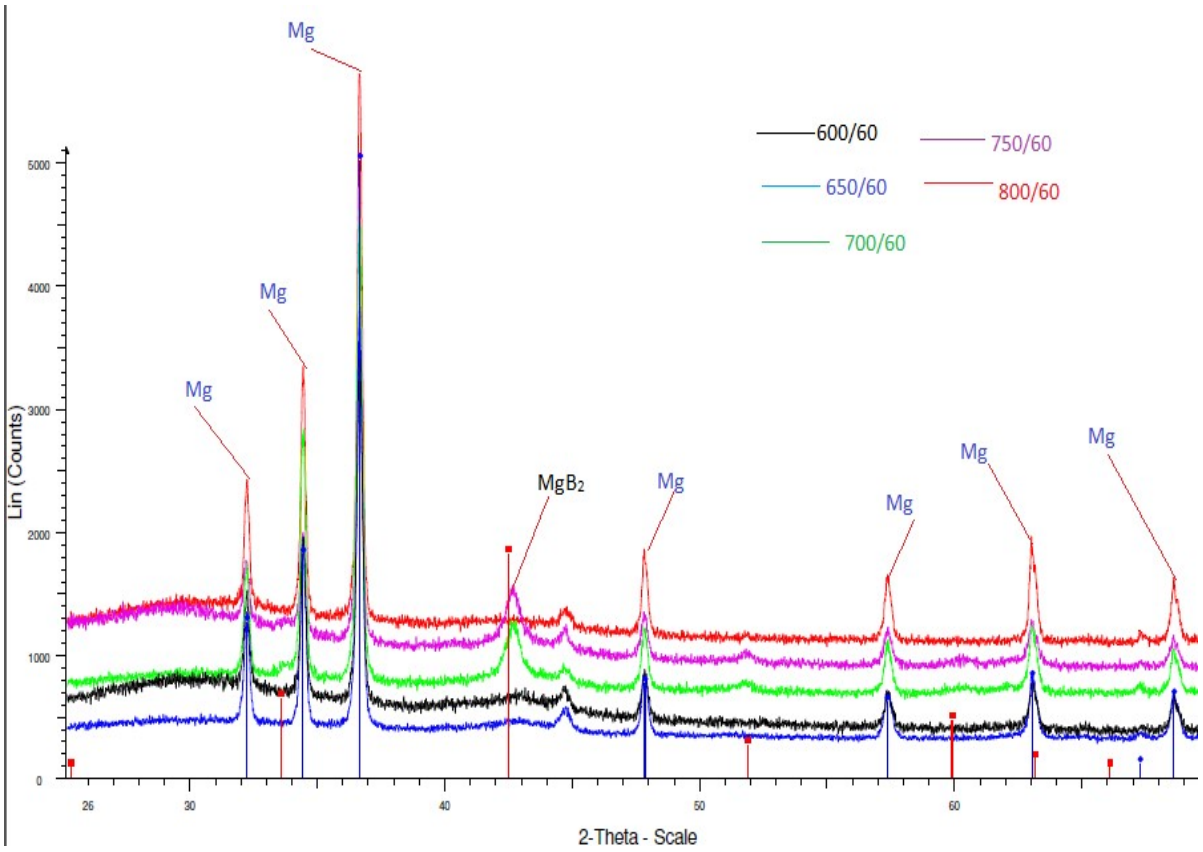
^{0}C'de sinterlenen numunelerde 60 ve 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen numunelerde endotermik pikler 570ºC' de görülmektedir. Bu deneyde MgB_2 oluşumu, yani egzotermik pik, magnezyumun düşük sıcaklıklarda erimesinden dolayı, 620 ºC' de görülmektedir. Karbon kapsüllenme sürelerine göre bakıldığında, kapsüllenme süresindeki artış yapı içerisindeki karbon oluşumlarını da arttırmaktadır.MgB_2 bileşiğinde karbon katkısı bazı deney şartlarında MgB_2 oluşumunu magnezyumun erime noktasının biraz altında gerçekleştirebilmektedir [29]. 600 ^{0}C' de sinterlenen numunede karbon yapısının varlığı magnezyumun erime noktasının biraz altında MgB_2 oluşumunu sağlamıştır. 650 ^{0}C' de sinterlenmiş numune için 30 dk, 700 ºC' de 60 dk, 750 ºC 'de 60 ve 90 dk, 800 ºC'de tüm deney sürelerinde MgB_2 reaksiyonu daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmiştir.

4.2 XRD Sonuçları

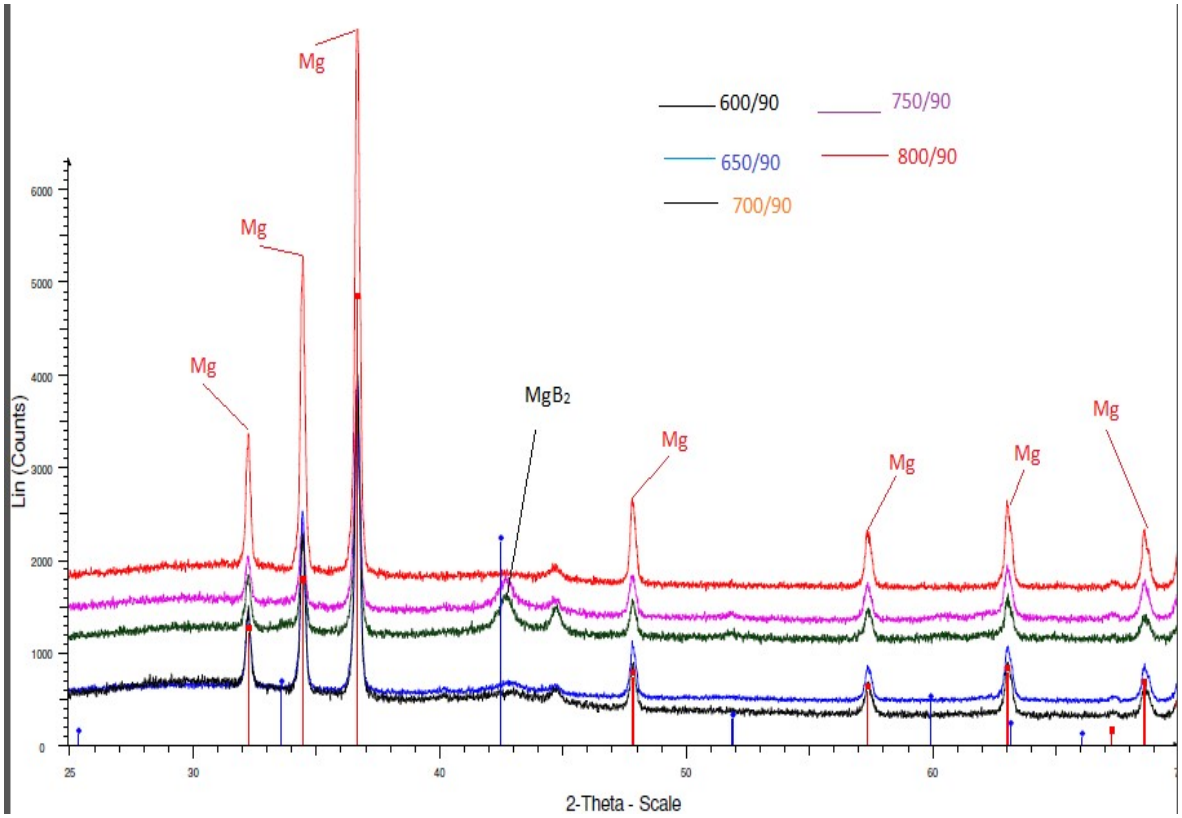
Elde edilen numunelerin hangisinde MgB_2 ye ait piklerin görüldüğü ve istenmeyen fazların oluşup oluşmadığını incelemek adına XRD analizi yapıldı.



Şekil 45. CVD yöntemi ile 30 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen 600 ºC -650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği



Şekil 46. CVD yöntemi ile 60 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen ve 600 ºC - 650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği

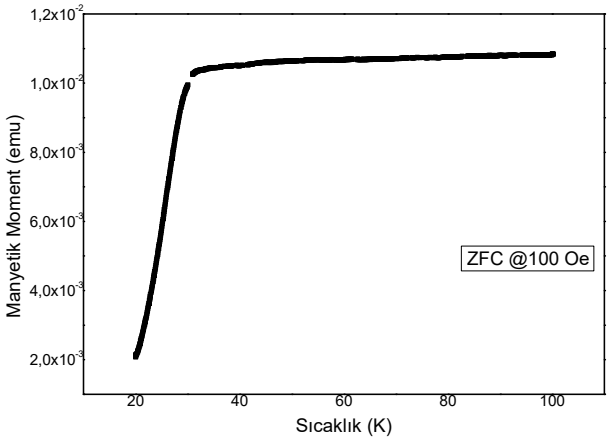


Şekil 47. CVD yöntemi ile 90 dk boyunca karbon kapsüllenmiş bor ile elde edilen ve 600 ºC - 650 ºC -700 ºC -750 ºC ve 800 ºC' lerde sinterlenen numunelerin XRD grafiği

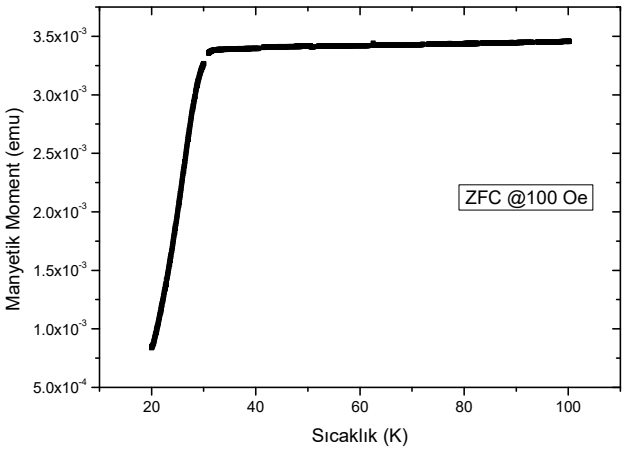
30-60-90 dakika boyunca 700 ºC' de, CVD metodu ile karbon kapsüllenen amorf bor tozları kullanılarak üretilen ve demir kılıf içerine in sitü yöntemi ile doldurulduktan sonra, 600-650-700-750-800 ^{0}C' de argon gazı ortamında sinterlenerek üretilen tel örneklerinden, tel yüzeyi kazınarak alınan ve XRD analizi yapılan toz numunelerden ilgili fazların oluşup oluşmadığı incelenmiştir. Numuneler oda sıcaklığında Cu-Kα_1 kaynak kullanılarak 0.02 tarama hızında 25º-70º' lik aralığında tarandı. Bu inceleme sonucunda, 700 ve 750 ^{0}C' de sinterlenen numunelerde MgB_2 ye ait pikler görülürken, diğer sıcaklıklarda MgB_2 pikleri görülmemektedir. Ayrıca her bir numunede, MgB_2 oluşumuna katılmamasından kaynaklanan, magnezyum karakteristik pikleri de gözlenmiştir. Bu durum gösteriyor ki, CVD yöntemi ile karbon kapsüllenmiş bordan elde edilen MgB_2 tel üretimi için uygun sıcaklık 700 ºC ve 750 ºC' dir.

4.3 M-T Sonuçları

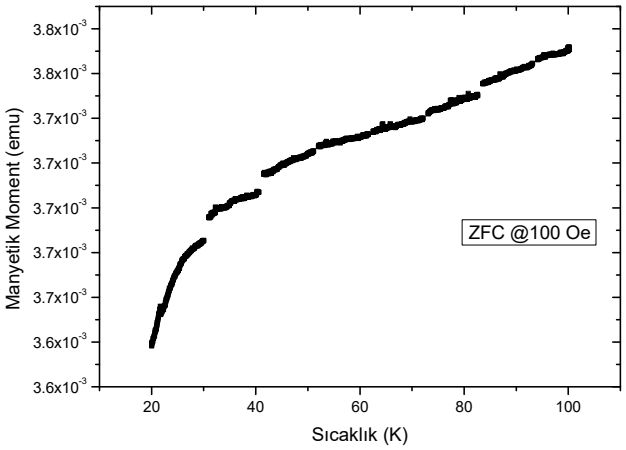
XRD ölçümleri ile MgB_2 piklerinin görüldüğü 30,60 ve 90 dakika boyunca karbon kapsüllenen bor kullanılarak hazırlanıp, 700 ve 750 ^{0}C de argon ortamında sinterlenen numunelerin, alansız soğutma altında, 20K-100K aralığında, H= 100 Oe alan şiddeti değerinde, M-T ölçümleri yapılarak bu numuneler için süperiletken faza geçiş sıcaklığının değişip değişmediği araştırılmıştır. Diğer sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde (600-650-800 ^{0}C) istenilen MgB_2 yapılarının görülmemesinden ötürü M-T ölçümleri yapılmamıştır.



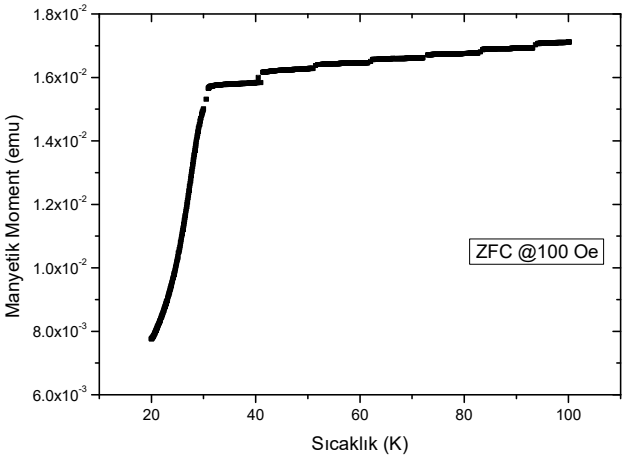
Şekil 48. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği



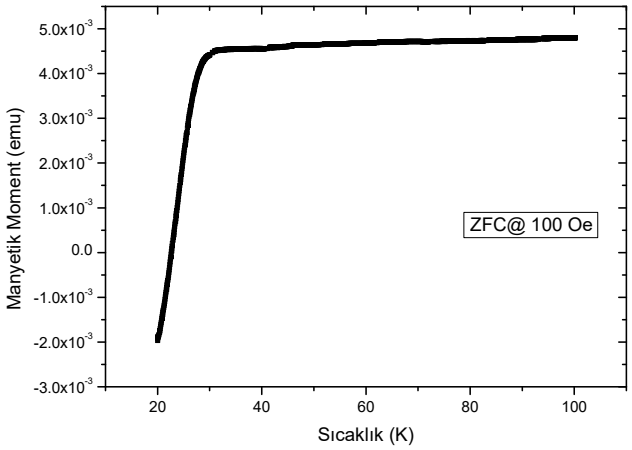
Şekil 49. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C' de sinterlenen numunenin M-T grafiği



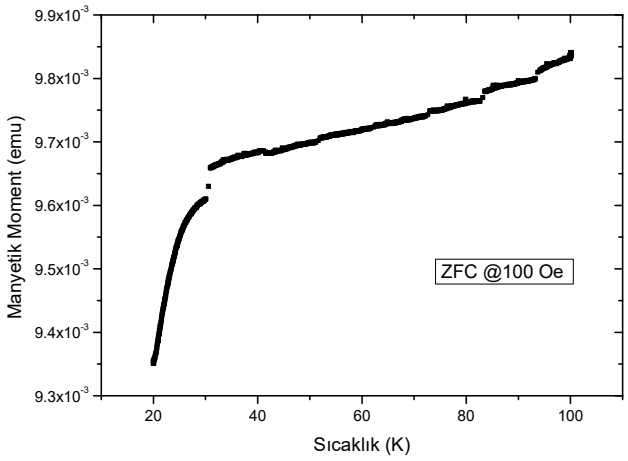
Şekil 50. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği



Şekil 51. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği



Şekil 52. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği



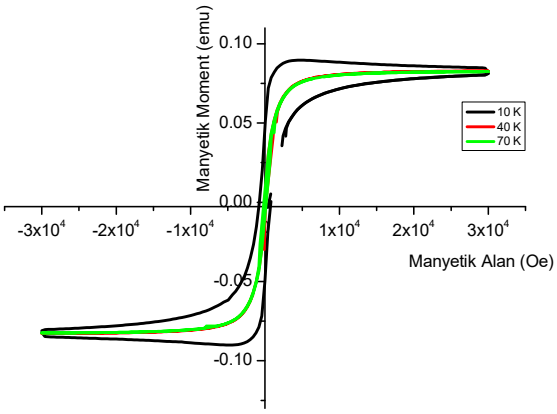
Şekil 53. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin M-T grafiği

Manyetik moment-sıcaklık grafiklerine bakıldığında, manyetik momentin hızlı değişim gösterdiği yer bize numunelerin süperiletken faza geçme sıcaklıklarını vermektedir[16]. Bu değişim ne kadar keskin ise süperiletken faza geçiş o kadar kolay ve hızlıdır ki bu istenilen geçiş durumudur[27]. M-T grafikleri incelendiğinde çalışmamızda uygulanan yöntemlerin MgB_2 yapısının sahip olduğu kritik sıcaklık değeri olan 39 K değerinde [21] bir miktar azalma görülmüştür. Bu durumda katkılı MgB_2 ile alakalı literatür çalışmaları ile örtüşmektedir [Wang vd. 2004, Gozzelino vd. 2007, Shcherbakova vd. 2007]. Buna ek olarak şekil 50 ve şekil 53 de süperiletken faza geçişin ideal bir geçiş olmadığı, değişim rampasının eğiminin az olup

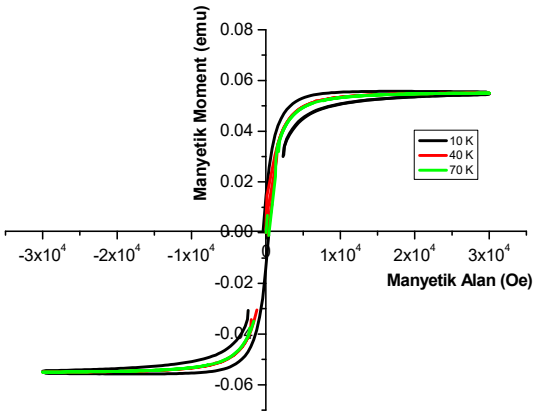
istenilen keskin geçişin gerçekleşmediği görülmektedir. Bu durumun nedeni tablo 2' de görüleceği üzere, CVD yöntemi ile karbon kapsülleme deney süresi olan 90 dakikalık deneyde, elementel analiz sonucu doğrultusunda % 14,7 karbon ve % 0,34 oranında hidrojen oluşumu gerçekleşmiş olduğu görülmüştür. Bu durumda 30 dakika ve 60 dakikalık deneylere nispeten yapı içerinde safsızlıkları da arttırmıştır. Yapı içerisindeki safsızlıkların fazlalığı da keskin geçişi engellemiştir. Şekil 48,49 ve 52 incelendiğinde ise, hem elementel analiz sonucu ile görülen düşük oranlı karbon ve hidrojen yapıları hem de XRD ölçümü ile gözlenen daha düşük safsızlık pikleri ve MgB_2 pikinin daha şiddetli olmasından ötürü, geçiş daha hızlı olmaktadır. Şekil 52 incelendiğinde, kritik sıcaklığın altındaki sıcaklık değerlerinde, diyamanyetik özelliğin sonucu manyetizasyon negatif değerler almıştır. Ayrıca sıcaklığın belli bir değere kadar yükselmesi ile birlikte numunelerde manyetizasyon değeri de artmaktadır. 40 K sıcaklık değerinin üzerinde ise manyetik düzen tüm numunelerde artmaktadır.

4.4 M-H Sonuçları

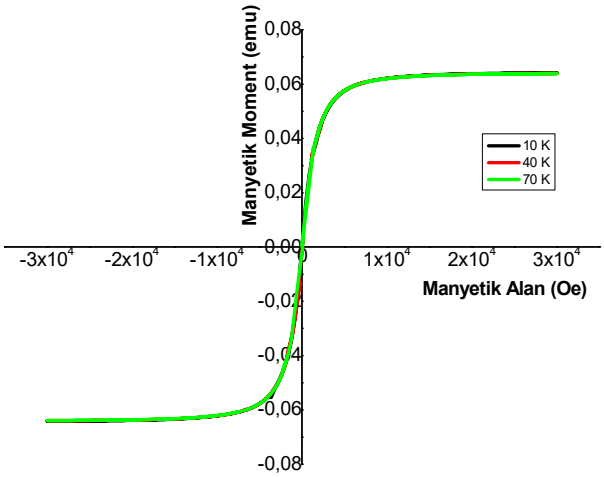
Üretilen numunelerin eş sıcaklık manyetizasyon ölçümleri, sıfır alan altında soğutma işlemi (ZFC) sonrasında T=10 K, 40 K ve 70 K sabit sıcaklık değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümde önce manyetik alan sıfırdan H_{maks}=30000 Oe' e kadar artırılmış, sonra tekrar sıfıra azaltılmıştır. Bu sıfır değerinden sonra alanın işareti (yönü) değiştirilerek H_{maks}=–30000 Oe'e kadar artırılıp, sonra tekrar sıfıra azaltılmıştır. Son olarak da kalınan noktadan alan yeniden H_{maks}=30000 Oe değerine artırılırken manyetizasyon verilerinin kaydı yapılmıştır. Burada H_{maks}, manyetizasyon ölçümlerinde uygulanan maksimum manyetik alan büyüklüğünü ifade etmektedir.



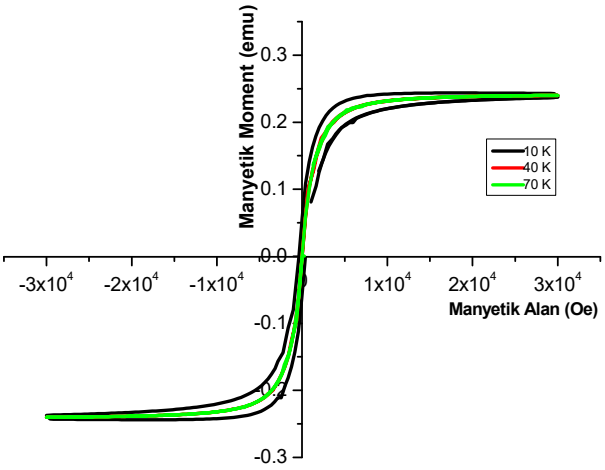
Şekil 54. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği



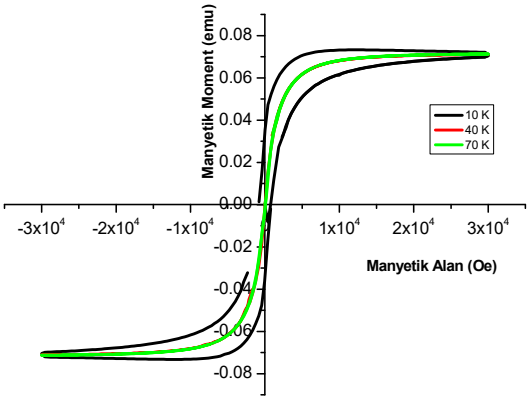
Şekil 55. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği



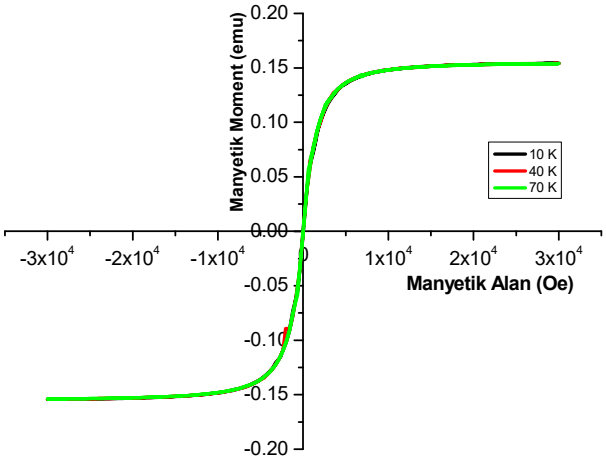
Şekil 56. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 700 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği



Şekil 57. 30 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği



Şekil 58. 60 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği



Şekil 59. 90 dk boyunca CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor kullanılarak demir kılıf içerisine konulup 750 ^{0}C'de sinterlenen numunenin 10-40 ve 70 K sıcaklık altında M-H grafiği

M-H ölçüm sonuçlarından artan sıcaklıkla manyetizasyon değerlerinde azalma gözlenmiştir. Bu azalmanın nedeni olarak, faz geçişi esnasında, perdeleme akımlarının artan sıcaklıkla azalması olabileceği düşünülmüştür. Genel olarak M-H grafiklerinden görüldüğü gibi örnekler diyamanyetik davranış göstermemekte tipik paramanyetik davranış göstermektedir. Bu sonuç X-ışını kırınımı sonuçları ile de kısmen tutarlıdır. X-ışını kırınımı deseninde MgB_2 fazına ait

pik sadece 700 ve 750 °C de sinterlenen örneklerde görülmüştür. M-H eğrilerinde belirli bir manyetik alan değerine kadar ΔM değeri artmakta ve belli bir tepe değerinden sonra uygulanan manyetik alan arttıkça ΔM değeri değişmemektedir. Bunun nedeni, taneli yapıya sahip örneğin içindeki taneler arası etkileşimin zayıf olması ve düşük manyetik alanın ise bu etkileşimi bir dereceye kadar arttırdığı düşünülmektedir. Manyetik alan değeri belli bir değerden daha yüksek olduğunda ise taneler arası etkileşim ortadan kalkmakta ve artan manyetik alanla manyetizasyonun değişmediği düşünülmektedir. M-H grafikleri incelendiğinde, malzemeler belirlenen bu ölçüm aralığında (30000 Oe, 10K-40K-70K) benzer şekilde paramanyetik davranış göstermektedir. XRD grafikleri incelenecek olunursa, tüm numunelerede baskın olarak MgB_2 yapısına dahil olmayan Mg piklerine rastlanmaktadır. Magnezyum kendi paramanyetik karakterinin yapı içerisinde dominant olarak varolmasından ötürü, M-H grafiğinde paramanyetizmayı ön plana çıkarmaktadır şeklinde de yorumlanabilmektedir. Eğer MgB_2 oluşumu proje çalışmamız kapsamında gerçekleşmemiş olsaydı, XRD ölçümünde MgB_2 karakteristik piki görülmeyecekti ve M-T ölçümlerinde de manyetik moment değeri, MgB_2' nin kritik sıcaklığının dışında bir değerde değişim gösterecekti ya da herhangi bir değişim göstermeksizin kararlı rejimini sürdürecekti.

4.5 Öneriler

Bu çalışma bazı sonuçları beraberinde getirmiştir. MgB_2/Fe tel üretimi işlemi için eğer CVD yöntemi ile karbon kapsüllenen amorf bor tozları kullanılacak ise, 700 ^{0}C' de kapsülleme işlemi yapılmalıdır. Daha yüksek ve daha düşük sıcaklıklar, karbon homojenitesine olumsuz etki yapmaktadır. Ayrıca kapsüllenme süreside, yapıda oluşan karbon faz oranı açısından, doğru orantı arz ettiğinden, eğer kapsülleme işlemi sonunda yapıda karbon yüzdeliğini arttırmak istenirse, kapsüllenme süresini de maksimum düzeyde tutmak gerekmektedir. MgB_2 tel üretimi için yüksek sıcaklık uygulamaları yapılacak ise, kılıf malzemenin en ideali olan demir kılıf kullanılmalıdır. İn situ yöntemi ile hazırlanan demir kılıf içerisinde kimyasal malzemenin sinterlenme sıcaklığı ise 700 ve 750 ^{0}C olacak şekilde uygulanmalıdır. 600-650 ve 800 ^{0}C sıcaklıklar MgB_2 yapısının oluşumu için uygun sıcaklıklar olmadığı için bu sıcaklıklardan kaçınılmalıdır.

5. KAYNAKLAR

[1] Akimitsu, J. Muranaka, T. Nagamatsu, J. Nakagawa, N. Zenitani, Y. 2001. " Superconductivity at 39 K in magnesium diboride", Nature, 410(6824), 63-4. 63.

[2] Awaji, S. Gao, Z.S. Kanazawa, M. Oguro, H. Ma, Y.W. Yamada, Y. Yao, C. Zhang, X.P. Wang, D.L. Wang, C.D. Watanabe, K. 2012. " Enhancement of Jc–B properties for binary and carbon-doped MgB2 tapes by hot pressing ", Supercond. Sci. Technol., 25, 065013.

[3] Baddour, C.E. Faddallah, F. Nasuhoglu, D. Mitra, R. Vandsburger, L. Meunier, J.-L. 2008. '' A Simple Thermal CVD Method for Carbon Nanotube Synthesis on Stainless Steel 304 Without The Addition of an External Catalyst'', Received, 313-318.

[4] Baddour, C.E. Brines, C. 2005. ''Carbon Nanotube Synthesis: A review'', International Journal of Chemical Reactor Engineering, 3 (R3).

[5] Bhatia, M. Eisterer, M. Schoppl, K.R. Sumption, M.D. Weber, H.W. 2007. "Neutron Irradiation of SiC Doped and Magnesium Rich MgB_2 Wires", IEEE Trans. Appl. Supercond., 17 , 2814.

[6] Bruzzone, P.L. Ceresara, S. Chiarelli, S. Di Zenobio, A. Giunchi, G. Ripamonti, G. Rossi, S. Spadoni, M. Wesche, R. 2003. "High performance new MgB_2 superconducting hollow wires", Supercond. Sci. Technol., 16, 285.

[7] Cambel, V. Fedor, J. Husek, I. Kario, A Kovac, P. Melisek, T. Morawski, A. 2009. ''Self-sintering-assisted high intergranular connectivity in ball-milled ex situ MgB2 bulks'', Physica C., 469, 713.

[8] Cervantez, O. Rueda, M. G. Ortiz L. J.2005. " Catalytıc CVD Production of Carbon Nanotubes Using Ethanol'', Microelectronıc Journal, 36:495.

[9] Du, C. PanT, N. 2005. ‘’CVD Growth of Carbon Nanotubes Directly on Nickel Substrate’’, Received, Materials Letters 59, 1678 – 1682.

[10] Collings, E.W. Li, G.Z. Reddy, K.M. Rindfleisch, M.A. Sumption, M.D. Susner, M.A. Thong, C.J. Tomsic, M.J. Yang, Y. 2012. "The critical current density of advanced internal-Mg-diffusion-processed MgB2 wires", Supercond. Sci. Technol., 25, 115023.

[11] Dou, S.X. Soltanian, S. Horvat, J. Wang, X.L. Zhou, S.H. Lonescu, M. Liu, H.K. Munroe, P. Tomsic, M. 2002. "Enhancement of the critical current density and flux pinning of MgB2 superconductor by nanoparticle SiC doping", Appl. Phys. Lett., 81, 3419.

[12] Dresselhaus, M.S. Dresselhaus, G. Avouris, P. 2001. ‘’Carbon nano tubes: synthesis, structure, properties and applications’’, Springer, New York, 32.

[13] Flukiger, R. Lezza, P. Cesaretti, M. Senatore, C. Gladyshevskii, R. 2007. " Simultaneous Addition of B4 C+SiC to MgB 2 Wires and Consequences for Jc and Birr", IEEE Trans. Appl. Supercond., 17, 2846.

[14] Gao, Z.S. Wang, D. L. Zhang, X.P. Ma, Y.W. Awaji, S., Nishijima, G., Watanabe, K., Flukiger, R. 2010. " Simultaneous introduction of scattering and pinning in organic rare-earth salt doped MgB_2 tapes", Supercond. Sci. Technol. 23, 045024.

[15] Gao, Z., Ma, Y., Wang, D., Zhang, X. 2010. "Development of Doped MgB2 Wires and Tapes for Practical Applications", IEEE Transactions On Applied Superconductivity, 20, 1515-1520

[16] Hacısalihoğlu, M. Y. 2011.’’ Te Katkılı FeSe Tipi Süperiletkenlerin Yapısal ve Manyetik Özellikleri’’ syf:38, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Kastamonu

[17] Hassler, W. Hermann, H. Herrmann, M. Rodig, C. Aubele, A. Schmolinga, L. Sailer, B. Holzapfel, B. 2013. " Influence of the milling energy transferred to the precursor powder on the microstructure and the superconducting properties of MgB_2 wires", Supercond. Sci. Technol., 26, 025005.

[18] Herrmann, M. Haessler, W. Rodig, C. Gruner, W. Holzapfel, B. Schultz, L. 2007. ’’ The effect of reactive nanostructured carbon on the superconducting properties of mechanically alloyed MgB_2 ‘’, Appl. Phys. Lett., 91, 082507.

[19] Hilda, W. F. Sung, R. Czeslaw, R. ‘’A closer look at the hysteresis loop for ferromagnets’’. https://arxiv.org/ftp/cond-mat/papers/0210/0210657.pdf, 05 07 2017

[20] Hur, J.M. Kumakura, H. Matsumoto, A. Togano, K. 2009. "Fabrication of seven-core multi-filamentary MgB_2 wires with high critical current density by an internal Mg diffusion process", Supercond. Sci. Technol., 22, 015003.

[21] Koparan, E. T. Savaşkan, B. Yanmaz, E. 2016.''Improving magnetic properties of MgB2 bulk superconductors by synthetic engine oil treatment'', Physica C., 36-40.

[22] Kumakura, H. Matsumoto, A. Togano, K. Ohmura, T. Ye, S.J. Zhang, Y.C. 2014. "Fabrication of MgB2 superconducting wires with a hybrid method combining internal-Mg-diffusion and powder-in-tube processes", Supercond. Sci. Technol., 27, 055017.

[23] Kumakura, H. Nakatsuka, M. Nitta, A. Tachikawa, K. Yamada, Y. 2007. " Superconducting Properties and Structure of In-Situ MgB_2 Tapes With SiC and TiC Addition Prepared by Hot Pressing ", IEEE Trans. Appl. Supercond., 17, 2911.

[24] Kumakura, H. Kitaguchi, H., Matsumoto, A. Hatakeyama, H. 2004.'' Upper critical fields of powder-in-tube-processed MgB2/FeMgB2/Fe tape conductors '', Appl. Phys. Lett. 84, 3669.

[25] Ma, Y.W. Zhang, X.P. Nishijima, G. Watanabe, K. Awaji, S. Bai, X.D. 2006. " Significantly enhanced critical current densities in MgB2 tapes made by a scaleable nanocarbon addition route", Appl. Phys. Lett., 88, 072502.

[26] Ma, D.H. Jayasingha, R. Hess, D.T. Adu, K.W. Sumanasekera, G.U. Terrones, M. 2014. " Enhancing the superconducting temperature of MgB2 by SWCNT dilution", Physica C. 497, 43.

[27] Poole, Jr. C. P. Farach, A. H. Creswick, R.C. 2004. Superconductivity (2) USA : Elsevier Ltd.

[28] Popov, V., N., 2004. '' Carbonnanotubes: properties and application'', Materials Science and Engineering Reports. 43 (3), 61-102.

[29] Rakov D.N. , Vorobieva A. E. Konovalov, P.V. Kotova, E.V. Belotelova, Y.N. Polikarpova, M.V. 2012.''Influence of carbon doping on MgB2 superconducting properties'', Physics Procedia, 36, 1480 – 1485.

[30] Sohns, J. Seifert, B. Hahne, E.1981. ''The Effect of Impurities on the Melting Temperature and the Heat of Fusion of Latent Heat Storage Materials'' , International Journal of Thermophysics, Vol. 2, No. 1.

[31] Spaldin, N. 2003. Magnetic Materials: Fundamentals and Device Applications(1. Basım). Cambridge: Cambridge Unıversity Press

[32] Öncel, Ç. Yürüm, Y. 2006. '' Carbon Nanotubes Synthesis via Catalytıc CVD Method: A Review on the Effect of Reaction Parameters. 14:1, 17-37

[33] Vinod, K. Abhilash Kumar, R. G. Syamaprasad, U. 2007. "Prospects for MgB2 superconductors for magnet application", Superconductor Science and Technology, 20, R1-R13.

[34] Yeoh, W.K. Cui, X.Y. Gault, B. De Silva, K. S. B. Xu, X. Liu, H. W. Yen, H. W. Wong, D. Bao, P. Larson, D.J. Martin, I. Li, W.X. Zheng, R.K. Wang, X.L. Dou, S.X. Ringer, S.P. 2014. "On the roles of graphene oxide doping for enhanced supercurrent in MgB2 based superconductors", Nanoscale, 6, 6166.

[35] Yokomichi, H. Sakai, F. Ichihara, M. Kishimoto, N. 2002. ‘’Carbonnanotubes synthesized by thermal chemical vapor deposition using M(NO3)n .mH2O as catalyst’’, Physica B, 323: 311.

[36] Zhang, X. P. Ma, Y.W. Gao, Z.S. Wang, D.L. Yu, Z.G. Wang, L. 2007. " Systematic study of the microstructures and electrical and superconducting properties of nanocarbon doped MgB2 tapes", Supercond. Sci. Technol., 20, 1198.

[37] Wang, C. D. Ma, Y. M. Zhang, X. P. Gao, Z. S. Wang, D.L. Yao, C. Wang, C.L. Oguro, H. Awaji, S. Watanabe, K. 2012. "Effect of high-energy ball milling time on superconducting properties of MgB_2 with low purity boron powder", Supercond. Sci. Technol., 25, 035018.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. HALUK KORALAY
Proje No:	115F237
Proje Başlığı:	Cvd Yöntemi Ile Karbon Kapsüllenmiş Bor Kullanılarak Yükek Akım Kapasiteli Mgb2/Fe Tel Üretimi
Proje Türü:	3001 - Başlangıç AR-GE
Proje Süresi:	18
Araştırmacılar:	ŞÜKRÜ ÇAVDAR
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	GAZİ Ü. FEN F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/07/2015 - 15/07/2017
Onaylanan Bütçe:	91140.0
Harcanan Bütçe:	55932.86
Öz:	Birtakım olumlu özellikleri itibariyle MgB2 süperiletken yapıların teknolojik olarak daha etkin kullanılabilmesi için var olan üretim metotlarının daha da geliştirilmesi gerekmektedir. Bu temel olgudan yola çıkarak, nano yapıların üretiminde temel tekniklerden birisi olan kimyasal buharlaştırma metodu ile (CVD), karbonla farklı oranlarda amorf bor kapsüllenmiştir. Elde edilen farklı oranlarda karbonla kapsüllenmiş bor ile magnezyum karıştırılarak tüp içinde toz (PIT) metodu ile karbon içerikli tüp, uygun çekme işlemlerinden sonra 1mm çapında elde edilmiştir. Tel farklı sıcaklıklarda (600, 650, 700, 750 ve 800 oC) 30 dakika sinterlenerek MgB2/Fe üretilmiştir. MgB2/Fe telin karakterizasyonu için SEM, XRD, DTA/TGA ve PPMS ölçümleri yapılmıştır. Projemiz nano malzeme üretim yöntemlerinden biri olan CVD yöntemi ile karbon kapsullenmiş bordan oluşan, MgB2/Fe tel yapısının araştırıldığı ilk çalışma olmuştur. Çalışma sonuçlarına göre 700 ve 750 0C' de sinterlenen numunelerde MgB2 yapısının oluştuğu, diğer sıcaklıklarda MgB2 yapılarının oluşmadığı görülmüştür ayrıca ppms ölçümleri neticesinde proje çalışmamızda denenen bu yeni yöntemin MgB2 nin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığında bir değişim yapmadığı ve 30000 Oe manyetik alan altında yapılan ölçümlerde malzemelerin paramanyetik özellik gösterdiği saptanmıştır.
Anahtar Kelimeler:	MgB2, CVD Yöntemi, SEM, XRD, DTA/TGA, PPMS
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Determination of Suitable Sintering Temperature for MgB2 Produced by Carbon Encapsulated Boron Obtained by Chemical Vapor Deposition Method (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 2- The Effect of Encapsulation Time on the Encapsulation Carbon of Boron Powder with CVD Method (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum),

TÜBİTAK