

**T. C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Co VE Mo KATKILI MgB₂ SÜPERİLETKEN SİSTEMİN PIT (Powder-In-Tube)
METODU KULLANILARAK ŞERİT FORMUNDA HAZIRLANMASI VE
GENEL KARAKTERİZASYONU**

EMİNE BAYAZİT

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**MALATYA
Temmuz 2005**

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü' ne,

Bu çalışma jürimiz tarafından Fizik Anabilim dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. H. İbrahim ADIGÜZEL

(İmza)

Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI

(İmza)

Prof. Dr. Selçuk ATALAY

(İmza)

Onay

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

...../...../.....

Prof. Dr. Ali ŞAHİN

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Co VE Mo KATKILI MgB₂ SÜPERİLETKEN SİSTEMİN PIT (Powder-In-Tube) METODU KULLANILARAK ŞERİT FORMUNDA HAZIRLANMASI VE GENEL KARAKTERİZASYONU

Emine BAYAZİT

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

77 + ix sayfa

2005

Danışman: Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI

Bu çalışmada (MgB₂)_{1-x}A_x (A=Co (0.005≤x≤0.5), Mo (x=0.005≤x≤0.3)) nominal kompozisyonlu sistemler Powder-In-Tube (PIT) yöntemiyle şerit formunda hazırlanmıştır. Yapılan manyetik katkılama sisteminde ne gibi etkiler yarattığı üretilen şeritlerin yapısal, elektriksel ve manyetik ölçümleri alınarak incelenmiştir.

Sonuçlar MgB₂ temel sistemi içerisine yapılan manyetik katkılama sisteminin süperiletkenliği yok ettiğini ortaya koymuştur. Yüksek oranda Co katkılanması durumunda ferromanyetik fazın baskın olduğu gözlenmiştir. Yapılan her iki katkılama da tanecik ara yüzeylerinde safsızlık fazlarının oluşumu ve tanecikler arası zayıf bağlanmanın sistemin elektriksel iletim yollarında engelleyici rol üstlendikleri bulunmuştur.

Tez kapsamında elde edilen veriler ışığında manyetik katkılama sisteminin MgB₂ süperiletken sistemi için kesin olarak uygun olmadığı sonucuna varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Süperiletkenlik, PIT yöntemi, diamanyetizma, ferromanyetizma, kritik akım yoğunluğu.

ABSTRACT

M.Sc.Thesis

FABRICATION OF THE Co AND Mo-SUBSTITUTED MgB_2 TAPES USING PIT (Powder-In-Tube) METHOD AND THEIR GENERAL CHARACTERIZATION

Emine BAYAZIT

Inonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

77 + ix pages

2005

Supervisor: Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI

In this study, tapes with nominal compositions of $(MgB_2)_{1-x}A_x$ ($A=Co$ ($0.005 \leq x \leq 0.5$), Mo ($x=0.005 \leq x \leq 0.3$)) were prepared by using Powder-In-Tube (PIT) method. The effects of the magnetic substitutions on the superconducting properties were investigated using structural, electrical and magnetisation measurements.

The results obtained revealed that the superconductivity was destroyed with the magnetic substitutions. A dominant ferromagnetic phase was observed for high Co-substitution. It was observed that the growth of the impurity phases in the grain interfaces of the main matrix and the formation of weak coupling between the grains plays an important crucial role on the electrical conducting paths of the system for both substitution cases.

Considering the results obtained in this work, it was concluded that the magnetic substitutions are not suitable for the MgB_2 superconducting system.

Keywords: Superconductivity, PIT method, diamagnetism, ferromagnetism, critical current density.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmamız DPT-2003 K 120610 no'lu Devlet Planlama Teşkilatı (DPT) projesi ve İnönü Üniversitesi Rektörlüğü Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi 2004/10 no'lu projeler kapsamında yapılmış olup, bu projelerin maddi olanakları kullanılmıştır.

Deneysel çalışmalarım ve tezimin yazım aşamasında yardım, öneri ve desteğini esirgmeden beni yönlendiren ve yanımda olan danışman hocam Sayın **Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI**'ya;

Magnetometre ölçümlerinde yardımcı olan Bölüm Başkanımız Sayın **Prof. Dr. Selçuk ATALAY**'a;

SEM analizlerinde bana yardımcı olan hocam Sayın **Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI**'ya;

Çalışmalarım sırasında deneyimlerini benimle paylaşan Sayın **Yrd. Doç. Dr. Yakup BALCI**'ya;

Deneysel çalışmalarım aşamasında bana yardımcı olan Sayın **Dr. M. Ali AKSAN** ve Sayın **Serdar ALTIN**'a;

X-ışını ölçümlerinde yardımcı olan Sayın **Uzman Kadir TOY**'a;

Tez çalışmalarım süresince bana destek veren anneme, kardeşlerime ve arkadaşlarıma en içten

teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
TABLolar DİZİNİ.....	viii
SİMGELER.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. TEMEL BİLGİLER.....	3
2.1. Süperiletkenlik.....	3
2.2. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi.....	3
3. MgB₂ METAL ALAŞIM SİSTEMİ.....	6
3.1. MgB ₂ 'deki Süperiletkenlik Mekanizması.....	6
3.2. BCS Kuramı.....	7
3.3. Güçlü Bor ve Düşük Magnezyum İzotop Etkileri.....	8
3.4. MgB ₂ 'nin Kristal Yapısı.....	10
3.5. MgB ₂ 'de Gözlenen Yüksek T _c 'nin Kaynağı Nedir?.....	11
3.6. MgB ₂ 'nin Koherens (Uyum) Uzunluğu.....	14
3.7. MgB ₂ 'nin Örgü Parametrelerinin Sıcaklık ve Basınca Bağlılığı.....	15
3.7.1. Sıcaklığın Etkisi.....	15
3.7.2. Basınç Etkisi.....	16
3.8. MgB ₂ 'nin Diğer Özellikleri.....	17
3.9. MgB ₂ Süperiletken Sistemine Yapılan Katkılamalar.....	18
4. GENEL NUMUNE HAZIRLAMA YÖNTEMLERİ.....	26
4.1. İnce Film Hazırlama Yöntemleri.....	26
4.2. Mg Difüzyon Metodu.....	27
4.3. Powder-In-Tube (PIT) Metodu.....	27
4.4. Katıhal Reaksiyon Metodu.....	29
5. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI VE ÖLÇÜMLER.....	30
5.1. Örneklerin PIT Metodu Kullanılarak Hazırlanması ve Isıl İşlemler.....	30
5.2. X-Işınları Toz Kırınım (XRD) Ölçümleri.....	31
5.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri.....	31
5.4. Manyetizasyon (M-H, M-T) Ölçümleri.....	32
5.5. Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T).....	32
6. DENEYSEL SONUÇLAR.....	33
6.1. X-Işınları Kırınım Sonuçları.....	33
6.1.1. Co Katkılı Örneklerin X-Işınları Kırınım Sonuçları.....	33
6.1.1.1. 0.005≤x≤0.07 Aralığında Yapılan Katkılamalar (düşük oranlı katkılama).....	33
6.1.1.2. 0.1≤x≤0.5 Aralığında Yapılan Katkılamalar (yüksek katkılama oranı).....	35
6.1.2. Mo Katkılı Örneklerin X- Işınları kırınım Sonuçları.....	37
6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri.....	39
6.2.1. (MgB ₂) _{1-x} Co _x Sisteminin SEM Analizi.....	40
6.2.2. (MgB ₂) _{1-x} Mo _x Sisteminin SEM Analiz.....	44
6.3. Elektriksel Ölçüm Sonuçları.....	47
6.4. Manyetik Ölçüm Sonuçları (M-H ve M-T).....	50
6.4.1. Co Katkılı MgB ₂ Şeritlerin M-H ve M-T Ölçüm Sonuçları.....	51
6.4.1.1. M-T Ölçüm Sonuçları.....	51

6.4.1.2. M- <i>H</i> Ölçüm Sonuçları.....	54
6.4.2. Mo Katkılı MgB ₂ Şeritlerin M- <i>H</i> ve M- <i>T</i> Ölçüm Sonuçları.....	61
6.4.2.1. M- <i>T</i> Ölçüm Sonuçları.....	61
6.4.2.2. M- <i>H</i> Ölçüm Sonuçları.....	63
7. ELDE EDİLEN SONUÇLARIN YORUMLANMASI.....	67
7.1. XRD Sonuçları.....	67
7.2. SEM Sonuçları.....	68
7.3. Elektriksel Ölçüm Sonuçları.....	68
7.4. Manyetik Ölçüm Sonuçları.....	69
8. KAYNAKLAR.....	70
ÖZGEÇMİŞ.....	77

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1.	Basit hekzagonal kristal yapının değişik açılardan gösterimi.....	10
Şekil 3.2.	MgB ₂ 'nin elektronik yapısının şematik gösterimi.....	12
Şekil 3.3.	İki boyutlu σ bağlarının ve üç boyutlu π bağlarının gösterimi.....	12
Şekil 3.4.	Örgü parametrelerinin sıcaklıkla değişimi.....	16
Şekil 3.5.	Örgü parametrelerinin basınçla değişimi.....	16
Şekil 4.1.	İnce film hazırlama yöntemleri.....	26
Şekil 4.2.	PIT metoduyla numune hazırlanış şeması.....	29
Şekil 6.1.	(MgB ₂) _{1-x} Co _x (x=0, 0.005, 0.01, 0.03, 0.05, 0.07) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri...	34
Şekil 6.2.	(MgB ₂) _{1-x} Co _x (x=0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri.....	35
Şekil 6.3.	Katkılama miktarına bağlı olarak MgB ₂ 'nin XRD şiddetlerinde meydana gelen değişim ($2\theta=42.36$ pik'i baz alınmıştır).	36
Şekil 6.4.	Katkılama miktarına bağlı olarak Co ₄ B fazına ait XRD şiddetinde meydana gelen değişim.....	36
Şekil 6.5.	(MgB ₂) _{1-x} Mo _x (x=0, 0.005, 0.01, 0.1, 0.2, 0.3) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri.....	37
Şekil 6.6.	Katkılama miktarına bağlı olarak Mo fazına ait XRD şiddetinde meydana gelen değişim.....	38
Şekil 6.7.	Katkılama miktarına bağlı olarak MgB ₂ 'nin XRD şiddetlerinde meydana gelen değişim ($2\theta=42.36$ pik'i baz alınmıştır).....	39
Şekil 6.8.	x=0.005 katkılama oranına sahip örneğin a) 1000, b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	40
Şekil 6.9.	x=0.01 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	41
Şekil 6.10	x=0.03 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	41
Şekil 6.11	x=0.05 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	42
Şekil 6.12	x=0.07 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	42
Şekil 6.13	x=0.1 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	43
Şekil 6.14	x=0.2 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	43
Şekil 6.15	x=0.3 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	43
Şekil 6.16	x=0.4 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	44
Şekil 6.17	x=0.5 katkılama oranına sahip sistemde gözlenen yapılaşmanın a)2000 ve b)5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	44
Şekil 6.18	x=0.005 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	45
Şekil 6.19	x=0.01 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	45

Şekil 6.20	x=0.1 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	45
Şekil 6.21	x=0.2 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	46
Şekil 6.22	x=0.3 katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.....	46
Şekil 6.23	Saf MgB ₂ 'ye ait direnç sıcaklık eğrisi.....	47
Şekil 6.24	Saf MgB ₂ 'ye farklı manyetik alanlarda ölçülen direnç sıcaklık eğrisi.....	48
Şekil 6.25	x=0.005 ve 0.01 Mo katkılı örneklerin R-T sonuçları.....	49
Şekil 6.26	Tersinir ideal bir II. Tip süperiletken için M(H) eğrisi.....	50
Şekil 6.27	Saf MgB ₂ şeritin sabit 0.01 T alan altında elde edilen M-T eğrisi...	52
Şekil 6.28	x=0.005, 0.01, 0.03, 0.05 ve 0.07 katkılı numunelerin M-T grafikleri.....	52
Şekil 6.29	Yüksek oranda Co katkılanmış örneklerin M-T grafikleri, a) x=0.1, b) x=0.2, c) x=0.3, d) x=0.4 ve e) x=0.5 katkılı numuneler.....	54
Şekil 6.30	Saf MgB ₂ şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrisi.....	55
Şekil 6.31	x=0.005 katkılı MgB ₂ şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	55
Şekil 6.32	x=0.01 katkılı MgB ₂ şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	56
Şekil 6.33	x=0.03 katkılı MgB ₂ şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	56
Şekil 6.34	x=0.05 katkılı MgB ₂ şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	56
Şekil 6.35	x=0.07 katkılı MgB ₂ şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	57
Şekil 6.36	x=0.1 Co katkılı MgB ₂ şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	57
Şekil 6.37	x=0.2 Co katkılı MgB ₂ şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	58
Şekil 6.38	x=0.3 Co katkılı MgB ₂ şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	58
Şekil 6.39	x=0.4 Co katkılı MgB ₂ şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	59
Şekil 6.40	x=0.5 Co katkılı MgB ₂ şeritin 12 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	59
Şekil 6.41	Doyum magnetizasyon değerinin katkılama miktarı ile değişimi..	60
Şekil 6.42	x=0.005, 0.01 ve 0.1 Mo katkılama oranına sahip şeritlerin M-T grafikleri.....	62
Şekil 6.43	x=0.2 ve 0.3 Mo katkılama oranına sahip şeritlerin M-T grafikleri.....	62
Şekil 6.44	x=0.005 oranında Mo katkılı MgB ₂ şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	64
Şekil 6.45	x=0.01 oranında Mo katkılı MgB ₂ şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.....	64

TABLolar DİZİNİ

Tablo3.1.	6 farklı izotopik MgB ₂ örnekleri ve bu örnekler için ölçülen T_c değerleri.....	9
Tablo 3.2.	MgB ₂ 'nin T_c değerinin diğer bor alaşımlarının T_c değerleriyle kıyaslanması.....	13
Tablo 3.3.	Değişik formlarda hazırlanmış MgB ₂ numuneler için a-b düzlemi ve c-ekseni boyunca koherens uzunluk değerleri.....	14

SİMGELER

B	Manyetik indüksiyon
M	Manyetizasyon
H	Dış manyetik alan
H_c	Kritik manyetik alan
T	Sıcaklık
T_c	Kritik sıcaklık
J_c	Kritik akım yoğunluğu
α	İzotop etkisi katsayısı
ξ	Koherens (uyum) uzunluğu
ξ₀	Öz koherens uzunluk
λ	Sızma derinliği
κ	Ginzburg-Landau parametresi
R_H	Hall katsayısı
n_s	Hole taşıyıcı yoğunluğu
ρ	Yoğunluk
Δ(0)	Süperiletken enerji aralığı
S(T)	Thermoelectric power
κ(T)	Thermal iletkenlik
F_p	Tuzaklama (pinning) kuvveti
k_B	Boltzman sabiti

1.GİRİŞ

Süperiletkenlik aslında 1911 yılında ilk olarak H. K. Onnes [1] tarafından deneysel olarak ortaya çıkarılmış ve ilk çalışmalar da saf metaller ile başlamıştır. Günümüze kadar birçok metal ve alaşımlar detaylı olarak incelenmiş ve bunların birçoğunun düşük sıcaklıklarda (<20 K) süperiletkenlik özelliği sergilediği gözlenmiştir.

Ancak bor alaşımlarındaki süperiletkenlik araştırmaları Kiessling'in 1949 yılında TaB için geçiş sıcaklığını $T_c=4$ K olarak bulması ile başlamıştır [2]. 1970 yılında Cooper ve arkadaşları MgB_2 ile aynı kristal yapı tipine sahip olan YB_2 - ZrB_2 - NbB_2 - MoB_2 bileşikleri üzerinde çalışmışlar ve bunlar içerisinde sadece NbB_2 için süperiletkenliğe 3.87 K'de ulaşılabilmişlerdir [3]. 1979 yılında da benzer çalışmalarını Leyarovska ile Leyarovski AlB_2 tipi yapıya sahip XB_2 ($X=Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr$ ve Mo) bileşiklerinde yapmışlar ve grupta yalnızca NbB_2 bileşiğinde daha önce bulunduğu gibi düşük sıcaklıklarda süperiletkenlik gözlemişlerdir [4].

Bu arada 1979 yılından itibaren 2001 yılına kadar geçen süre içerisinde saf metal ve metal alaşımlar üzerinde önemli bir mesafe alınamamıştır. Bunun sebebi ise özellikle 1986 yılından itibaren oksit bazlı HT_c süperiletkenlerin keşfi ile çalışmaların bu sistemler üzerinde yoğunlaşması olarak gösterilmektedir.

2001 yılında ise Prof. J. Akimitsu ve grubu [5] tarafından MgB_2 alaşımının $T_c \approx 40$ K'de süperiletken olduğunun açıklanması ile birlikte bilim dünyasında ilgi tekrar metal alaşımlar, özellikle de bor alaşımları üzerine yönelmiştir. MgB_2 bileşiğinin süperiletkenlik özelliğinin keşfinden bugüne kadar yapılan teorik ve deneysel çalışmalar BeB_2 , CaB_2 gibi izoelektronik sistemlerin, geçiş metali diborürlerinin, $Mg_{1-x}Li_xB_2$, $Mg_{1-x}Na_xB_2$, $Mg_{1-x}Cu_xB_2$ gibi hole katkılanmış sistemlerin ve AgB_2 , AuB_2 şeklindeki soy metal diborürlerinin de MgB_2 'deki gibi yüksek T_c değerlerine sahip olup olmadıkları yönünde olmuştur. Sonuçlar ise MgB_2 'nin bor alaşımları içerisinde en yüksek kritik sıcaklık değeri ile tek olduğunu göstermektedir.

MgB_2 saf alaşımının bir diğer önemi ise özellikle saf metal ve alaşımlar için geçerliliği olan ve süperiletkenlik mekanizmasını açıklayabilen John Bardeen, Leon N. Cooper ve John Robert Schrieffer tarafından geliştirilen ve bunların kendi adlarının baş harfi ile adlandırılan "BCS" teorisi ile bağdaşmasıdır. Bu teori, MgB_2 'nin güçlü

çiftlenime sahip fononun aracılık ettiđi bir süperiletken olarak davrandığına işaret etmektedir.

2001 yılında MgB_2 'nin süperiletken bulunması ile birlikte bu materyalin ince film, şerit, kablo ve deđişik boyutlarda bulk formu başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Ancak hazırlanan bu formatlar içerisinde teknolojik açıdan en yüksek J_c deđeri ile şerit formu kullanılarak ilk aşamada 1–15 T arasında manyetik alan kaynakları üretilmiştir.

Bu çalışmada MgB_2 süperiletken sistemine iki ayrı katkılama (Co ve Mo) yapılarak şerit formunda elde edilen numunelerin yapısal, elektriksel ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

2.TEMEL BİLGİLER

2.1. Süperiletkenlik

Herhangi bir malzemede (metal, alaşım ve seramik oksitler veya organik bileşikler) malzemenin yapısına bağlı olarak belirli bir kritik sıcaklık değerinde (T_c) elektriksel direncin sıfıra düşmesi olayı süperiletkenlik olarak adlandırılmaktadır.

Malzeme oda sıcaklığından itibaren kritik sıcaklık, T_c 'nin altındaki sıcaklıklara soğutulduğunda elektriksel direnç aniden sıfıra düşer ve süperiletken faza geçer. Kritik sıcaklık değerinin üzerinde malzemede normal faz (dirençli durum) hâkimdir. Dolayısıyla süperiletken-normal faz geçişi tersinir bir özellik sergilemektedir.

Süperiletkenler, manyetik özellikleri itibariyle de en az elektriksel özellikleri kadar ilginç bir karaktere sahiptirler. Öyle ki; bu malzemeler bir dış manyetik alan içerisinde soğutulursa manyetik alan çizgileri $T > T_c$ için normal metallerde olduğu gibi madde içerisinde herhangi bir değişikliğe uğramadan geçerler. Bu durumda $B_{iç} > 0$ olup madde paramanyetiktir. Fakat $T \leq T_c$ durumunda manyetik alandan dolayı indüksiyon ile oluşan yüzey akımlarının etkisiyle süperiletken madde belli bir manyetik alan değerine kadar (kritik manyetik alan) dışardan uygulanan manyetik alanı dışlamakta ve madde içerisindeki manyetik alan $B_{iç} = 0$ olmaktadır. Bu durumda süperiletken madde ideal bir diamagnet gibi davranmaktadır ki bu olay Meissner olayı olarak adlandırılmaktadır.

Sonuç olarak geçiş sıcaklığı T_c 'nin altında sıfır direnç ve mükemmel diamagnetizma davranışı gösteren ve bu sıcaklığın üzerinde normal iletken gibi davranan bir malzemeye süperiletken adı verilmektedir.

2.2. Süperiletkenliğin Tarihsel Gelişimi

Süperiletkenlik alanındaki ilk çalışmaların temeli 1908 tarihinde Hollanda'nın Leiden Üniversitesinde Heike Kamerling Onnes'in metallerin elektriksel iletkenliklerinin düşük sıcaklıklarda nasıl değişebileceğini araştırdığı deneyler esnasında Helyumu sıvılaştırması ile atılmıştır [6]. Onnes, 1911 yılında da 4.15 K geçiş sıcaklığı ile metalik cıvanın süperiletken özellik sergilediğini gözlemiş ve süperiletkenliğin

tarihsel gelişimi bu deney ile başlamıştır. Metalik civanın 4.15 K’de direncinin aniden sıfıra düşmesi ile süperiletkenlerin önemli özelliklerinden biri olan sıfır direnç özelliği de keşfedilmiştir [7].

Mükemmel diamagnetik malzemeler olarak adlandırılan süperiletkenlerin ikinci önemli özelliği 1933 yılında Walter Hans Meissner ve Robert Ochsenfeld tarafından açıklanmıştır [8]. Fizikte Meissner etkisi olarak da adlandırılan bu olay süperiletken fazdaki bir malzemenin dışarıdan uygulanan manyetik alanı dışlaması esasına dayanmaktadır.

1935 yılında Heinz ve Fritz London kardeşler ”dışarıdan uygulanan manyetik akı bir süperiletken malzeme içerisine sızabilir” şeklindeki açıklamalarıyla süperiletkenler için sızma derinliği kavramını açıklamışlardır [9].

1950 yılında Vitaly Ginzburg ve Lev Landau tarafından “Ginzburg-Landau teorisi” geliştirilmiştir [10]. Bu teori en genel anlamda sızma derinliğinin uyum uzunluğuna oranı olan $\kappa = \lambda / \xi$ ’nin $1/\sqrt{2}$ ’den küçük ya da büyük olmasına göre süperiletken malzemeleri I. tip veya II. tip süperiletkenler olarak ayırmaktadır. Eğer $\kappa < 1/\sqrt{2}$ ise malzeme I. tip, $\kappa > 1/\sqrt{2}$ ise malzeme II. tip süperiletkendir. Ayrıca bu teori ile alt ve üst kritik manyetik alanların varlığı tespit edilmiştir.

Aynı yıl içerisinde saf metaller için izotopik kütle arttıkça geçiş sıcaklığının düşeceği (izotop etkisi) H. Frölich tarafından teorik olarak [11], E. Maxwell tarafından da deneysel olarak gösterilmiştir [12].

1957 yılından itibaren süperiletkenlerin kendi içinde 2 kısımda incelenebileceği ortaya çıkmıştır ve bundan sonra da I.Tip veya II. Tip olarak değerlendirilmişlerdir. Aslında I. ve II. Tip süperiletkenlerin pek çok ortak özellikleri olmasına rağmen manyetik özellikleri itibariyle farklılık gösterdikleri görülmüştür. Şöyle ki I. Tip süperiletkenlerde uygulanan manyetik alan değeri kritik manyetik alan değeri olan H_{c0} değerini aştığında süperiletken durumdan normal (dirençli) duruma keskin bir geçiş gözlenir. II. tip süperiletkenlerde ise H_{c1} ve H_{c2} olmak üzere iki farklı kritik alan değeri vardır. Bu kritik değerlerin arasında “Intermediate domain” ’de (mixed state veya karışık durum) süperiletken hala sıfır dirence sahiptir. Fakat kuantize akı çizgileri malzemenin içinde bazı bölgelere girebilmektedir. H_{c2} ’ye ulaşıldığında ise malzemenin normal duruma geçtiği (dirençli durum) gözlenir [13].

1957 yılında I. Tip süperiletkenliğin tabiatını anlatan ilk mikroskobik teori John Barden, Leon Cooper ve J.Robert Schrieffer (BCS) tarafından geliştirilmiştir [14]. Bu teoriye göre cooper çiftleri diye adlandırılan elektron çiftleri süperiletkenliği sağlamakta ve bu elektron çiftlerini parçalamak için de süperiletkenlerin enerji aralığına, E_g , eşdeğer bir enerjinin varlığı gerekmektedir.

1986 yılında Johanne George Bednorz ve Karl Alexander Müller'in 35 K geçiş sıcaklığı ile La-Ba-Cu-O sistemini süperiletken olarak keşfetmeleriyle oksit bazlı süperiletkenler devri başlamıştır [15]. Bu alanda yapılan çalışmalar sonucunda 1987 yılında C. W. Mitchell ve arkadaşları ~20 K geçiş sıcaklığına sahip Bi-Sr-Cu-O sistemini [16], 1988'de M. K. Wu ve arkadaşları La-Ba-Cu-O sisteminde Lantanyum'un Yitrium ile yer değiştirilmesi sonucunda ~92 K geçiş sıcaklığına sahip Y-Ba-Cu-O sistemini [17], aynı yıl H. Maeda ve arkadaşları Bi-Sr-Cu-O sistemine Ca ekleyerek 85-110 K arasında geçiş sıcaklığına sahip ve 3 değişik fazı olan $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4+x}$ sistemini süperiletken olarak açıklamışlardır [18]. Aynı yıl içerisinde Hazen ve arkadaşları Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde süperiletkenlik geçiş sıcaklığının 120 K 'in üzerine çıkabileceğini göstermişlerdir [19, 20]. 1993 yılında 5 farklı fazdan oluşan $HgBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+\delta}$ sistemi keşfedilmiştir. Bu sistemin geçiş sıcaklığının normal durumda 134.5 K olup, yüksek basınç altında da 164 K'e kadar çıktığı gözlenmiştir [21, 22]. Bu sistemler içerisinde özellikle 77 K'nin üzerinde geçiş sıcaklığına sahip olanlar HT_c olarak da sınıflandırılmaktadır.

Son olarak 2001 yılının Ocak ayı içerisinde MgB_2 metal-alaşım süperiletkeni keşfedilmiş ve bu malzeme dünya çapında araştırmacı grupların ilgi odağı olmayı başarmıştır.

Günümüzde ise en ucuz, en yüksek geçiş sıcaklığına sahip ve teknolojiye kolaylıkla aktarılabilen süperiletken sistemlerin keşfi için bilim dünyası yoğun çalışmalarını sürdürmektedirler.

3. MgB₂ METAL ALAŞIM SİSTEMİ

MgB₂ metal alaşımı yaklaşık 50 yıldır bilim dünyası tarafından bilinen bir malzemedir. Süperiletkenlik özelliği keşfedilene kadar laboratuvarlarda bol miktarda yer alan bu malzeme, yıllar boyu yalnızca kimyasal reaksiyonlarda veya değişik alaşım dökümlerinde kullanılmaktaydı. Bu süregeliş 2001 yılında bu malzemenin süperiletkenlik özelliğinin keşfiyle bozulmuş, metal alaşım bileşikleri içerisinde en yüksek geçiş sıcaklığı değerine sahip olması ile de bilim dünyasını heyecanlandıran bir malzeme olarak tarihe geçmiştir. MgB₂'nin süperiletkenlik özelliği Sendai'deki (Japonya) Aoyama Gakuin Üniversitesinde 10 Ocak 2001 tarihinde yapılan "Transition Metal Oxides" sempozyumunda Prof. J. Akimitsu ve grubu tarafından açıklanmıştır [5].

Alaşımın içerisinde $T_c \approx 40$ K ile en yüksek süperiletkenlik geçiş sıcaklığına sahip bir süperiletken olmasına rağmen, bu materyal HT_c 'lere göre çok daha düşük bir geçiş sıcaklığına sahiptir. Diğer metal veya alaşım süperiletkenlere kıyasla MgB₂'nin çok daha yüksek bir T_c değerine sahip olması, yüksek akım taşıyabilmesi ve elektronik uygulamalarda yüksek bir potansiyele sahip olması nedeniyle birçok araştırmacı grup çalışmalarını bu malzeme ve özellikleri üzerine yoğunlaştırmıştır. Yüksek yük taşıyıcı yoğunluğu, basit kristal yapısı, düşük anizotropi değeri, tanecik sınırlarının birbirleri ile güçlü bir şekilde bağlı olmaları, yüksek manyetizasyon özelliği, 40 K'den düşük sıcaklıklarda teknolojiye uygulama alanları ve düşük maliyeti ile gelecek vadede bir malzeme olarak görülmektedir. Ayrıca bu malzemenin piyasada hazır olarak bulunması ve ucuz bir maliyete sahip olması deneysel araştırma yapan gruplara büyük bir kolaylık sağlamaktadır.

3.1. MgB₂'deki Süperiletkenlik Mekanizması

MgB₂'nin keşfi açıklandığında akla gelen ilk soru bu materyaldeki süperiletkenliğin kökeninin geleneksel (BCS) elektron-fonon mekanizması çerçevesinde açıklanıp açıklanamayacağı idi. Bu sorunun cevabını bulmak için çok sayıda deneysel ve teorik araştırma yapılmış, ancak net bir açıklama getirilememiştir. Değişik deneyler vasıtasıyla gözlenen BCS-tipi enerji aralığı (örneğin Tunneling spektroskopisi [23], Raman spektroskopisi [24], Sızma derinliği [25], Öz ısı [26, 27, 28]), basıncın T_c 'ye

negatif etkisi ve güçlü bor izotop etkisinin gözlenmesinden dolayı süperiletkenlik özelliğinde elektron-fonon bağlantısının güçlü olduğu ve yük taşıyıcılarının hollerle olduğu açıklanmaktadır. Ayrıca HT_c 'lerdeki CuO düzlemlerine benzer olarak B düzlemlerinin bu bileşikteki süperiletkenlikten sorumlu düzlemler olduğu düşünülmektedir. Ancak kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu ölçümleri ise MgB_2 'nin bir II. Tip süperiletken olduğunu göstererek ilginç bir karakter sergilemektedir.

3.2. BCS Kuramı

J. Bardeen, L. N. Cooper ve J. R. Schrieffer 1957 yılında süperiletkenliğin oluşumunu açıklayan bir kuram (BCS) ileri sürmüşlerdir. Bu kurama göre, atomların kristal ağ örgüsü içerisinde bağlı atomların yaptıkları titreşimler süperiletkenlikte anahtar rol oynamaktadır. Bu örgü titreşimleri fononlar olarak isimlendirilmektedirler.

Parçacık fiziğinde yükler arasındaki Coulomb etkileşiminin, parçacıklar arasında foton alışverişi sonucu ortaya çıktığı bilinmektedir. Buna benzer bir mekanizma metallerde serbestçe dolaşan elektronların fonon alışverişinde bulunmasıyla gözlenmektedir. Elektronlar geçtikleri bölgelerdeki atomlarla etkileşip, bu atomların yer değiştirmesine neden olmaktadır. Atomlar önce komşularını, komşular da kendi komşularını etkileyerek kristal içinde bir örgü titreşimine (fonon) neden olurlar. Uzun mesafelerde yayılan bu dalga, etkilediği yerlerde bulunan elektronların normal hareketlerini değiştirip, elektronlar arasında çok zayıf dolaylı bir etkileşim oluşturmaktadır. Normal metallerde bu etkileşim sadece çok küçük değişikliklere neden olmasına karşın, düşük sıcaklıklarda bazı materyallerde önemli değişimler yaratmakta ve malzemenin sıfır direnç gösterdiği bir faza geçmesine neden olmaktadır. Bu dolaylı etkileşim elektronlar arasında çekici bir özellik oluşturur ve sonuçta da coulomb etkileşimini perdeleyerek metal içerisindeki iki elektronu birbirine bağlayabilmektedir.

Cooper çiftleri olarak adlandırılan bu bağlı elektronlar, bozon özelliği göstermektedirler. Bu çiftler aynı yönde ve aynı hızda hareket etmek için çaba göstermekte, fakat bu olayın oluşabilmesi için sıcaklığın yeterince düşük olması gerekmektedir. Aksi takdirde çiftin bağlı elektronları birbirlerinden ayrılabilirler.

Bununla birlikte Cooper çiftleri enerji kaybetmeden akan kararlı akımlardan da sorumlu çiftlerdir.

Bir süperiletkende Cooper çiftlerinin oluşmasına fononların yardımcı olduğunun en iyi kanıtı izotop etkisidir. Eğer bir malzemenin atomları kütlece daha ağır fakat kimyasal olarak özdeş izotoplarıyla değiştirilirse malzemenin kimyasal özelliklerinin değişmesi beklenir. Tıpkı bir yayın ucuna daha ağır bir kütle bağlandığında yayın titreşme frekansının düşmesi gibi daha ağır izotoplar kristalin titreşim frekansının düşmesine neden olur. Bunun sonucu olarak Cooper çiftleri arasındaki etkileşim azalmakta, bu ise süperiletkenin kritik sıcaklığının düşmesine neden olmaktadır. MgB_2 'de normalde ^{11}B olan bor atomlarının ^{10}B atomları ile değiştirilmesiyle kritik sıcaklığın ≈ 1 K artması bu mekanizmanın fononlar yardımıyla süperiletken olduğunun bir göstergesidir.

3.3. Güçlü Bor ve Düşük Magnezyum İzotop Etkileri

MgB_2 'deki süperiletkenlik mekanizmasının BCS-tipi fonon aracılıklı bir çiftlenme mekanizmasına atfedilmesinin temel nedenlerinden birisi de bu süperiletken sisteminde gözlenen güçlü bor ve zayıf magnezyum izotop etkisidir [29, 30].

1950'lerin ortalarında yapılan deneyler izotopik kütle değişiminin geçiş sıcaklığı üzerinde etkili olduğunu ortaya koymuştur [11, 12]. Yapıda fonon frekansı $\sqrt{k/M}$ şeklinde değişeceğinden ve T_c de fonon frekansıyla orantılı olduğundan $T_c \propto M^{-1/2}$ sonucu çıkarılmaktadır. Yani süperiletken alaşım içerisinde bulunan elementlerin farklı izotopik kütleleri farklı T_c değerleri vermektedir. T_c kritik sıcaklık ve M atomik kütle olmak üzere izotop etkisi için genel matematiksel denklem:

$$T_c M^\alpha = C \quad (3.1)$$

şeklinde [31, 32, 33]. Bu denklemde C sabit bir değer ve α izotop etkisi katsayısıdır. B için izotop etkisi katsayısı $\alpha_B = \Delta \ln(T_c) / \Delta \ln(M_B) = 0,26-0,3$ arasında değişim gösterirken, Mg için izotop etkisi katsayısı $\alpha_{Mg} = 0,02$ olarak bulunmuştur. Toplam izotop etkisi katsayısının ise $\alpha_{Toplam} = \alpha_B + \alpha_{Mg} \approx 0,3 + 0,02 \approx 0,32 \approx 0,3$ değerine sahip olduğu görülmektedir.

Güçlü bor izotop etkisi ilk kez Canfield [29, 34] ve grubu tarafından $Mg^{10}B_2$ ve $Mg^{11}B_2$ şeklinde hazırlanan numunelerde sıcaklığın manyetizasyon, özdirenç ve özısıyla değişiminde gözlenmiştir [30]. Her üç deneyde de bor atomları daha hafif olan ^{10}B izotopu ile yer değiştirildiğinde, süperiletkenlik geçiş sıcaklığının yaklaşık olarak 1 K arttığı gözlenmektedir, Tablo 3.1. BCS teorisi çerçevesinde $T_c \propto (\hbar\omega_{ph})\exp(-1/JN(\epsilon_F))$ şeklindedir. Bu formülde $\hbar\omega_{ph}$ fonon enerjisi, $N(\epsilon_F)$ fermi düzeyindeki durum yoğunluğu, J ise elektron-fonon çiftlenim sabitidir. BCS teorisi, yük taşıyıcılarıyla çiftlenen örgü titreşimlerinin yapıyı oluşturan atomların kütesine bağlı olduğunu, düşük kütle elementlerinin yüksek fonon frekansı, dolayısıyla yüksek fonon enerjisi oluşturacağından T_c 'de bir artış gözleneceğini söylemektedir. Böylece güçlü bor izotop etkisi, MgB_2 'nin süperiletkenliğinde bor atomlarının titreşimlerinin önemli bir rol oynadığını, iletimin B-B düzlemlerinde daha güçlü bir etkiye sahip olduğunu ortaya çıkarmaktadır.

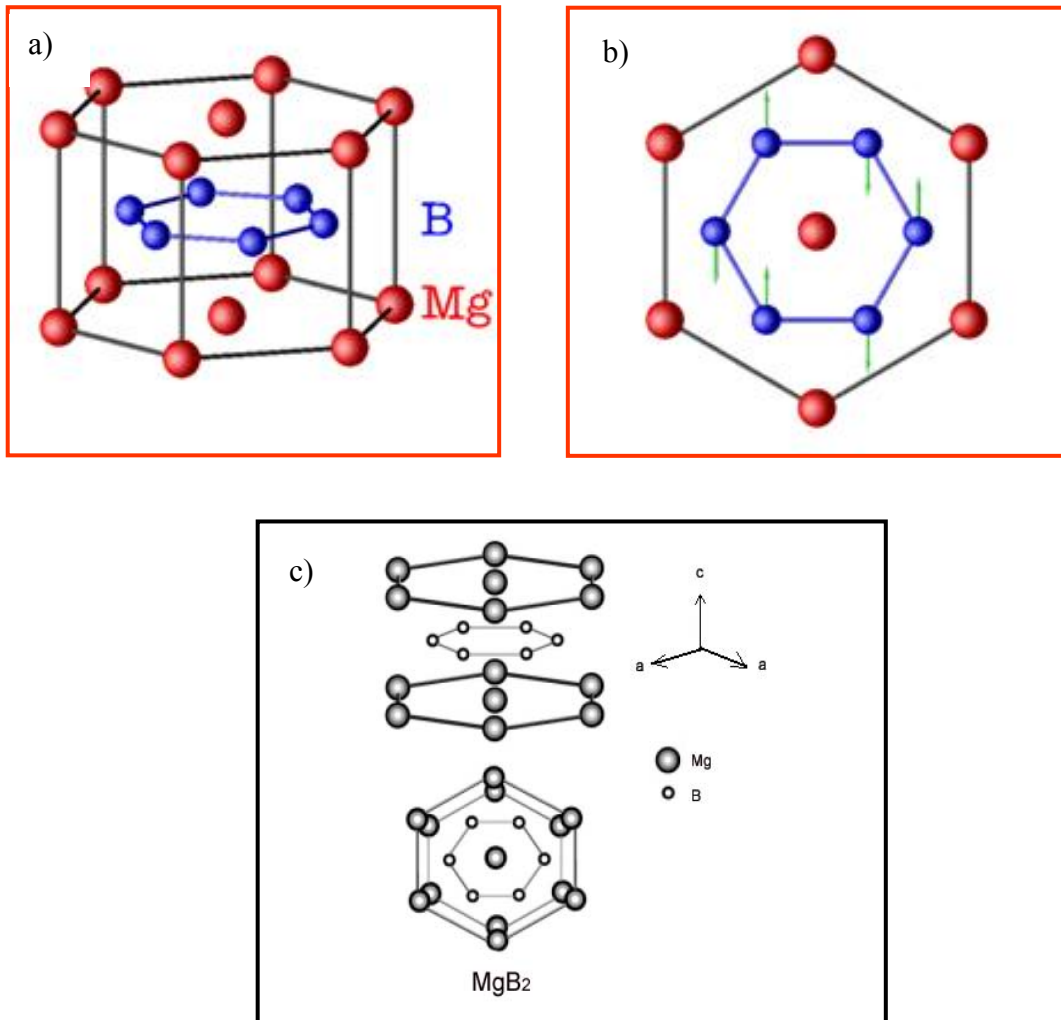
Mg için izotop etkisi ^{26}Mg ile ^{24}Mg 'ün değiştirilmesi ile incelenmiştir [30]. Sonuçta Mg atomlarının titreşimlerinin T_c 'de bor atomlarının yarattığı etkiden yaklaşık olarak 10 kat kadar daha az bir artış etkisi oluşturduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar ışığında $\alpha_{Toplam} \approx 0,3$ değerinin $1/2$ den küçük olması MgB_2 'de fonon çiftlenim mekanizmasının var olduğuna işaret eden ayrı bir delildir.

Tablo3.1. 6 farklı izotopik MgB_2 örnekleri ve bu örnekler için ölçülen T_c değerleri [30].

B'un atomik Kütle	Mg'un Atomik Kütle	T_c (K) Onset
10.0051	25.001	40.21
10.9952		39.06
10.0051	24.305	40.23
10.9952		39.16
10.0051	24.001	40.25
10.9952		39.12

3.4. MgB₂'nin Kristal Yapısı

MgB₂, basit hekzagonal kristal yapısı ile 1940'larda bulunan ve bor alaşımlarının çoğunun uyum gösterdiği AlB₂ tipi kristal formuna uyum sağlamaktadır. Uzay grubu P6/mmm olup [35] oda sıcaklığında kristal örgü parametreleri $a = b = 3,0851 \text{ \AA}$, $c=3,524 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur [36]. Kristal yapıda, sıkı paketli hekzagonal Mg tabakalarının grafit tipi bor tabakaları ile ayrıldığı gözlenmektedir. Mg, yapının köşeleri ile alt ve üst yüzey merkezinde iken, B, hacim merkezinde düzlemsel bir yapı sergilemektedir. Bor atomları düzlem içinde güçlü kovalent bağ ile hekzagonal örgüyü tamamlarken, bor alt örgüsü ile Mg atomları arasındaki bağ son derece iyoniktir. Bağ uzunluğu değerleri Mg-B bağı için 0.25017 nm ve B-B bağı için 0.17790 nm olarak bulunmuştur [37].



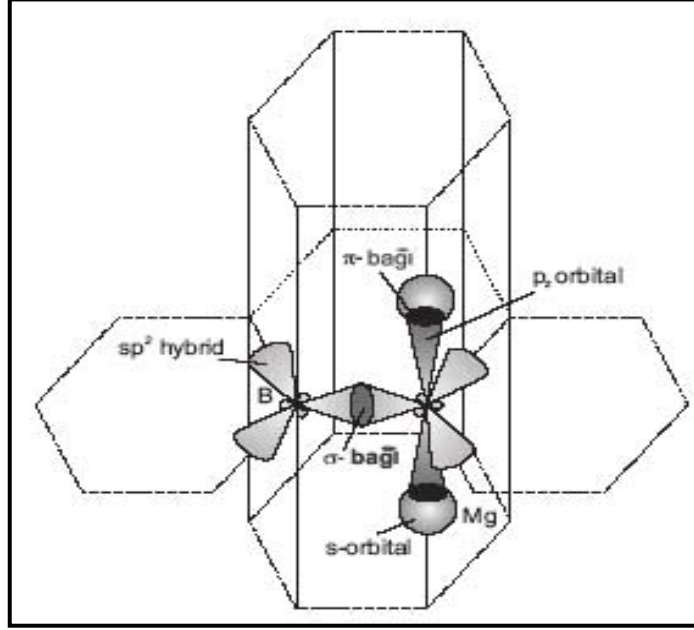
Şekil 3.1. Basit hekzagonal kristal yapının değişik açılardan gösterimi [38].

3.5. MgB₂'de Gözlenen Yüksek T_c 'nin Kaynağı Nedir?

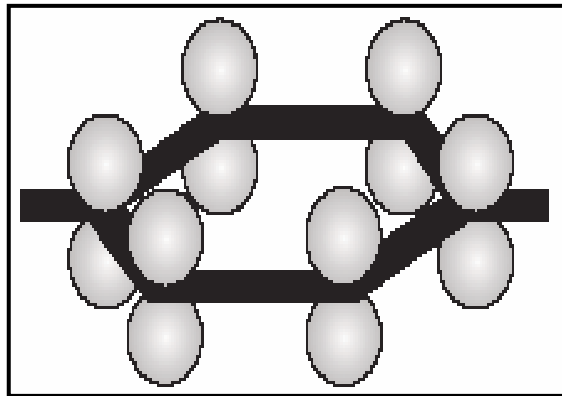
HT_c 'ler ile kıyaslandığında düşük bir T_c değerine sahip olan MgB₂, alaşımlar, saf metaller ve diğer bor alaşımlarına kıyasla çok daha yüksek bir T_c değeri sergilemektedir. MgB₂'nin süperiletkenliğinin keşfi hafif elementleri içeren bileşiklerdeki yüksek T_c tahminlerini de doğrulamaktadır (BCS teorisi).

MgB₂'nin elektronik özellikleri göz önüne alındığında kristal yapısının basitliğinin teoriksel açıklamalarda oldukça önemli olduğu ortaya çıkmaktadır. Bu bileşik bor düzlemleri içerisinde güçlü σ bağları, düzlemler arasında ise zayıf π bağları içermektedir. Ayrıca bor düzlemlerindeki σ bağlarının tümü dolu değildir. Bir diğer önemli nokta ise B'un $2p_x$ ve $2p_y$ atomik orbitallerinden kaynaklanan σ hollerinin Brillouin bölge merkezinde var olmasıdır. Bor tabakalarındaki holler 2 boyutlu sistemlerin (2D) özelliklerini göstermektedirler.

MgB₂'nin diğer metal diboride'leri ile (örneğin geçiş metal diboride'leri) arasındaki fark bu bileşiğin diğer diboride'lerde olduğu gibi d atomik orbitallerine sahip olmamasıdır [39]. Geçiş metallerindeki (TM) d atomik orbitalleri kısmen dolu olduğunda, bunlar bor tabakalarının σ bağları ile güçlü kovalent bağ oluşturup bor tabakalarındaki 2D σ -hol sistemini yok edeceklerdir. Tabakalı bir yapıya sahip olan MgB₂'deki bor tabakalarında bulunan 2D σ -hol sistemi süperiletkenliğin oluşumunda büyük bir paya sahiptir. σ bağlarının iki boyutlu olmasından dolayı σ bağları güçlü bir şekilde Fermi düzeyindeki durum yoğunluğuna katkıda bulunmaktadır. Geçiş metal diboride'leri arasında MgB₂'nin sahip olduğu kadar yüksek bir T_c değerine rastlanılmaması, bu bileşiklerin σ hollerini içermemelerinden dolayıdır. MgB₂'de B düzlemlerindeki σ bağları çok güçlü olduğundan σ holleri ile düzlem içi σ bağ titreşimleri de çok güçlü olacaktır. Ayrıca elektron-fonon çiftlenimi yüksek T_c 'ye sahip bir süperiletkenlik özelliği ortaya çıkarmaktadır. Çünkü σ bağ titreşiminin frekansı 0.2 eV mertebesinde [39]. Düzlem içi 2D kovalent ve düzlemler arası 3D metalik tipi iletkenlik bantları bu durumda MgB₂'ye özgüdür.



Şekil 3.2. MgB_2 'nin elektronik yapısının şematik gösterimi. σ bağları sp^2 B orbitallerinin üst üste gelmesiyle oluşurken, π bağları B'nin p_z ve Mg'nin s orbitallerinin üst üste gelmesiyle oluşmaktadır [40].



Şekil 3.3. Siyah hekzagonal ağ iki boyutlu σ bağlarını göstermektedir. Gri renkli küreler üç boyutlu π bağlarının oluşturduğu ağı temsil etmektedir [40].

Tablo 3.2. MgB_2 'nin T_c deęerinin dięer bor alařımlarının T_c deęerleriyle kıyaslanması [41, 42].

MATERYAL	$T_c(K)$
MgB_2	39.8
YPd ₂ B ₂ C	23
LuNi ₂ B ₂ C	16.1
YNi ₂ B ₂ C	15.6
ScNi ₂ B ₂ C	15.6
LuRh ₄ B ₄	11.76
YRh ₄ B ₄	11.34
TmNi ₂ B ₂ C	11
ErNi ₂ B ₂ C	10.5
YPt ₂ B ₂ C	10
LaPt ₂ B ₂ C	10
TmRh ₄ B ₄	9.86
YRu ₂ B ₂ C	9.7
Y(Rh _{0.85} Ru _{0.15}) ₄ B ₄	9.56
Lu(Rh _{0.85} Ru _{0.15}) ₄ B ₄	9.16
Sc _{0.65} Th _{0.35} Rh ₄ B ₄	8.74
HoNi ₂ B ₂ C	8.7
ErRh ₄ B ₄	8.55
Tm(Rh _{0.85} Ru _{0.15}) ₄ B ₄	8.38
Er(Rh _{0.85} Ru _{0.15}) ₄ B ₄	8.02
ThNi ₂ B ₂ C	8
ScRu ₄ B ₄	7.23
DyNi ₂ B ₂ C	6.2

3.6. MgB₂'nin Koherens (Uyum) Uzunluđu

Süperiletkenliđin temel parametrelerinden birisi olarak bilinen koherens (uyum) uzunluk, konumla birlikte deđişen bir manyetik alanın varlığında süperiletkenlerin enerji band aralığının, E_g, deđişmemesinin bir sonucu olarak bu bandın genişliđi şeklinde tanımlanmaktadır [43]. Bu tanıma göre koherens uzunluđun normal ve süperiletken fazlar arasındaki seviyenin minimum ölçüsü olduđu sonucunu çıkarabiliriz. Diđer bir tanım olarak uyum uzunluđu, süperiletkenliđin oluşabileceđi en küçük boyut ya da elektron çiftlerinin bir arada bulunabileceđi mesafe olarak da tanımlanmaktadır [44]. Uyum uzunluđu, kullanılan malzemenin saf olup olmamasına bađlıdır. Malzeme içerisinde safsızlıklar olduđuunda elektron saçılmasından dolayı koherens uzunluk azalır. Bunun nedeni elektronun çarpışmadan önce aldıđı ortalama serbest yolun azalması şeklinde açıklanabilir. Bilindiđi gibi I ve II. Tip süperiletkenler için koherens uzunluk:

$$\xi \approx (\xi_0 \ell)^{1/2} \quad (3.2)$$

şeklinde formülize edilmektedir. Bu denklemde ξ_0 öz (intrinsic) koherens uzunluk, ℓ ise ortalama serbest yol olarak tanımlanmaktadır. Saf malzemeler için koherens uzunluk deđerleri elektronların çarpışmadan aldıkları ortalama serbest yolun büyük olmasından dolayı daha uzundur. MgB₂ süperiletkeninde koherens uzunluk deđerleri a-b düzlemi ve c-ekseni boyunca belirlenebilmektedir. Bu bileşimin deđişik formları için belirlenen koherens uzunluk deđerleri tablo 3.3'de verilmektedir.

Tablo 3.3. Deđişik formlarda hazırlanmış MgB₂ numuneler için a-b düzlemi ve c-ekseni boyunca koherens uzunluk deđerleri [45, 46, 47, 48, 49].

FORM	ξ_{ab} (nm)	ξ_c (nm)
Tek Kristal	6.1 – 6.5	2.5 – 3.7
Yönlenmiş kristaller	7,0	4,1
İnce Film (Jung et. al.)	3,7	3,0
İnce Film (Ferdeghini et. al.)	4,7	2,6
Toz (Bud'ko et. al.)	11,4	1,7

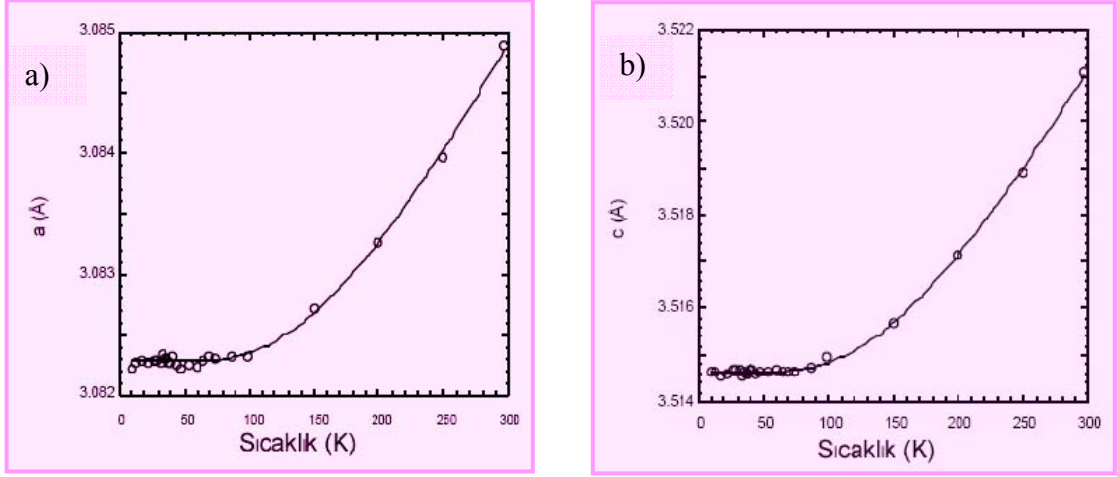
HT_c materyallerin koherens uzunluk deęerleri ise; $YBa_2Cu_3O_7$ için $\xi_{a,b}= 3$ nm, $\xi_c = 0,4$ nm ve $Bi_2Sr_2CaCu_2O_8$ için $\xi_{a,b}= 4$ nm, $\xi_c= 0,2$ nm şeklinde belirlenmiştir [50]. Buna göre MgB_2 , HT_c 'lere kıyasla daha büyük koherens uzunluk deęerlerine sahiptir. Koherens uzunluęun varlıęı bir taraftan MgB_2 'nin BCS teorisine uyduęunu gösteren bir delil olurken dięer taraftan bu deęerlerin HT_c 'lere göre büyük olması bu malzemenin saflıęını göstermektedir.

3.7. MgB_2 'nin Örgü Parametrelerinin Sıcaklık ve Basınca Baęlılıęı

MgB_2 yapısı dięer diboride alaşımları ile kıyaslandığında, termal genleşme ve basınca baęlı olarak c-ekseni boyunca büyük bir anizotropi sergilemektedir. Yani c-ekseni, a eksenine kıyasla bu parametrelere daha büyük bir tepki göstermektedir.

3.7.1. Sıcaklıęın Etkisi

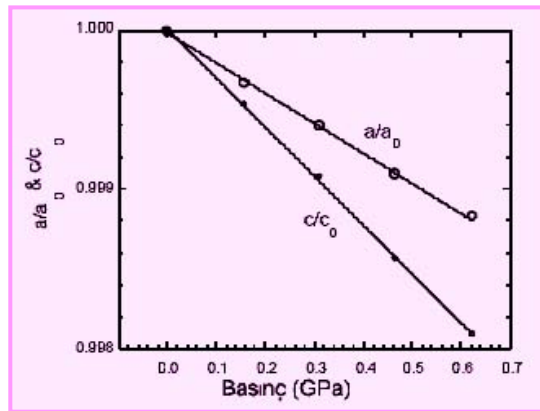
Bir materyale ısı verilmesi ile birlikte materyali oluşturan atomlar arası baę uzunluklarının artması sonucu örgü parametrelerinde dolayısı ile birim hücre hacminde bir deęişim meydana gelir. MgB_2 için c- eksteni boyunca gözlenen termal genleşme miktarı a-eksteni boyunca gözlenen deęerin yaklaşık olarak iki katıdır[51], Şekil 3.4. Oda sıcaklıęı yakınlarında $200 K \leq T \leq 300 K$ için bulunan termal genleşme deęerleri a-ekseni için $\approx 5.4 \times 10^{-6} K^{-1}$ iken c- eksteni için bu deęer $\approx 11.4 \times 10^{-6} K^{-1}$ olarak tespit edilmiştir [53]. a- ekstenine kıyasla c- eksteni boyunca gözlenen daha büyük termal genleşme AlB_2 tipi bor alaşımları için ender rastlanılan bir sonuç olmamakla birlikte çoęu B alaşımları, MgB_2 'nin ekstenler boyunca sergiledięi kadar büyük bir anizotropi sergilememektedirler. Meydana gelen bu anizotropinin sebebi yapıdaki baę kuvvetlerinin farklı oluřlarına dayandırılmaktadır. MgB_2 için düzlem içi B-B baęları c-eksenini belirleyen düzlemler arası Mg-B baęından daha güçlü bir yapıya sahiptirler. Dolayısıyla daha zayıf bir yapı sergileyen Mg-B baęları ısıl işlem ile daha çabuk deęişim göstermektedirler. Bu sonuç, band yapısı çalışmaları sonucunda ortaya çıkan ve ısıl işlem ile Mg'nin iyonize olup 2s orbitalindeki iki elektronunu B'un 2D tabakasına vermesinden de anlaşılabilir [52].



Şekil 3.4. Örgü parametrelerinin sıcaklıkla değişimi [53].

3.7.2. Basınç Etkisi

Örgü parametrelerinin uygulanan basınçla değişiminde ise, c- ekseninin a- eksenine kıyasla %64 daha hızlı düştüğü belirlenmiştir [54]. c- eksenini boyunca uzunluğu belirleyen Mg-B bağlarının daha zayıf olması basıncın bu ekseninde daha etkili olduğunu göstermektedir. Sonuç olarak MgB_2 'de süperiletkenlik basınçla orantılı bir şekilde azalmaktadır [54, 55, 56]. Basınçla birlikte T_c 'de gözlenen azalma lineer ya da quadratik bir şekildedir. Ancak bu değişim geri dönüşümlü bir şekilde olabilmektedir [57]. Kristal yapıya bakıldığında, çok yüksek basınçlara kadar yapının hekzagonal olarak kaldığı, yapısal bir dönüşümün oluşmadığı gözlenmiştir. a- eksenindeki basınçla göre değişim c- eksenine göre daha yavaş olmaktadır, Şekil 3.5.



Şekil 3.5. Örgü parametrelerinin basınçla değişimi[53].

Bu sonuçlar ışığında; oldukça zayıf Mg-Mg bağı, c-ekseni boyunca gözlenen büyük termal genleşme ve basınçla birlikte hızlı düşüş, titreşim genliğinin c-ekseni boyunca daha büyük olması MgB₂'nin büyük bir öneme sahip iki boyutlu elektronik yapısının oluşumundaki karakteristik gerçekler olarak ortaya çıkmaktadır.

3.8. MgB₂'nin Diğer Özellikleri

Metalik bir süperiletken olarak bilinen MgB₂, yaklaşık 40 K geçiş sıcaklığı ile bilimsel açıdan yoğun ilgi görmesinden dolayı fiziksel parametreleri gibi bazı termodinamik parametreleri de hesaplanmıştır.

Yapılan çalışmalar sonucunda bu materyal için yük taşıyıcılarının holler olduğu ve R_H Hall katsayısının da pozitif olduğu bulunmuştur [58]. R_H değeri $40 < T < 300$ K aralığında sıcaklık arttıkça azalma eğilimindedir. $T = 100$ K'de $R_H = 3 \times 10^{-11}$ m³/C değerindedir [59]. Hole taşıyıcı yoğunluğu ise $n_s = 1.7 - 2.8 \times 10^{23}$ holes / cm³ aralığında bir değere sahip olup, bu değer Nb₃Sn [60] ve optimum düzeyde dop edilmiş YBa₂Cu₃O_y [61] süperiletkenlerin taşıyıcı yoğunluğu değerlerinin yaklaşık iki-üç katı bir değerdedir.

Çoğu manyetizasyon ve transport ölçümleri MgB₂'nin, HT_c süperiletken malzemelerin performansını engelleyen ve tanecik sınırlarında gözlenen weak-link (zayıf bağlantı) elektromanyetik davranışını sergilemediğini göstermektedir [62, 63]. MgB₂'de weak-link probleminin olmaması akımın tanecik sınırlarından etkilenmeden geçtiğini ve bu nedenle yüksek bir J_c değerinin oluştuğu sonucuna götürmektedir

MgB₂'deki $J_c(T, H)$, HT_c 'lerdeki gibi weak-link etkisiyle değil pinning (tuzaklama) özellikleriyle belirlenmektedir. Gözlenen pinning özellikleri uygulanan alana kuvvetli bir şekilde bağlı olup, zayıf manyetik alanlarda giderek zayıflama eğilimindedirler [57]. Bu süperiletken sistem için genel olarak J_c değeri (4.2 K, 0 T) $> 10^7$ A.cm⁻² olarak belirlenmiştir [57].

MgB₂ için Ginzburg-Landau parametresi $\kappa \approx 26$ [64], sızma derinliği $\lambda(0) = 85 - 180$ nm, teorik yoğunluk değeri $\rho = 2.55$ g/cm³, BCS teorisi çerçevesindeki süperiletken enerji aralığı $\Delta(0) = 1.8 - 7.5$ meV olarak hesaplanmıştır [57]. Ayrıca üst kritik alan değerleri $H_{c2//ab}(0) = 14 - 39$ T ve $H_{c2//c}(0) = 2 - 24$ T aralığında değişim gösterirken, alt kritik alan değeri $H_{c1}(0) = 27 - 48$ mT değerine sahiptir [65].

3.9. MgB₂ Süperiletken Sistemine Yapılan Katkılamalar

Farklı araştırma gruplarının süperiletken sistemlere katkılamalar yaparak inceledikleri en temel parametrelerin başında kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluğu gelmektedir. Bunun yanı sıra sistem üzerine yapılan katkılamalarla birlikte yeni süperiletken sistemlerin keşfi de olağan bir sonuçtur.

MgB₂ süperiletken sisteminin keşfinden günümüze kadar geçen süre içerisinde bu sistem üzerine çeşitli katkılamalar yapılmıştır. Bu katkılamalar Mg ve B konumlarına veya sistemin geneline yapılmış olup, sonuç itibariyle T_c değerinde önemli sayılabilecek bir artma gözlenmemiştir. Ancak, bazı katkılamaların sistemin kritik akım yoğunluğu değerinde artışa neden olduğu bulunmuştur. Araştırma sonuçları akım yoğunluğundaki bu artışın sisteme katkılanan elementlerin yapı içerisinde tuzaklama merkezleri şeklinde davranmalarına dayandırılmıştır. 2001 yılından günümüze kadar araştırma grupları tarafından MgB₂ süperiletken sistemine çok sayıda katkılama yapılmıştır. Ancak, bunlar içerisinde farklı gruplarca teyit edilenler bu bölümde değerlendirmeye alınmıştır.

M.E. Yakıncı vd. [66] (MgB₂)_{2-x}Cr_x (x=0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ve 1) formundaki numuneleri katıhal-reaksiyon yöntemi ile hazırlayıp bu sistemin termoelektrik güç $S(T)$ ve termal iletkenlik $\kappa(T)$ ölçümlerini çalışmışlardır. Çalışmalar sonucunda yapıya katkılanan Cr⁺³'ün Mg konumuna geçmediği, ancak $S(T)$ ve $\kappa(T)$ üzerinde önemli etkisi olduğu bulunmuştur. Ayrıca $S(T)$ 'nin düşük bir değere ve pozitif bir eğime sahip olması bu materyalde taşıyıcıların holler olduğu sonucunu doğrulamıştır.

M.A. Aksan vd. [67] 0, 0,45 ve 1 T manyetik alan altında hazırladıkları MgB₂ numunelerin kristalografik ve elektriksel iletim özelliklerini XRD, R-T, M-H ve J_c analizleri yardımıyla incelemişlerdir. XRD sonuçlarından manyetik alan ile birlikte pik şiddetlerinde bir artış gözlenmiş ve uygulanan manyetik alan ile tanecikli yapının daha düzenli hale geldiği sonucu ortaya çıkmıştır. T_c ve J_c değerleri de manyetik alandan olumlu yönde etkilenmiştir.

G.J. Xu vd. [68] Mg_{1-x}(Al_{0.5}Li_{0.5})_xB₂ (0≤x≤0.6) şeklinde Mg konumuna double doping etkisini incelemişlerdir. T_c 'nin double doping ile azaldığı fakat Al katkılanan MgB₂ numuneden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. a- ve c- parametrelerinde düşüş gözlenmiştir. Bu azalma iyon büyüklüğü ve hole katkılama ile düzlem içi çiftlenimin artması şeklinde iki nedene dayandırılmıştır.

S. Ueda vd. [69] $Mg_{1-2x}B_2(Na_2CO_3)_x$ ($x=0-0.1$) sistemini incelemişlerdir. Katkılama miktarının artmasıyla birlikte T_c 'de düşüş gözlenmiştir. Küçük MgO parçacıkları ve karbon içeren lokal bölgeler $Mg(B,C)_2$ tuzaklama merkezleri gibi davranıp flux pinning kuvvetini artırmış, buna bağlı olarak da kritik akım yoğunluğu değerinde artış gözlenmiştir ($x=0.055$ için $J_c=3.8 \times 10^5 A/cm^2$). Ayrıca koherens uzunluğun Na_2CO_3 miktarıyla kısalması H_{c2} değerini $x=0.1$ için 29 T'ya yükseltmiştir.

M. Zouaoui vd. [70] MgB_2 'ye değişen miktarlarda Ag ekleyip elde ettikleri numunelerin normal durum direnci, kalıcı direnç oranı (RRR) ve T_c değerlerini ölçmüşlerdir. Ag'nin MgB_2 sistemine eklenmesi RRR'yi artırmış fakat T_c değerinde bir değişim oluşturmamıştır. Ag, MgB_2 ile reaksiyona girmeyip kristal sınırlarında AgMg formunda kümeler oluşturduğu gözlenmiştir. Bu iletken tabakalar ise saçılma yoğunluğunu azaltıp, numunelerin elektriksel iletim özelliklerini iyileştirmiştir.

D.W. Gu vd. [71] $Mg_{1-x}Pb_xB_2$ ($x=0, 0.01, 0.03, 0.05$ ve 0.06) formundaki numuneleri katıhal-reaksiyon yöntemiyle hazırlayıp numunelerin T_c , $\xi(T)$, $H_{c2}(T)$ ve $H_d(T)$ parametrelerinin katkılama miktarına bağlılığını incelemişlerdir. Katkılama miktarıyla birlikte oluşan safsızlıklardan dolayı T_c değerinde düşüş gözlenmiştir. 0 K'deki H_{c2} değeri Pb içeriğiyle artış göstermiştir buna bağlı olarak da koherens uzunluk, $\xi(0)$, değerinde azalma olmuştur. Koherens uzunluğun sıcaklığa bağlılığı $\xi(T)$ üst kritik alan yardımıyla $\xi(T)=(\Phi_0/2\pi\mu_0H_{c2}(T))^{0.5}$ ve $\xi(T)=\xi(0)/(1-(T/T_c))^{1/2}$ formüllerinden hesaplanıp karşılaştırıldığında bu sonuçlar arasında bir uyumun olduğu gözlenmiştir. Bu durum ise MgB_2 'nin geleneksel II. Tip bir süperiletken olduğunu söylemektedir.

M.A. Sekkina vd. [72] $Mg_{1-x}Ir_xB_2$ ($x=0, 0.02, 0.06$ ve 0.12) sistemi üzerine çalışmışlardır. x miktarıyla birlikte a - parametresinde çok az artış gözlenirken, c - parametresinde a - parametresindeki artışa nazaran daha fazla bir azalma gözlenmiştir. c/a oranındaki azalma nedeni iki sebebe dayandırılmıştır. Bunlardan birincisi Ir'nin Mg'a göre daha küçük iyonik yarıçapa sahip olması ($Mg^{2+}=72$ pm, $Ir^{3+}=68$ pm), ikinci olarak da düzlem ve düzlemler arası çiftlenimin elektron doping etkisine bağlı olması şeklindedir. T_c - offset değerleri doping miktarıyla azalmıştır. Bunun nedenleri +3 değerlikli Ir katkılama ile hole bandının dolması ve x miktarıyla safsızlık fazlarının artışı şeklinde açıklanmaktadır.

D. Goto vd. [73] $MgB_{2+x}A$ (A=Ti, Zr, Hf $x=0-0.1$) formunda hazırladıkları sistemlerin katkılama miktarıyla J_c , B_{irr} , F_p (pinning kuvveti) parametrelerinin nasıl değişim gösterdiğini incelemişlerdir. Sonuç olarak oluşan $TiBr_2$, $ZrBr_2$ ve $HfBr_2$ safsızlık fazlarının tanecik sınırlarında tuzaklama merkezleri (pinning center) şeklinde davrandıkları, bunun bir sonucu olarak da J_c değerinde artışa neden oldukları bulunmuştur. a- ve c- parametreleri ve dolayısıyla T_c değerinde önemli bir düşüş gözlenmemiştir. B_{irr} değeri Zr ve Hf katılan örneklerde Ti katılan örneklere kıyasla daha iyi olduğu bulunmuştur.

M. Kühberger vd. [74] $Mg_{1-x}A_xB_2$ (A=Sn, Co, Fe) sistemlerini incelemişlerdir. Sn için $x=0.01, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5$ şeklinde kompozisyonlar hazırlanmıştır. Yapıda Mg_2Sn fazı oluşmuş, yüksek Sn konsantrasyonunda da MgB_2 fazı kaybolmuştur. Çünkü Sn, MgB_2 örgüsüne girmeyip Mg ile Mg_2Sn fazını oluşturup MgB_2 oluşumunu engellemiştir. Ayrıca $T_{c(0)}$ 'ın $x=0.1$ için 37.5 K'den 30 K'e düştüğü gözlenen sonuçlar arasındadır. Co katılan örneklerde de Co miktarı arttıkça örnekler giderek amorf bir yapı sergilemiş ve CoB fazı oluşmuştur. Örgü parametrelerinde Fe ve Co dopingi ile düşüş gözlenmiştir. Buna neden olarak da Fe ve Co elementlerinin Mg'a kıyasla daha küçük yarıçapa sahip olmaları gösterilmiştir.

S. Soltanian vd. [75] $MgB_{2-x}C_x$ ($x=0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3$ ve 0.4) sistemini hazırlayarak akı tuzaklama, örgü parametreleri, T_c , J_c özelliklerini incelemişlerdir. C iyonunun ortalama boyutunun (0.077nm) B iyonundan (0.082nm) daha küçük olması nedeniyle a- parametresinde bir düşüş gözlenmiş, ancak c- ekseninde değişim gözlenmemiştir. T_c değerindeki düşüş az olup $x=0.4$ için 2.7 K olarak bulunmuştur. Ayrıca C yapıda Mg 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 bulunmuştur.

M. R. Cimberle vd. [76] $Mg_{0.9}Li_{0.1}B_2$ ve $MgB_2(Al)$, $MgB_2(Si)$ örneklerini hazırlamışlar ve numunelerin manyetik özellikleri ve kritik akım yoğunluklarını incelemişlerdir. Düşük oranlardaki katkılamalar için H_{c2} ve IL (irreversibility line) parametrelerinde önemli bir değişim gözlenmezken düşük sıcaklıklarda J_c 'de 3 kat artış gözlenmiştir. En iyi sonuç Si dopingi için elde edilmiştir. Bu sonuç ise düşük sıcaklıklarda Si ya da Al'nin yapıda tuzaklama merkezleri şeklinde davrandıklarına işaret etmektedir. Fakat sıcaklık arttıkça (5 K'den 30'e) J_c 'de 6 kat azalma meydana

gelmiştir. IL eğrisi H_{c2} -T eğrisinden çok daha düşük ve HT_c YBCO ve metal alaşım Nb_3Sn 'ninkinden çok uzakta çıkmıştır.

E. Kuzmann vd. [77] tarafından MgB_2 sistemine Fe ve Co elementleri birlikte katılanmıştır. Katıhal reaksiyon yöntemiyle hazırlanan numunelerin elektronik yapısı incelenmiştir. Fe içeriğinin artmasıyla birlikte Fe_2B 'nin ikinci bir faz olarak ortaya çıktığı XRD analizlerinde gözlenmiştir. Ayrıca katılama düzeyi %10 iken CoB fazı da gözlenmiştir. Fe ve Co'ın her ikisinin $T_{c(0)}$ 'ı çok az düşürdüğü belirlenmiştir. SEM ve EDX analizleri sonuçlarına göre Fe ve Co'ın her ikisinin MgB_2 'de Mg'un yerine geçtiği bulunmuştur.

C. H. Cheng vd. [78] katı-hal reaksiyon yöntemiyle $Mg_{1-x}M_xB_2$ (M=Ti, Zr, Mo, Mn, Fe, Ca, Al, Ag, Cu, Y) formunda alaşımlar hazırlamışlardır. Yaptıkları çalışmada doping etkisinin MgB_2 'nin kristal yapısı ve süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Al hariç yapıya katılan elementlerin çoğunun Mg konumundaki çözünürlüğünü çok düşük olarak belirlemişlerdir. Ayrıca süperiletkenlik geçiş sıcaklığının doping etkisiyle düştüğü gözlenen sonuçlar arasındadır.

C.H. Cheng vd. [79] katıhal reaksiyon yöntemiyle $Mg_{1-x}Ag_xB_2$ ($0 \leq x \leq 0.1$) formunda numuneler hazırlayarak Ag dopinginin MgB_2 'nin yapısı ve süperiletkenliği üzerine etkisini incelemişlerdir. XRD sonuçları, Ag dopinginin MgB_2 'nin birim hücre parametrelerinin düşüşüne yol açtığını göstermektedir. Doping düzeyi $x \geq 0.005$ olduğunda Ag, Mg konumlarına geçebilmekte, bu düzeyin altında Ag yapıda çözünmemektedir. Ayrıca Ag doping düzeyinin artışıyla birlikte kritik sıcaklıkta bir düşüşün meydana geldiği bulunan sonuçlar arasındadır.

S.Y. Li vd. [80] alkali metal katılmasının $Mg_{1-x}A_xB_2$ (A=Li, Na) sisteminin süperiletkenlik ve yapısal özellikleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Li katılmasıyla a- ve c- örgü parametrelerinde bir düşüş gözlenmiştir. Düşük Na konsantrasyonunda a- ve c- parametrelerinin her ikisinde de bir artış gözlenirken, yüksek Na konsantrasyonunda örgü parametrelerinde bir düşüş olmuştur. Li ve Na katılmalarının her ikisinin kritik sıcaklığı çok az düşürdüğü de bulunan sonuçlar arasındadır.

M. Paranthaman vd. [81] $MgB_{2-x}C_x$ ($0 \leq x \leq 1$) yapısındaki numuneleri katıhal-reaksiyon yöntemi ile hazırlayarak C dopinginin MgB_2 süperiletkeni üzerine etkisini incelemişlerdir. Hazırlanan örneklerin kristal yapıları hegzagonal olup kristal yapı parametrelerinin MgB_2 'nin literatürdeki değerleriyle aynı olduğu bulunmuştur. Yapılan

manyetik ölçümler saf ve C katılmış örnekler ($x=0.05$ ve 0.1) için T_c 'nin başlangıç değerinin aynı olduğunu göstermektedir.

M. Delfany vd. [82] katıhal reaksiyon yöntemini kullanarak MgB_2 polikristal örneklerle %5 ve %10 oranında nano boyutta Al_2O_3 tozları ekleyerek süperiletken numuneler hazırlamışlardır. Al_2O_3 miktarı arttıkça B_{irr} ve J_c değerlerinde önemli bir azalma meydana gelmiştir. Kritik sıcaklık değeri 2 K'den fazla geçiş aralığı ile 37.9 K'den 36.6 K değerine düşmüştür. Al_2O_3 konsantrasyonunun artışıyla beraber MgO miktarı artmıştır ki bu da Mg'nin Al ile yer değiştirdiği anlamına gelmektedir.

P.P. Singh vd. [83] KKR-CPA (Korringa-Kohn-Rostoker Coherent-Potential-Approximation) yaklaşımını atomik küre yaklaşımında kullanarak 3d geçiş metalleri- MgB_2 alaşımlarının [$Mg_{0.97}TM_{0.03}B_2$ (TM= Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn)] elektronik yapılarını teorik olarak incelemişlerdir. Sonuçta V, Cr, Mn, Fe ve Co'nun MgB_2 ile yaptıkları alaşımların manyetik olduklarını bulmuşlardır. Allen Dynes denklemi yardımıyla bu alaşımların T_c değerlerini hesaplamışlardır. En düşük T_c $Mg_{0.97}Cr_{0.03}B_2$ için ve en yüksek T_c $Mg_{0.97}Zn_{0.03}B_2$ için elde edilmiştir.

X. F. Rui vd. [84] katıhal reaksiyon metodunu kullanarak hazırladıkları $MgB_2(Al_2O_3)_x$ ($x=0, 6\%, 10\%, 15\%, 20\%$) stokiometrisine sahip nano-alümina eklenmiş sistemlerin T_c , J_c-H ve $H_{irr}-T$ parametrelerinin x miktarı ile değişimini araştırmışlardır. J_c-H ve $H_{irr}-T$ karakteristikleri $Mg_{1-x}Al_xB_2$ formundaki Al katkılanmış sistemlere oranla daha iyi sonuçlar vermiştir. DC manyetizasyon ölçümleri T_c 'nin katkılama miktarı arttıkça azaldığını göstermiştir. Deneysel sonuçlar MgB_2 'nin tanecik sınırlarına yerleşen nano-alümina (10–50 nm) parçacıklarının güçlü tuzaklama merkezleri şeklinde davranış sergilediğini ve bundan dolayı da pratikteki uygulamalar açısından önem taşıyan J_c ve H_{irr} değerlerinde artışın olduğu sonucunu doğrulamaktadır.

S. Soltanian vd. [85] Cu, Ag ve Fe kılıflar kullanarak PIT metodu ile MgB_2 şeritler hazırlayarak bu şeritlerin J_c değerlerini $M-H$ eğrilerinden faydalanarak Bean formülü yardımıyla hesaplamışlardır. Yapılan çalışmada sinterleme süresinin ve sıcaklığın Cu, Ag ve Fe kaplı MgB_2 şeritlerin kritik akım yoğunlukları üzerine etkisi araştırılmıştır. 6 dakika sinterleme süreci için Cu ve Ag kaplı şeritlerin J_c değerleri daha uzun süren sinterleme sürecine oranla daha iyi sonuçlar vermiştir. Çünkü uzun süren ısı işlemlerde MgB_2 Cu ile Cu_2Mg , Ag ile Ag_3Mg fazlarını oluşturmaktadır. Sonuçlar Fe'nin MgB_2 ile reaksiyona girmemesinden dolayı en iyi kılıf maddesi olduğunu göstermektedir.

G. J. Xu vd. [86] $Mg_{1-x}(Zn_{0.5}Al_{0.5})_xB_2$ ($0 \leq x \leq 0.8$) sisteminin kristal yapısını, süperiletkenlik geçiş sıcaklığını ve diğer iletim özelliklerini XRD, ac alınganlık, manyetizasyon ve direnç ölçümleri ile incelemiştir. Ayrıca sistematik bir karşılaştırma Al ve Al-Li katkılanmış örneklerle yapılmıştır. Zn-Al sistemi için a- ve c-parametreleri Al ve Al-Li sistemleri için bulunan değerlerden fazla çıkmıştır. Bunun nedeni ortalama iyonik yarıçaplara bakıldığında Zn ve Al için (0.63 \AA) bulunan değer diğer sistemlere kıyasla daha büyük bir değere sahip olmasıdır (Li ve Al (0.60 \AA), Al için (0.51 \AA)). Bundan dolayı Zn-Al sisteminin T_c değeri diğer iki sisteme kıyasla daha büyüktür. MgB_2 'nin taşıyıcı konsantrasyonu HT_c süperiletkenlere kıyasla daha büyük olduğundan taşıyıcı konsantrasyonundaki küçük değişimler normal durum direncini değiştirmeyecektir. Normal durum direncini yapı içerisindeki saçılmalar, tanecikler arasındaki bağlanmalar ve yapısal özellikler etkilemektedir.

T. Nakane vd. [87] demir kılıf kullanarak PIT metodu ile MgB_2 içine Nb_xB_2 ($x=1$ ve 0.91) ekleyerek hazırladıkları şeritlerin J_c - B karakteristiklerini ölçmüşlerdir. Deneysel sonuçlar J_c - B karakteristiklerinin uygun oranlarda NbB_2 (≈ 10 mol%) eklenmesi ile iyileştiğini göstermiştir. NbB_2 'nin tanecik (grain) boyutu tuzaklama merkezi şeklinde davranması için çok büyük olduğundan ($2-5 \mu m$) nano boyutta NbB_2 parçacıkları ile güçlü tuzaklama merkezleri oluşturulup, tanecikler arası bağlanmanın artmasından dolayı da mikroyapıdaki yoğunluk artırılmıştır. Ayrıca Nb miktarının değişiminin ($x=1$ ve 0.91) J_c - B karakteristiğinde değişime neden olmadığı da bulunan sonuçlar arasındadır. Sonuç olarak Nb_xB_2 bileşiğinin MgB_2 şeritlerin gelişmesi için kullanışlı ve gelecek vadede bir bileşik niteliğinde olduğunu belirlemiştir.

S. Agrestini vd. [88] elektron doping etkisinin MgB_2 'nin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkisini araştırmışlardır. $Mg_{1-x}Sc_xB_2$ sistemini Sc miktarının bir fonksiyonu olarak çalışmışlar ve yük yoğunluğunun sistemdeki süperiletkenlik özelliği üzerine nasıl etki edebileceğini incelemiştir. T_c değeri Sc miktarı ile azalmış ve $x=0.3$ için süperiletken faz yok olmuştur. Teorik bant yapısı çalışmaları bu kritik doping miktarında boron'un σ bantlarının doldurulduğunu, buna bağlı olarak da süperiletkenliğin yok olduğunu göstermektedir. Çünkü B tabakalarındaki yük yoğunluğu boron'un σ bantları ile ilişkili olan Fermi düzeyinin konumunu belirleyen önemli bir parametredir.

Y. Ma vd. [89] MgB_2 'ye WSi_2 ekleyerek şerit formunda numune eldesi için PIT metodunu kullanmışlardır. Mikroyapı analizleri WSi_2 dopinginin çekirdek yoğunluğunu

ve tanecikler arası bağlanmaları arttırdığını, bu nedenden dolayı da J_c 'de 2 kat bir artışın oluştuğunu göstermektedir. Yüksek manyetik alanlarda J_c - B eğrisinin çok iyi performans sergilemesi, yüksek alan değerlerinde tuzaklama merkezlerinin etkin olmasına bağlanmıştır. Ayrıca doping ile birlikte T_c değerinde 0.7 K kadar bir azalma gözlenmiştir.

C. H. Cheng vd. [90] $MgB_{2-x}C_x$ ($x=0\%$, 5% , 8% , 10%) bileşimine sahip elmas nanoparçacıklarının MgB_2 sistemine doping etkisini araştırmışlardır. T_c değeri katkılama miktarıyla beraber taşıyıcı yoğunluğunun azalmasından dolayı azalmış, H_{irr} ve J_c değerleri artmıştır. Bu sonucun gözlenmesi yüksek yoğunlukta dislokasyonların ve elmas nanoparçacıklarının bu bileşiklerde akı tuzaklama özelliklerini artmasından dolayıdır. Mikroyapısal analizler, elmas katkılanmış MgB_2 süperiletkeninin sıkı paketli MgB_2 nano grainler (≈ 50 – 100 nm) ve grainler içerisinde yüksek miktarda düzgün bir şekilde dağılmış elmas nanoparçacıklarının (≈ 10 - 20 nm) varlığını göstermektedir.

H. L. Li vd. [91] MgB_2 ve $Mg_{0.93}Li_{0.07}B_2$ sistemlerinin aktivasyon enerjilerini $\rho = \rho_0 \exp(-U/k_B T)$ formundaki Arrhenius aktivasyon yasasını kullanarak farklı manyetik alanlar altında hesaplamışlardır. Yapılan hesaplamalar sonucunda Li katkılı sistemin aktivasyon enerjisinin MgB_2 'ye kıyasla 14, 10 ve 7 T manyetik alanlarda sırasıyla 25%, 20.4% ve 16.5% oranlarında arttığı bulunmuştur. Yüksek manyetik alanlarda aktivasyon enerji değerlerinin büyük çıkması yapı içerisindeki vortekslerin tuzaklama özelliklerinin artmasına bağlanmıştır. Ayrıca düşük miktarda yapılan katkılama ile T_c değeri neredeyse hiç değişim göstermemiştir.

X. L. Xu vd. [92] $Mg_{1-x}Au_xB_2$ ($x=0$ - 1) kompozisyonu ile MgB_2 sistemine Au doping etkisini incelemişlerdir. Hafif olan Mg konumlarına daha ağır olan Au atomlarının yerleştirilmesi kritik sıcaklık değerinde düşüşe neden olmuş $x \geq 0.382$ için süperiletken faz geçişi gözlenmemiştir. Bu sonuç BCS teorisi ile uyum içerisinde. Çünkü Mg atomlarına kıyasla daha ağır olan Au atomları fonon frekansının düşmesine neden olmuş ve dolayısıyla T_c de bunun bir sonucu olarak azalmıştır. Ayrıca SEM analizleri ortalama tanecik boyutunun çok küçük olduğunu ($\approx 1\mu m$ 'den küçük) düzenli kristal taneciklerinin gözlenmediğini göstermektedir. Hazırlanan numunelerin saf MgB_2 'ye göre daha yoğun ve sert olduğu da gözlenen sonuçlar arasındadır.

Y. Zhao vd. [93] Si katkılanmış MgB_2 sistemini lazer deposisyon yöntemiyle ince film formunda hazırlamışlardır. Şimdiye kadar MgB_2 'ye yapılan katkılamalar arasında tuzaklama kuvvetini en iyi şekilde veren Si olmuştur. Si film içerisinde çok iyi

bir şekilde dağılmış, optimum Si doping düzeyi MgB_2 için bu metotta %3.5 bulunmuştur. Hazırlanan filmlerin $H_{irr}-T$ eğrisinin büyük bir eğime sahip olması akı tuzaklamasının yapıda arttığına işaret etmektedir. Çünkü yapıya katılan Si T_c değerini düşürmeden tuzaklama merkezi şeklinde davranıp J_c değerini arttırmıştır.

Y. Moritomo vd. [94] iki değerlikli geçiş metallerinin Mg konumlarına kimyasal olarak katılmasını çalışmışlardır. $Mg_{1-x}M_xB_2$ ($M= Mn, Fe, Co, Ni, Zn$ ve $x=0.03$) kompozisyonunda hazırlanan numunelerde Mn^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} ve Ni^{2+} şeklindeki manyetik iyonların Mg^{2+} konumlarına yerleştirilmesinin kritik sıcaklığı düşürdüğü gözlenmiştir. Bu sonuca sebep olarak da local spin \bar{S} ve cooper çiftlerinin elektron spini \bar{s} arasındaki etkileşme gösterilmiştir. Çünkü local spin-elektron etkileşimi Cooper çiftlerinin bozulmasına ve dolayısıyla kritik sıcaklığın düşmesine neden olmuştur. Zn katkılması ile kritik sıcaklık değeri 0.2 K artmıştır. Çünkü fermi düzeyindeki durum yoğunluğunun artışı kritik sıcaklığı artıracaktır.

Y. D. Gao vd. [95] Mg konumlarına Fe katılma etkisini incelemişlerdir. $Mg_{1-x}Fe_xB_2$ tozları $x= 0, 0.05, 0.1, 0.2$ ve 0.4 için amorf bir yapı sergilemiş, süperiletken faz gözlenmemiştir. $x= 0-0.2$ için $450\text{ }^{\circ}C$ 'nin üzerinde MgB_2 fazı oluşmuştur. Yapıdaki Fe çözünürlüğü ısıtma işlem sürecinin artmasıyla %1 oranında azalmış, bunu takiben a- ve c- örgü parametrelerinde düşme gözlenmiştir. $x= 0.05, 0.1$ ve 0.2 için kritik sıcaklık ısıtma işlem sürecinin artmasıyla artmıştır ki bu da örgü parametrelerinin azalması sonucuyla uyum içindedir. $450\text{ }^{\circ}C$ 'de ısıtma işlem görmüş $x=0.05$ için sistem 30–290 K arasında paramanyetik davranış sergilemiştir. Ayrıca T_c sıcaklığının altında yapıda manyetik düzenlenimin olduğu bulunan sonuçlar arasındadır.

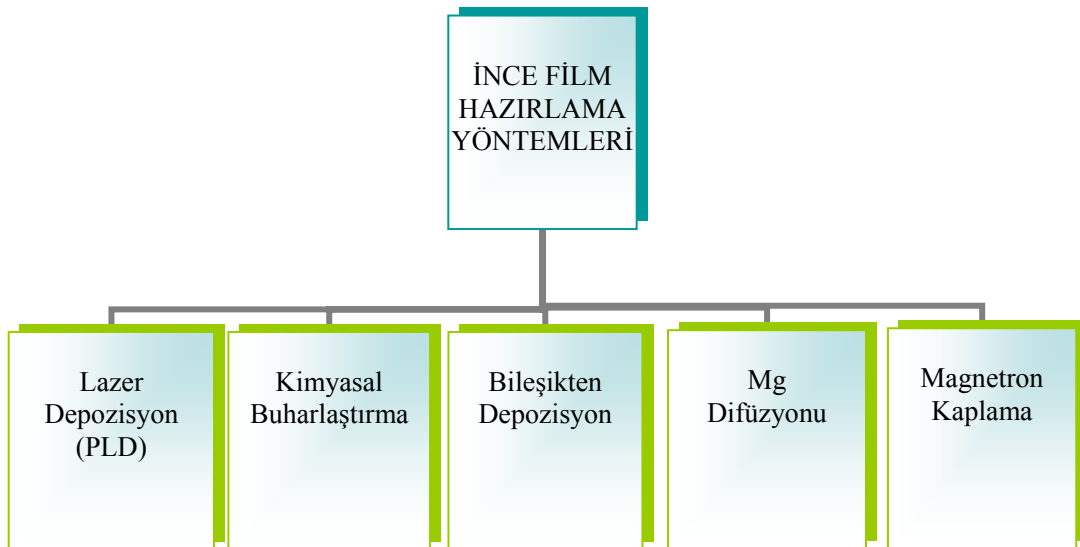
4. GENEL NUMUNE HAZIRLAMA YÖNTEMLERİ

Yaklaşık yarım asrı aşkın bir süreden beri bilim dünyasındaki yerini alan MgB_2 , laboratuvar ortamında istenilen kompozisyonda Mg ve B tozları kullanılarak elde edilebileceği gibi Bor çubuklar etrafına Mg tozları yerleştirilip kapalı tüpler içerisinde difüzyon yöntemi ile de hazırlanabilmektedir. Ayrıca bu malzemeyi piyasadan hazır olarak temin edebilme olanağı da mevcuttur. 2001 yılından bugüne kadar geçen süre içerisinde araştırmacı grupların çoğu, hazır halde bulunan MgB_2 tozlarını kullanmayı tercih edip çalışmalarında zamandan tasarruf etmişlerdir.

MgB_2 , süperiletkenlik özelliğinin keşfinden günümüze kadar geçen süre içerisinde değişik formlarda üretilmiştir. Örneğin; ince filmler, değişik geometrilere sahip bulk malzemeler, tek kristaller, toz, tel, şerit ve kablo olarak sıralayabiliriz. Hazırlanan tüm formlarda güdülen temel amaç bu malzemenin süperiletkenlik özelliklerini iyileştirmekle birlikte teknolojik uygulamalara da uyarlanabilmesini sağlamaktır.

4.1. İnce Film Hazırlama Yöntemleri

MgB_2 'yi ince film olarak elde edebilmek için kullanılan hazırlama yöntemleri 5 ana türde toplanabilmektedir, Şekil 4.1.



Şekil 4.1. İnce film hazırlama yöntemleri.

MgB₂ ince film şeklinde üretilirken, üzerine film yapılacak uygun tutucu (substrate) seçimi dikkat gerektiren bir husustur. MgB₂ ince film üretiminde kullanılan en uygun tutucular; SiC, Si, LaAlO₃, SrTiO₃, MgO, Al₂O₃ ve paslanmaz çelik (SS) olarak belirlenmiştir. Film üretiminde substrate'lerin seçimi kadar kullanılan hazırlama yöntemi de malzemenin süperiletkenlik özelliklerini etkileyebilmektedir. Yapılan araştırmalar aynı tutucu yüzeyi üzerine farklı yöntemlerle yapılan filmlerin süperiletkenlik özelliklerinde bir değişimin meydana geldiğini göstermektedir. Her bir yöntem için T_c ve geçiş aralığı değişim gösterebilmektedir ve en iyi sonuç ise Mg difüzyon metodu ile hazırlanan numunelerden elde edilmektedir.

4.2. Mg Difüzyon Metodu

Süperiletken MgB₂'nin teknolojiye aktarımında (örneğin kablo, magnet, bobin v.b.) tel ve şerit üretimi gerekmektedir. Ancak, bu malzeme mekanik açıdan sert ve kolay kırılabilir bir yapı sergilemektedir. Bu nedenle optimum özelliklere sahip tel ve şerit üretimi çok zor gerçekleşmektedir. Fakat bu sorun PIT metodu ya da magnezyum difüzyon metodu ile başarılı bir şekilde ortadan kaldırılabilir. Mg difüzyon metodu yalnızca film üretiminde değil katı, toz, tel ve şerit üretiminde de kullanılmaktadır.

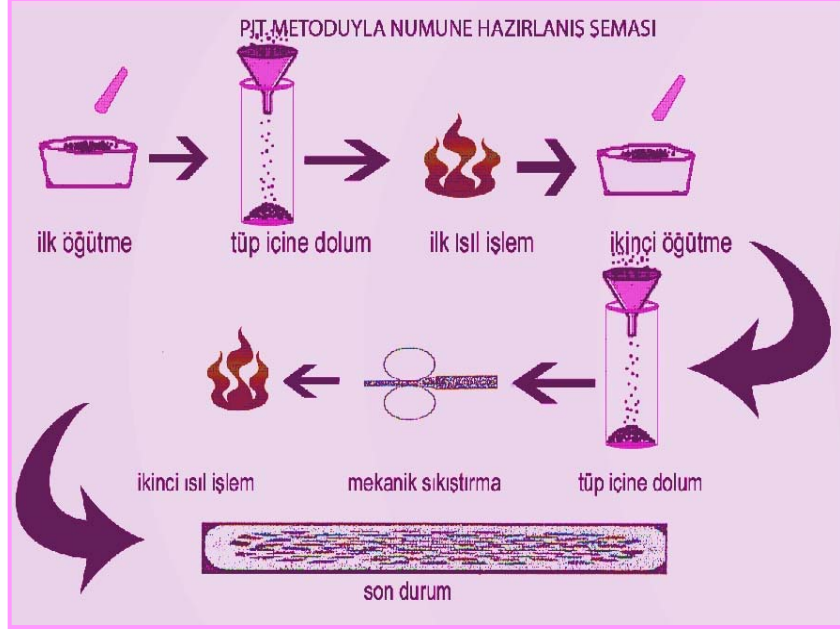
Bu metotta metalik bir tüp içerisine B tel yerleştirilip etrafı Mg tozları ile doldurulmaktadır. Bu işlemin bir tüp içerisinde yapılma nedeni ise Mg'un yüksek buharlaşma özelliği sergilemesidir. Genellikle Nb ya da Ta tüpler bu metotta tercih edilmektedirler. Mg, B ile beraber tüpler içerisine yerleştirildikten sonra 800–900 °C aralığında ısıtım uygulanır. Isıtım süresince Mg, B içerisine difüz eder ve MgB₂ formunda yapılaşır. Bu sürecin ardından tüplerden çıkarılan malzeme öğütülerek nano/mikro boyutta MgB₂ süperiletken tozlar elde edilmiş olur. Bu tozları tel ve şerit formuna getirebilmek için tekrar uygun tüpler içerisine koyup değişik basınçlarda presleyerek ısıtım adımlarının sırasıyla uygulanması gerekir.

4.3. Powder-In –Tube (PIT) Metodu

H_{T_c} süperiletkenlerin keşfinden günümüze kadar süperiletken sistemler üzerine farklı numune hazırlama metotları uygulanarak, teknolojik açıdan büyük bir öneme

sahip olan akım yoğunluğunun artırılması amaçlanmıştır. Bu yöntemler içerisinde en iyi sonucu veren PIT metodu olmuştur. Bu metot yüksek kaliteli süperiletken kablo, şerit, ince tel, kalın film v.b. formda malzeme hazırlanmasını mümkün kılmaktadır. PIT metodu ile numune hazırlanırken uygulanacak işlem sırası aşağıdaki gibidir:

- 1) Hazır olarak alınmış tepkin MgB_2 tozu veya stokiometrik kompozisyonda karıştırılmış Mg ve B toz karışımı çok küçük parçacık boyutuna sahip tozların eldesi için öğütme işlemine tabi tutulur.
- 2) 1. adım sonucunda elde edilen homojen formdaki toz numune karışımı SS (stainless steel), Cu, Ag, Ni, Nb, Fe veya Ag/SS, Cu-Ni, Ta/Cu şeklindeki bileşiklerden yapılmış uygun bir tüp seçilerek içerisine doldurulur. Fakat çok yüksek sıcaklıklarda toz numunenin, Mg'un buharlaşma özelliğine karşı bir bariyer görevi üstlenen metalik tüp ile reaksiyona girmemesine dikkat edilmelidir. Aksi takdirde elde edilecek numunenin süperiletkenlik özellikleri olumsuz yönde etkilenebilmektedir.
- 3) Metalik tüpün iki ucu kapatıldıktan sonra presleme, bükme, burma v.b. mekanik işlemler belirli bir basınçla uygulanır. Bu işlem esnasında numune üzerinde meydana gelebilecek olan kırıklar, çatlaklar v.b. gibi deformasyonların olmaması için presleme esnasında uygun basınç ortamının belirlenmesi gerekmektedir. Presleme işlemini yapmaktaki amaç, numunenin fiziksel dayanıklılığını arttırmaktır. Ayrıca bu metotta kullanılacak tüpün yüksek termal genleşme özelliğine sahip olmasına özen gösterilmelidir.
- 4) Son aşamada ısıl işlem adımıdır ki en iyi sonucun elde edilebilmesi için uygun sıcaklık aralığının belirlenmesi gerekmektedir. Tüp içerisindeki numune Ar gaz ortamında 500–700 °C aralığında değişen bir sıcaklıkta 1-24 saat ısıl işleme tabi tutulur. Isıl işlem adımı numunenin fiziksel ve kimyasal özellikleri de göz önünde bulundurularak erime sıcaklığına yakın fakat numunenin karakteristik özelliklerini bozmayan uygun bir sıcaklık ortamının tespit edilmesi gerekmektedir, şekil 4.2.
- 5) 4. aşamadan sonra fiziksel özelliklerin optimizasyonuna göre gerek görüldüğü takdirde tekrar mekanik ve ısıl işlem adımları tekrarlanabilir.



Şekil 4.2. PIT metoduyla numune hazırlanış şeması.

Sonuç olarak bu metot kullanılarak hazırlanan kablo, şerit ve film formunda MgB_2 numunelerin özellikle üretimi kolay ve hemen her laboratuarda mümkün olabildiği için bu yöntemle hazırlanan malzemeler teknolojiye daha çok kullanım alanı bulabilecektir.

4.4. Katıhal Reaksiyon Metodu

Katıhal reaksiyon metodu hem kolaylığı hem de maliyeti düşük olduğu için en çok tercih edilen yöntemlerden birisidir. Başlangıç olarak %99.9 saflıkta Mg tozları ile %99.9 saflıktaki amorf B tozları stokiometrik kompozisyonda argon gaz ortamında karıştırılarak homojen materyal elde edilir. Elde edilen toz karışımı daha sonra uygun basınç altında pelet (tablet) haline getirilir Ar gaz ortamında yaklaşık olarak 600–900 °C aralığında değişen bir sıcaklıkta belirlenen bir zaman dilimi içinde ısıtılma tabii tutulur. Bu süreçte dikkat edilmesi gereken önemli bir nokta, yeterli derecede kristalleşmenin oluşabilmesi ve yapı içerisinde meydana gelebilecek iç gerilmenin oluşmaması için soğuma sürecinin düşük soğuma hızında yapılmasıdır. Ayrıca ısıtılma sırasında yine kapaklı bir mekanizma veya tüpler kullanılarak Mg'nin buharlaşmasının önüne geçilmelidir.

5. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI VE ÖLÇÜMLER

5.1. Örneklerin PIT Metodu Kullanılarak Hazırlanması ve Isıl İşlemler

$(\text{MgB}_2)_{1-x}\text{Co}_x$ ($0.005 \leq x \leq 0.5$), $(\text{MgB}_2)_{1-x}\text{Mo}_x$ ($0.005 \leq x \leq 0.3$) kompozisyonuna sahip numunelerin eldesi için %99.99 saflıktaki MgB_2 (Alfa Aesar), Co (Aldrich) ve Mo (Aldrich) kimyasal hazır tozları kullanılmıştır. Hazırlanacak numuneleri şerit formunda elde edebilmek için de en uygun metot olan PIT metodu kullanılmıştır.

Başlangıçta hesaplanan stokiometrilere uygun oranlarda tartılan kimyasal tozlar mümkün olabildiğince homojen ve ince parçacık boyutuna sahip bir karışımın eldesi için mermer havan içerisinde yaklaşık olarak bir saat boyunca mermer havanın ağzı kapatılarak karıştırılıp öğütülmüştür. Hazırlanan toz karışımı bir ucu kapatılmış %99.98 saflıkta, 5 mm iç çapında ve 0.5 mm duvar kalınlığındaki gümüş tüp içerisine doldurulmuştur. Dolum aşamasında tüp sürekli titreştirilerek kimyasal tozların aralarında boşluk kalmayacak şekilde sıkışmaları sağlanmıştır. Sonra tüpün diğer ucu da 9 tonda preslenerek kapatılıp ısıl işlem süreci için fırınlama aşamasına geçilmiştir.

Bütün ısıl işlemler 3 bölgeden oluşan 7 cm çapında ve 80 cm uzunluğunda Alser Protherm marka dijital kontrollü tüp fırında gerçekleştirilmiştir. Alümina kayık içerisine konulan iki ucu kapatılmış gümüş tüp, fırın içerisinde bulunan quartz cam boru içerisine, fırının orta ısıtma bölmesine gelecek şekilde yerleştirilmiştir. Quartz cam borunun bir ucu gaz girişi diğer ucu da gaz akışını tespit edebilmek ve gerektiğinde gaz akış hızını kontrol edebilmek için içerisinde parafin bulunan gaz yıkama şişesine bağlanmıştır. Numune fırın içerisindeki quartz cam boru içerisine yerleştirilip cam borunun ağzı kapatıldıktan sonra boru içerisindeki hava ortamının giderilmesi için vakumlama işlemine geçilmiştir. Bu işlem mekanik vakum pompası kullanılarak yapılmıştır. Cam boru içerisindeki ortam belirli bir süre vakumlandıktan sonra ortama %99,99 (spektroskopik) saflıkta Ar gazı verilip tekrar vakumlama işlemi uygulanmıştır. Bu işlem 3–4 kez tekrarlanarak cam boru içerisindeki hava tamamen uzaklaştırılıp Ar atmosferi oluşturulmuştur. Isıl işlemler ise $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{dk}$ ile $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 'ye çıkılıp bu sıcaklıkta 24 sa. beklendikten sonra $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{dk}$ ile oda sıcaklığına düşülecek şekilde yapılmıştır.

İlk ısıl işlem adımından sonra gümüş tüp içerisindeki toz numune mermer havan içerisine boşaltılıp tekrar öğütme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra 2 cm uzunluğunda

gümüş borular kesilerek toz numune bu borular içerisine doldurulmuşlardır. Gümüş borular içerisindeki toz numuneyi şerit formuna getirebilmek için 9 ton basınç değerinde 10 dk. süre ile presleme işlemi uygulanmıştır. Uygulanan izostatik presleme işlemi SPECAC marka hidrolik press makinası ile yapılmıştır. Bu işlem esnasında düşük basınç değerinden başlayarak adım adım 9 ton'a gelinmiş, 9 ton basınç ortamında 10 dk beklenmiştir. Şerit formuna getirilen numunelere ilk adımdaki ısıl işlem sürecinin aynısı uygulanarak numunelerimizi hazırlama aşamamız sonuçlanmıştır.

5.2. X- Işınları Toz Kırınım (XRD) Ölçümleri

Deneyler sonucunda ölçüm için hazır hale getirilen numunelerin kristalografik analizleri X-ışınları toz kırınım yöntemi ile yapılmıştır. Çalışmalarımız süresince ölçümler Rigaku RadB-DMAX-II bilgisayar kontrollü $CuK\alpha$ ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) ışınımı veren X-ışını difraktometresi kullanılarak alınmıştır. Ölçüm aşamasında, şerit formundaki numunelerimiz toz haline getirilip özel cam örnek tutucuları arasında ince bir tabaka halinde sıkıştırılarak ölçüm için difraktometrenin içine yerleştirilmiştir. Ölçümler, tarama hızı tüm örnekler için standart $3^{\circ}/dk$ olacak şekilde $2\theta = 3^{\circ}$ den 80° ye kadar alınmıştır. Ölçümler sonucunda alınan difraktogramların indislenmesi ve kristal yapı parametrelerinin belirlenmesi ise Jade 6.0+ Crystal Refinement programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

5.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemeleri

Taramalı elektron mikroskobu ile (Scanning Electron Microscope, SEM) örneklerin yüzey formasyonu, faz oluşumları ve taneciklerin yapı içerisindeki düzenlenimlerini kapsayacak şekilde mikroyapı analizleri yapılmıştır. Numunelerimizin analizleri LEO EVO-40XVP marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak 10–20 KV çalışma aralığında gerçekleştirilmiştir. Analizler sırasında numunelerin yüzeyleri hiçbir işleme tabi tutulmayıp (örneğin parlatma v.b.) farklı büyütmelerde doğrudan incelenmiştir. Ancak yapısal analizler için dedektörün çalışma

aralığında dolayı B elementi algılanamadığından EDX analizleri yapılamamıştır. Dolayısıyla mikro analizler için doğrudan XRD sonuçlarından faydalanılmıştır.

5.4. Manyetizasyon (M-H, M-T) Ölçümleri

Manyetizasyon ölçümleri için şerit formundaki numuneler düzenli bir geometride kesilip ağırlıkları hassas terazi ile tartıldıktan sonra ölçüm aşamasına geçilmiştir. Ölçümler Cryogenic Q-3398 Vibrating Sample Magnetometer (VSM) sisteminde alınmıştır.

M-H ölçümleri alınırken manyetik alan bir maksimum değerden itibaren eşit değerdeki negatif manyetik alan değerine kadar değiştirilip, tekrar ilk etaptaki pozitif alan değerine kadar yükseltilmiştir. Bu ölçümler her bir örnek için üç farklı sıcaklık değerinde alınmıştır. M-T ölçümleri ise sabit 0.01 T manyetik alan altında alınmıştır.

5.5. Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T)

Elde edilen şeritlerin elektriksel özellikleri, direnç-sıcaklık (R-T), için klasik 4 nokta kontak metodu ve iletken gümüş boya kullanılmıştır. 0-6 Tesla manyetik alan altında yapılan ölçümlerimizde Cryogenic Q-3398 Vibrating Sample Magnetometer (VSM) sistemi (D.C. elektriksel direnç ölçüm ataçmanı) kullanılmıştır. Alan altındaki ölçümlerimizde örneklerin zarar görmemesi için düşük alanlardan itibaren yüksek alanlara doğru ölçümler yapılmıştır (0, 2, 4, 6 Tesla). Ancak normal ölçümler için (0 Tesla) Leybold LT-10 kapalı devre He cryostat sistemi de kullanılmıştır. Her iki sistemde tamamen bilgisayar kontrollü ve kontak noktalarında ısınmayı önlemek için belirli aralıklarla $\pm 1 -10$ mA (örneklerin oda sıcaklıklarındaki dirençlerine göre değişmektedir) mertebesinde DC akım verilerek dirençler ölçülmüş ve sıcaklığa karşı grafiğe geçirilmiştir.

6. DENEYSEL SONUÇLAR

Bu bölümde tez kapsamında yaptığımız deneylerden elde edilen bulgular ve sonuçları verilmektedir. Bu bağlamda 6. bölüm 2 ana kısma ayrılmıştır. Bunlardan birisi Co katkılı sistemin değerlendirilmesi diğeri de Mo katkılı sistemin sonuçlarını kapsamaktadır.

6.1. X-Işınlari Kırınım Sonuçları

X-ışınları analizi kristal yapıların incelenmesi için gerekli olan bir yöntemdir. Tez dahilinde hazırladığımız örneklerde Co ve Mo elementlerinin MgB_2 sistem içerisinde nasıl bir yapılaşma sergilediği, reaksiyona girip girmediği ve temel sistemin kristal yapısında bir değişiklik oluşturup oluşturmadığı XRD sonuçları ile değerlendirilmiştir.

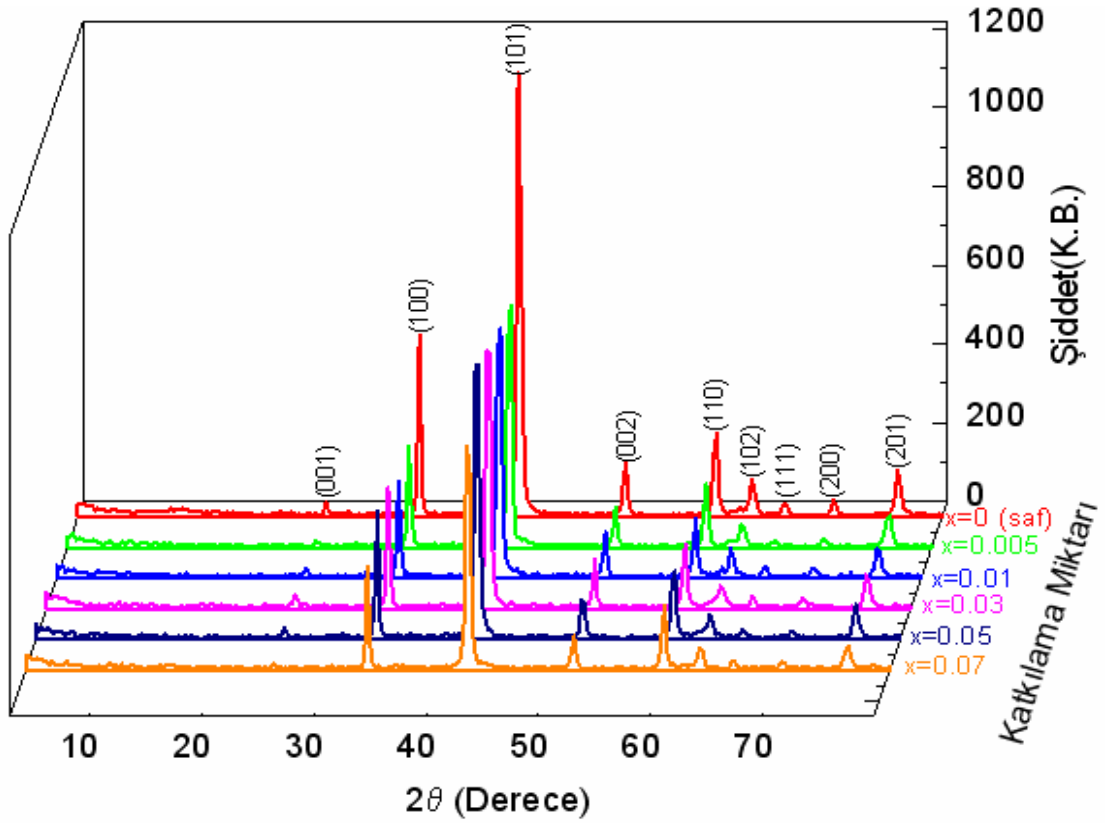
6.1.1. Co Katkılı Örneklerin X-Işınlari Kırınım Sonuçları

Sonuçların incelenmesinde kolaylık olması açısından Co katkılı sistemin XRD analizleri iki kısma ayrılmıştır. Bunlardan biri düşük katkı oranlı diğeri de yüksek oranda katkılanmış sistemdir.

6.1.1.1. $0.005 \leq x \leq 0.07$ Aralığında Yapılan Katkılamalar (düşük oranlı katkılama)

Bu bölümde $(MgB_2)_{1-x}Co_x$ ($x=0.005, 0.01, 0.03, 0.05, 0.07$) kompozisyonuna sahip örnekler için elde edilen toz kırınım sonuçları karşılaştırma amacıyla saf MgB_2 'ye ait toz kırınım deseni ile birlikte Şekil 6.1'de gösterilmektedir.

Saf MgB_2 materyalinin XRD sonucu literatürle tam olarak uyuşum içerisinde ve tek fazlı bir yapılanmada olduğunu göstermektedir. Özellikle MgB_2 sisteminin karakteristik pikleri olarak kabul edilen $2\theta = 33.4, 42.4, 51.8, 63.1$ ve $76,13$ 'deki pikler tam olarak elde edildiği için kullanılan çıkış maddesinin saflığına tam olarak emin olunmuştur.



Şekil 6.1. $(MgB_2)_{1-x}Co_x$ ($x=0, 0.005, 0.01, 0.03, 0.05, 0.07$) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri.

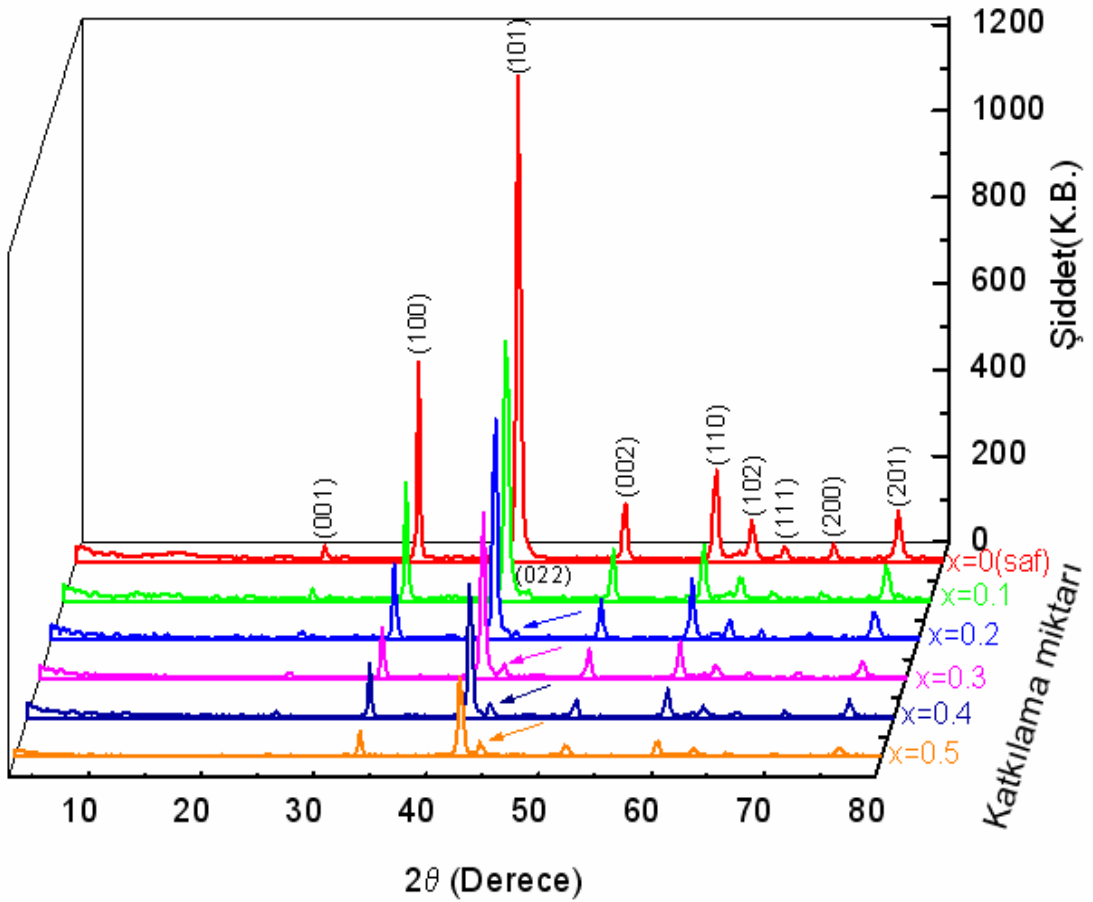
Şekil 6.1'den görüldüğü gibi düşük oranlarda yapılan katkılmalarda yapı içerisinde kristalografik değişimlerin olmadığı görülmektedir. Özellikle Co-Mg ya da Co-B bileşimine sahip veya Mg-B-Co ilişkili herhangi bir faz oluşumuna rastlanmamıştır. Ancak, XRD sonuçları doğrultusunda yapı içerisinde herhangi bir safsızlık fazına rastlanılmamasına rağmen ana matrixin pik şiddetlerinde belirgin bir azalma gözlenmiştir. Bu da bize yapıya çok az miktarda katkılanan Co'nun sadece çok düşük oranlarda taneciklerin birbirleri ile değme yüzeylerinde (inter-granular contact points) konumlanmış olabileceğini ve bunun da yapıda XRD tarafından algılanamayacak boyutta olduğunu işaret etmektedir. Benzer bulguya literatürde özellikle düşük oranda Al katkılı sistemde rastlanmıştır [96].

Buna rağmen katkılı örneklerin kırınım desenlerine bakıldığında pik genişliklerinde kayda değer bir genişlemenin olmadığı da görülmektedir. Bu sonuç ise yapı içerisine kristalleşmenin aslında düzgün olduğuna işaret etmektedir. Bu sonuçlar ışığında örneklerin kristal simetrisinin basit hekzagonal formda ve örgü parametrelerinin de $a = b = 3,0912 \text{ \AA}$ ve $c = 3,5293 \text{ \AA}$ olduğu hesaplanmıştır.

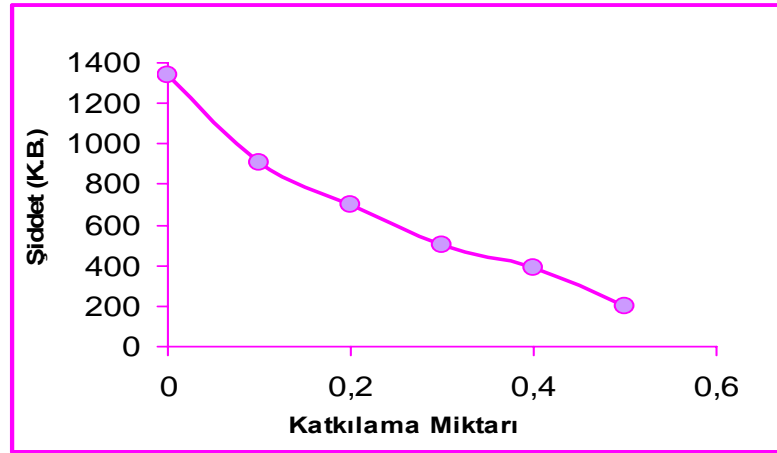
6.1.1.2. $0.1 \leq x \leq 0.5$ Aralığında Yapılan Katkılamalar (yüksek katkılama oranı)

$(MgB_2)_{1-x}Co_x$ formundaki $x=0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$ katkılama miktarına sahip örnekler ile saf MgB_2 'nin XRD grafikleri şekil 6.2'de verilmiştir.

Düşük miktarlarda yapılan katkılamalarda Co elementi Mg ya da B ile bir tepkime vermezken, katkı miktarının artması ile birlikte B ile tepkimeye girip Co_4B bileşiğini oluşturmuştur. Katkılı örneklerin XRD grafikleri incelendiğinde Co_4B fazının (PDF kart no:39-1107) (022) düzlemine ait piki dışında diğer piklerin hekzagonal MgB_2 'nin literatürde belirlenen kristalografik yapısına ait pikler olduğu bulunmuştur. Bununla birlikte MgB_2 'ye ait pik şiddetlerinin katılan Co miktarı ile birlikte azalmaya devam ettiği tespit edilmiş, Şekil 6.3, Co_4B safsızlık fazına ait pik şiddetinin ise katkılama miktarıyla orantılı olacak şekilde arttığı bulunmuştur, Şekil 6.4.

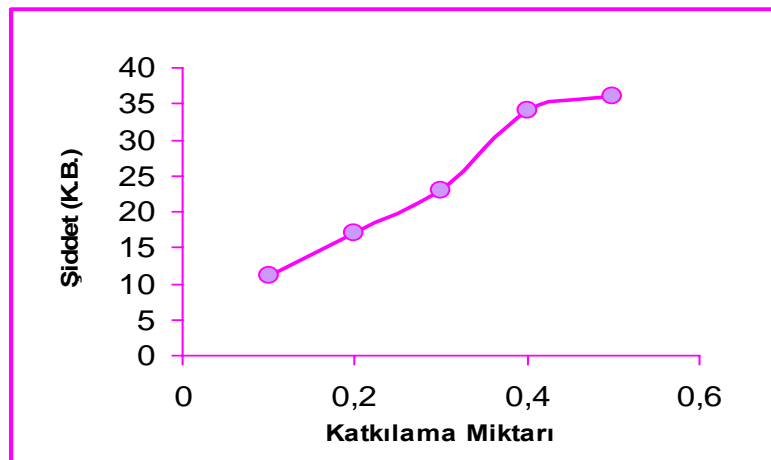


Şekil 6.2. $(MgB_2)_{1-x}Co_x$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri. Co_4B fazına ait pikler grafikte ok işaretleri ile belirtilmiştir.



Şekil 6.3. Katkılama miktarına bağlı olarak MgB_2 'nin XRD şiddetlerinde meydana gelen değişim ($2\theta = 42.36$ pik'i baz alınmıştır).

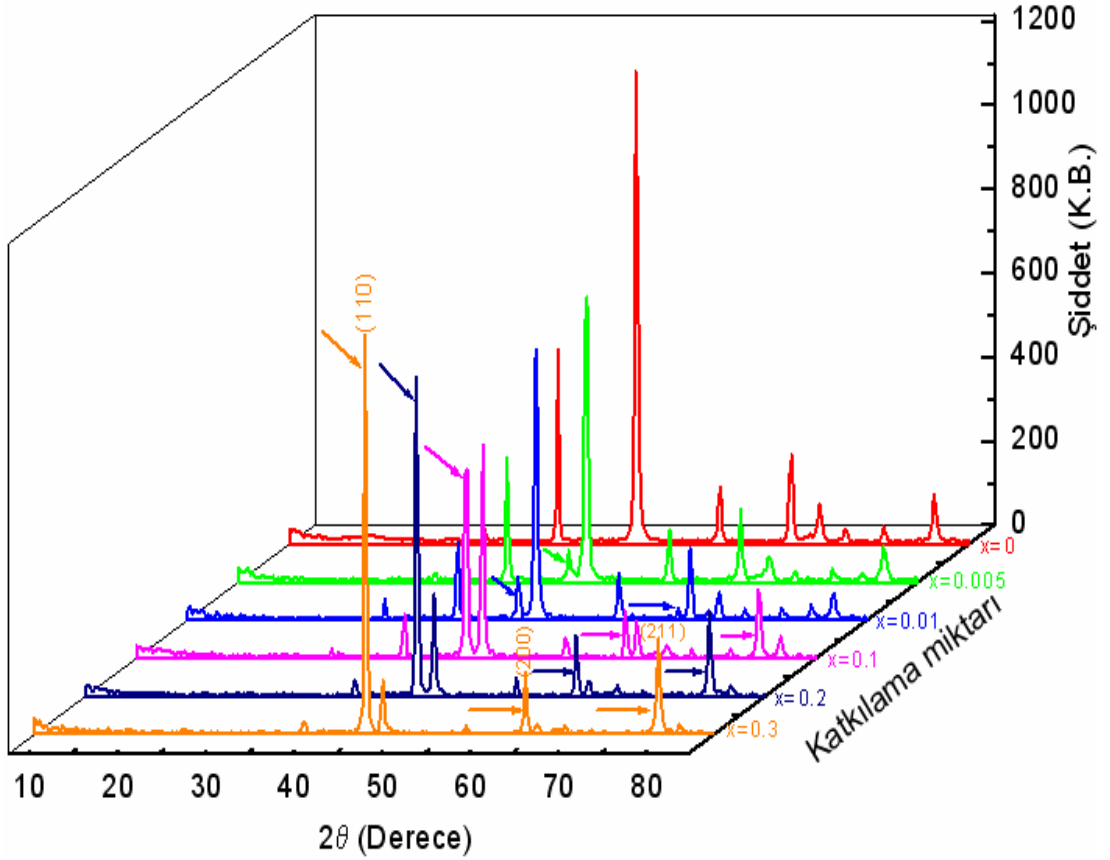
XRD şiddetinde meydana gelen azalma genel olarak tüm pikler göz önüne alındığında hemen hemen aynı oranlarda olduğu gözlenmiştir. Ancak datalar grafiğe aktarılırken daha açık görülen ve saf MgB_2 sisteminin en şiddetli piki olan (101) piki baz alınmıştır. Pik şiddetinde bu basamakta meydana gelen azalmanın safsızlık fazından kaynaklanabileceği ve inter-granüler bölgelerde kısmi birikimlerin nano boyutta da olsa var olabileceğinin dikkate alınması gerektiği ortaya çıkmaktadır. Katkılama miktarının artması ile yapıda oluşan safsızlık pikinin şiddetinin artması normal karşılanmaktadır. Çünkü, uygulanan düşük sıcaklıktaki ısı işlemlerde (Mg 'nin buharlaşmasını önlemek için) Co materyalinin yapıya tam olarak diffüz olamayacağı ve lokal bölgelerde B ile reaksiyona girip kaldığı en önemli bulgu olarak ortaya çıkmıştır.



Şekil 6.4. Katkılama miktarına bağlı olarak Co_4B fazına ait XRD şiddetinde meydana gelen değişim.

6.1.2. Mo Katkılı Örneklerin X- Işımları kırınım Sonuçları

Mo katkılama işlemleri sonucunda en düşük katkılama oranından itibaren safsızlık fazının ortaya çıkmasından dolayı düşük katkı oranlı örnekler ile yüksek katkı oranlı örneklerin değerlendirilmesi birlikte yapılmıştır, Şekil 6.5. Mo katkılama işlemi Co katkılı örneklerde olduğu gibi öncelikle düşük değerlerden başlanmış ve oran giderek artırılmıştır. Katkılama oranları $(MgB_2)_{1-x}Mo_x$, genel formülü göz önüne alınarak $x= 0.005, 0.01, 0.1, 0.2$ ve 0.3 olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Kristal yapı analizi sonucunda Mo katkılı MgB_2 örneklerinin tamamında $2\theta = 40.482, 58.599$ ve 73.602 'deki piklerinin (şekilde oklarla gösterilmiştir) metalik Mo elementine ait olduğu bulunmuştur. Kırınım desenleri incelendiğinde Mo elementi ile ilişkili herhangi başka bir safsızlık fazına rastlanmamıştır. Safsızlık fazı olarak sadece saf Mo elementine ait piklerin gözlenmesi bu elementin yapı içerisinde Mg ya da B ile reaksiyona girmeyip lokal olarak kaldığı sonucunu ortaya çıkarmaktadır.

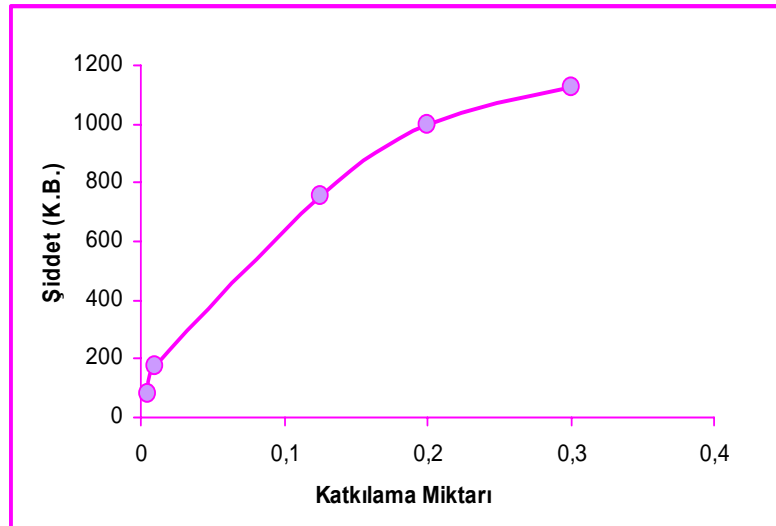


Şekil 6.5. $(MgB_2)_{1-x}Mo_x$ ($x=0, 0.005, 0.01, 0.1, 0.2, 0.3$) kompozisyonuna sahip numunelerin X-ışınları kırınım desenleri.

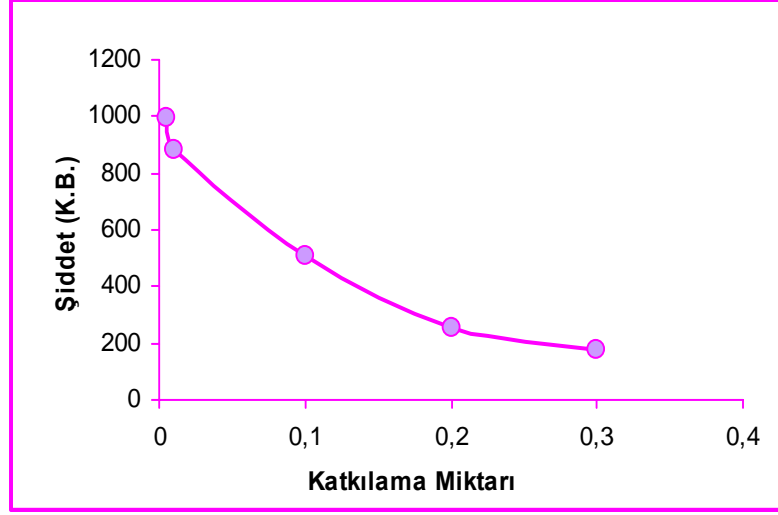
Mo elementine ait pikler Şekil 6.5’de ok işaretleri ile gösterilmiştir. Genel olarak metalik Mo’nin 1300 °C’da kristalleştiği literatürde iyi bilinmektedir [99]. Ancak tez kapsamında hazırladığımız örneklerin ısıtma süreçlerinde en fazla 600°C’ye çıkmıştır. Bunun sebebi ise 600°C’den itibaren Mg’nin buharlaşma sonucu yapıdan uzaklaşmasıdır. Dolayısıyla bu sıcaklık değeri (600°C) Mo elementinin yapı içerisinde diffüze olabilmesi ve kristal fazda yerini alabilmesi için yeterli bir sıcaklık değeri olmamaktadır.

Bunun sonucunda Mo’nin yapıda reaksiyona girmeden kalması doğal bir sonuç olarak karşımıza çıkmaktadır. Ancak, kısmende olsa buharlaşan Mg ile bir bileşik yapması beklenmesine rağmen bu durumla da karşılaşılmağı olması Mo’nin iyon olarak aktifliğinin bu sıcaklıklarda mümkün olamayacağını ortaya koymaktadır.

Katkılama miktarının artması ile birlikte Mo elementine ait piklerin şiddetinde hissedilir oranlarda artma olduğu da gözlenmiştir ki bu durum da reaksiyona girmeyen bir malzeme için beklenen bir yapılaşmadır, Şekil 6.6. Buna karşılık diğer önemli bir bulgu da MgB₂’nin karakteristik piklerinin şiddetinin katkılama miktarı ile azaldığıdır, Şekil 6.7. Bu ise beklenen bir sonuçtur çünkü yapı içerisinde Mo konsantrasyonunun artması ile birlikte safsızlık fazının da oran olarak artması ile kırınım şiddetinde bir azalmaya yol açacaktır.



Şekil 6.6. Katkılama miktarına bağlı olarak Mo fazına ait((110) düzlemine ait pik baz alınmıştır) XRD şiddetinde meydana gelen değişim.



Şekil 6.7. Katkılama miktarına bağlı olarak MgB_2 'nin XRD şiddetlerinde meydana gelen değişim ($2\theta = 42.36$ pik'i baz alınmıştır).

Katkılama oranına bağlı olarak şiddette meydana gelen azalmanın sebeplerinden biride taneler arasındaki kontak yüzeylerinde elementel formda Mo'nin yerleşmesidir. Bunun da MgB_2 'nin düzlemlerinden meydana gelecek yansımaları kısmen de olsa engelleyeceği ve Mo oranı artırıldıkça bu engellenmenin artması sonucunda da ana fazın pik şiddetinde belirgin azalma buna karşın safsızlık fazının şiddetinde ise artmanın olacağıdır.

Kristal yapının özellikleri katkılama oranından bağımsız kalmaktadır. Co katkılı örnekte olduğu gibi sistemin kristal simetrisinin heksagonal formda olduğu ve birim hücre parametrelerinin de $a= b= 3,0917 \text{ \AA}$ ve $c= 3,5298 \text{ \AA}$ olduğu hesaplanmıştır. Bu sonuçlarda literatürdeki saf MgB_2 materyali ile oldukça yakın değerdedir (on binde bir kadar bir fark vardır).

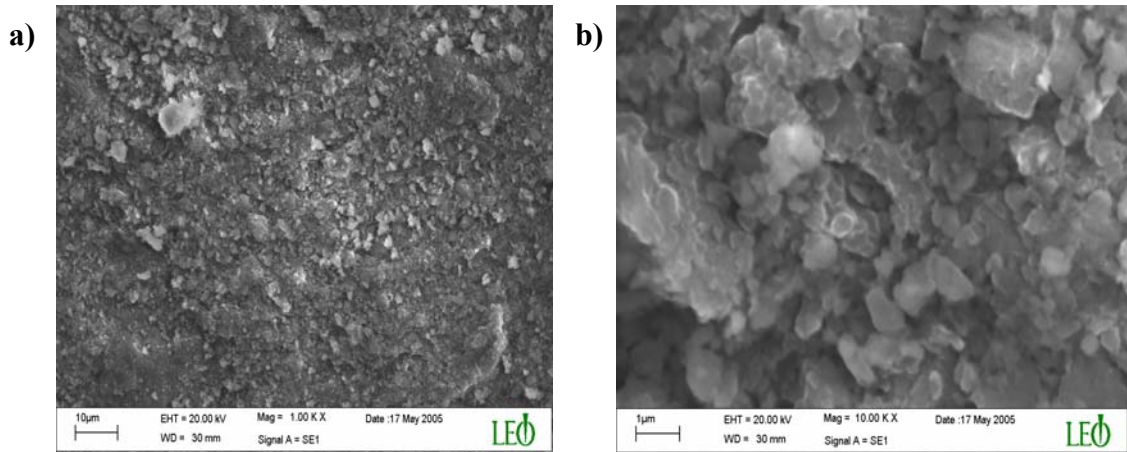
6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri

Bu kesimde taramalı elektron mikroskobu (SEM) sistemi kullanılarak, hazırlanan örneklerin mikroyapısal özellikleri incelenmiş ve yapı içerisinde oluşabilecek safsızlık fazlarının nasıl bir yapılaşma sergilediği tespit edilmeye çalışılmıştır. Analizler dahilinde gümüş tüpler içerisinde çıkarılan örneklerin yüzeyleri hiçbir işleme tabi

tutulmayıp (zımparalama, parlatma v.b.) doğrudan yüzey formasyonları farklı büyütme oranlarında incelenmiştir.

6.2.1. $(\text{MgB}_2)_{1-x}\text{Co}_x$ Sisteminin SEM Analizi

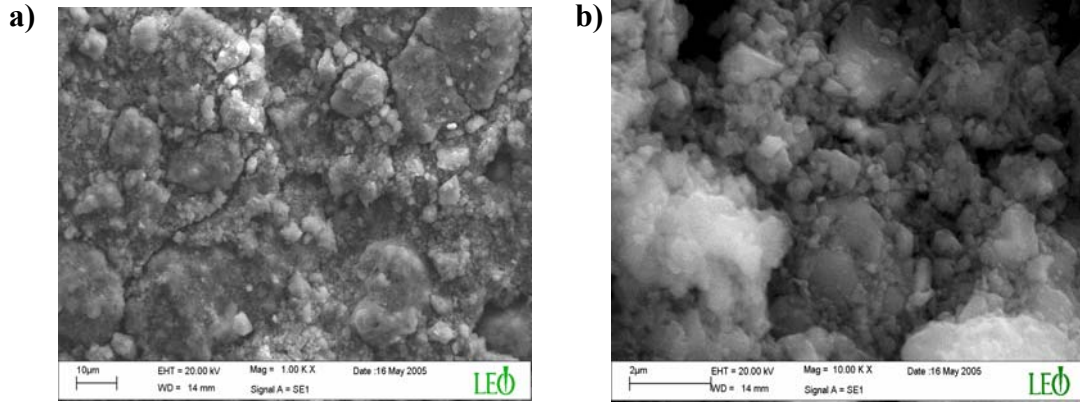
Düşük katkı oranlarına sahip örnekler için elde edilen SEM resimleri incelendiğinde her bir sistem için yapının MgB_2 'nin karakteristik yapısı olan tanecikli bir yapı sergilediği bulunmuştur. Bu tanecikli yapılanmada tanecik boyutları (100nm ile 50 μm arasında değişmekte) birbirinden farklı olup, tanecikler arasında belirli yönde bir yönelim de gözlenmemiştir. Ancak, taneciklerin birbirlerine oldukça sıkı ve sağlam bir şekilde bağlı oldukları gözlenmiştir ki bu da saf MgB_2 örneklerde elde edilen yapı formasyonunun aynısıdır. Şekil 6.8 de en düşük katkı oranı olarak hazırladığımız $x=0.005$ örneklerin yüzey yapılanması görülmektedir.



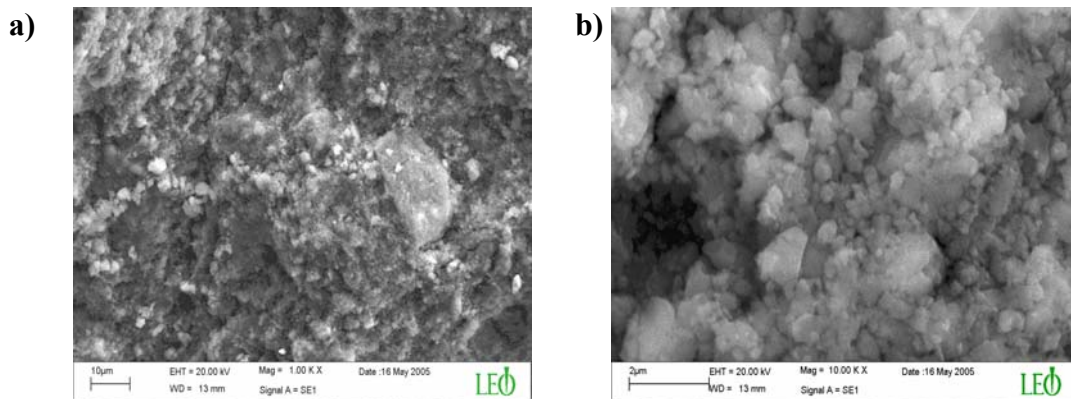
Şekil 6.8. $x=0.005$ katkı oranına sahip örneğin a) 1000, b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.

Katkı oranı $x= 0.01, 0.03, 0.05$ ve 0.07 kadar artırıldığında dahi yapıda görsel önemli bir farkın olmadığı tespit edilmiştir, Şekil 6.9-6.12. Elde edilen bu sonuçlarda zaten XRD analizlerinde ulaşılan sonuçlar ile tam olarak uyumaktadır. Ancak, şekillerde açıkça görülen ve beyaz renkli kümeleşmeler olarak tespit edilen yapının MgO olduğu bulunmuştur. Bunun sebebinin ise örneklerin önce XRD sonra da SEM analizleri yapıldığı için oda şartlarında yani oksijenli ortamda belirli bir süre

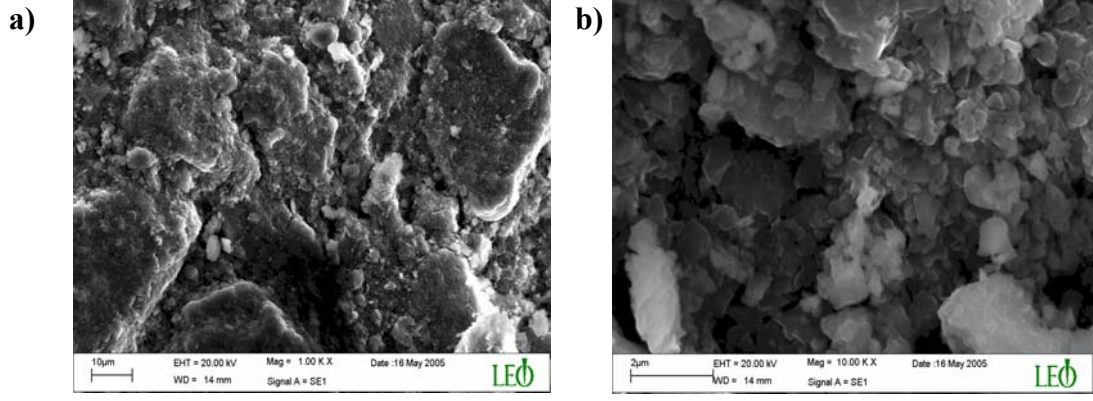
kalmasından dolayı yer yer oksitlendiğinden kaynaklanmaktadır. Bu durum hem literatürde hem de bölümümüzde daha önce yapılan çalışmalarda tespit edilmiş bir durumdur [97,98]. Dolayısıyla Co katkılamının sistemin bu olumsuzluğu üzerinde herhangi bir iyileştirici etki yapmadığı bulunmuştur.



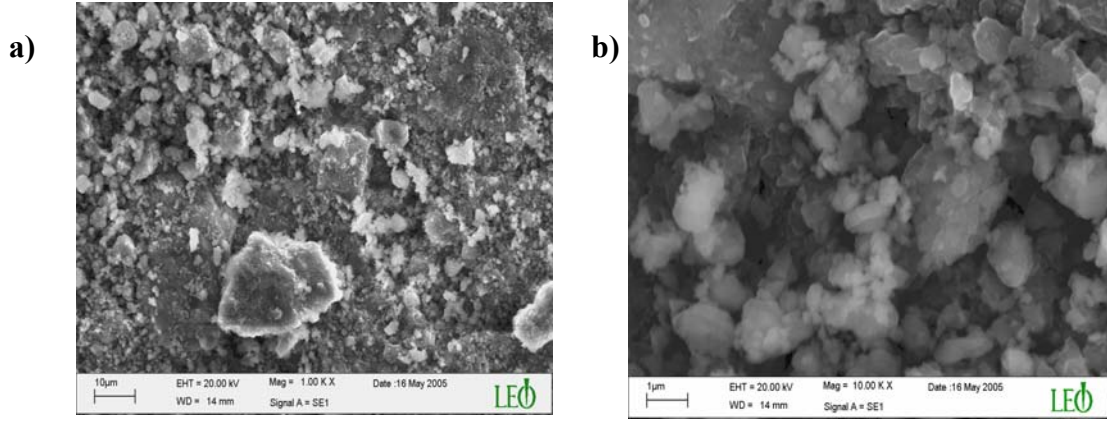
Şekil 6.9. $x=0.01$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.



Şekil 6.10. $x=0.03$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.

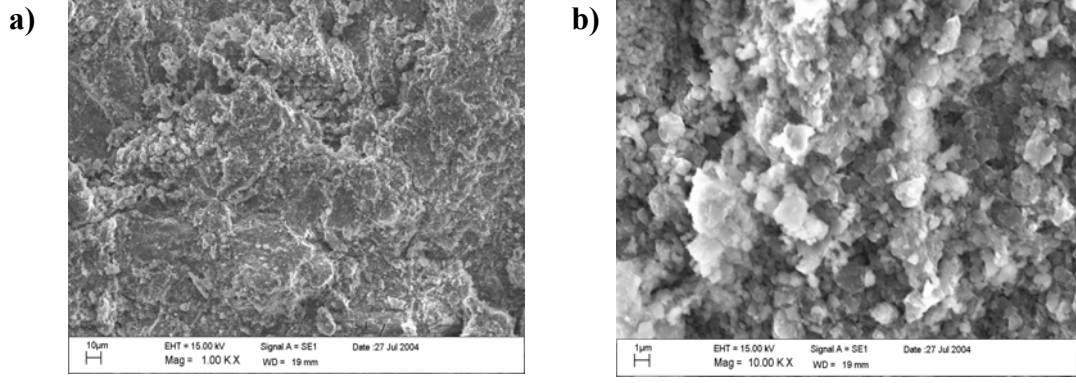


Şekil 6.11 $x=0.05$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri

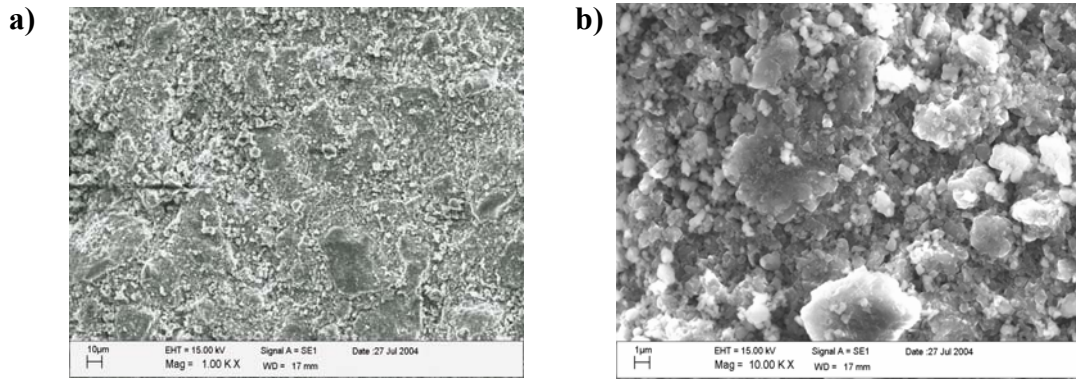


Şekil 6.12 $x=0.07$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.

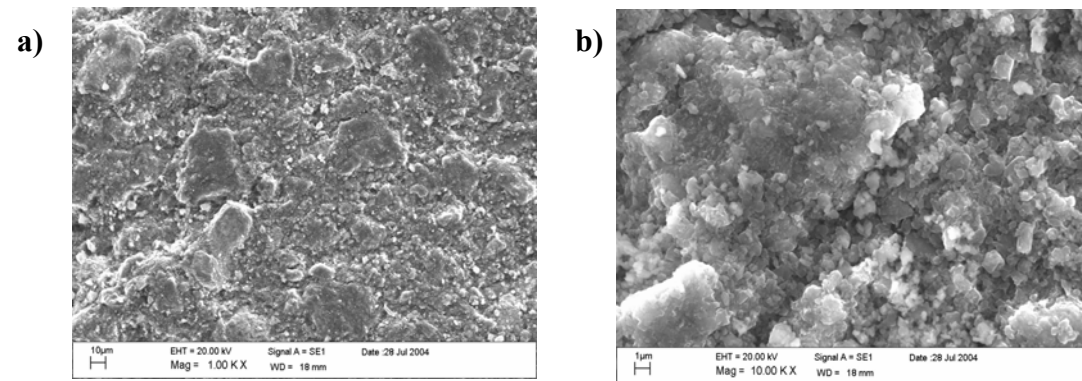
Bunlarla birlikte daha yüksek katkılama oranına sahip örneklerin yüzey formasyonları incelendiğinde, Şekil 6.13-6.17, katkılama miktarına bağlı olarak taneciklerin birleşerek yer yer kümeler halinde büyük boyutlu öbeklerin oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Ancak bu öbekler büyütüldüğünde sıkı bağlı taneciklerden oluştuğu gözlenmiştir, Şekil 6.15 ve 6.17. Diğer bir önemli bulguda sıkı bağlı grainlerden oluşan öbeklerin katkılama miktarıyla yapı içerisinde giderek artış göstermesi ve buna bağlı olarak da numunelerimizin mekanik açıdan daha sertleşmesidir. Nitekim gümüş tüplerden çıkarılan şerit numuneleri ölçüm için keserken yüksek katkı oranına sahip örneklerde (sertlikten dolayı) zorlanmamız da bu sonucu desteklemektedir.



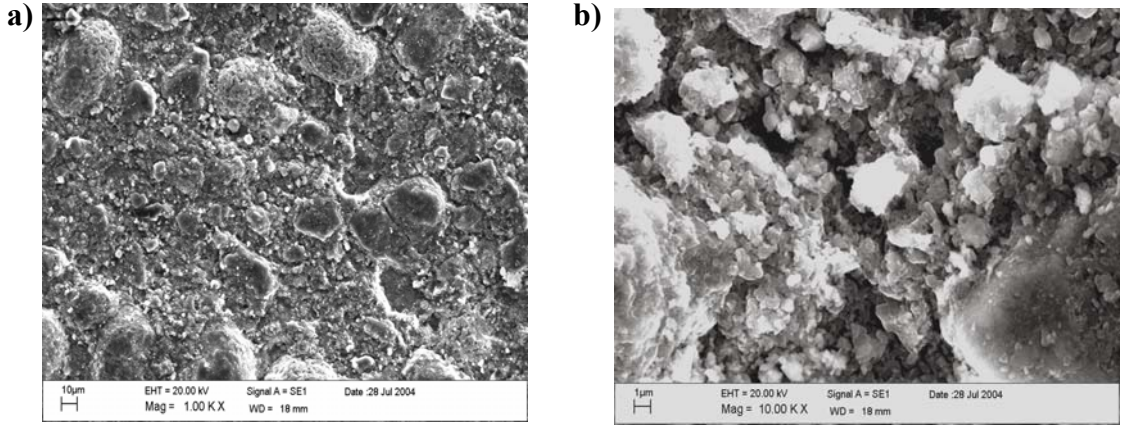
Şekil 6.13 $x=0.1$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri



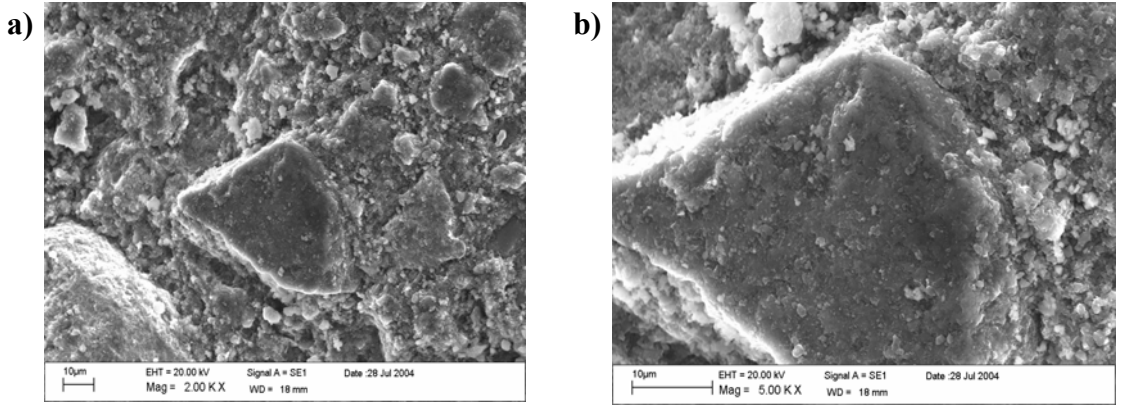
Şekil 6.14 $x=0.2$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.



Şekil 6.15 $x=0.3$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri.



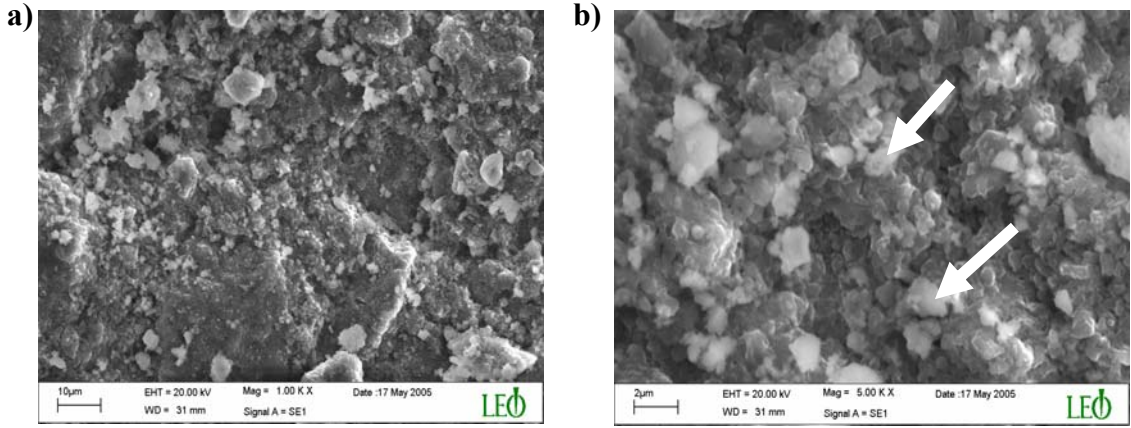
Şekil 6.16 $x=0.4$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 10000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri



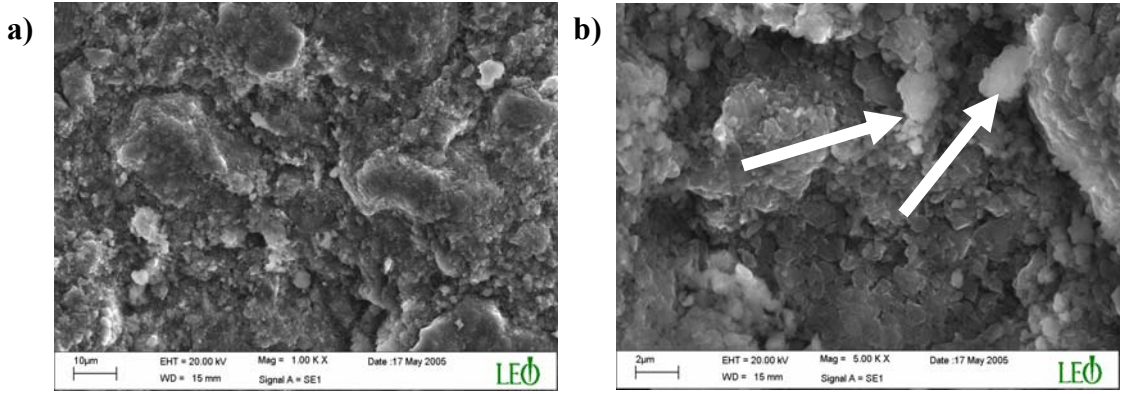
Şekil 6.17 $x=0.5$ katkılama oranına sahip sistemde gözlenen yapılaşmanın a)2000 ve b)5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri

6.2.2. $(MgB_2)_{1-x}Mo_x$ Sisteminin SEM Analizi

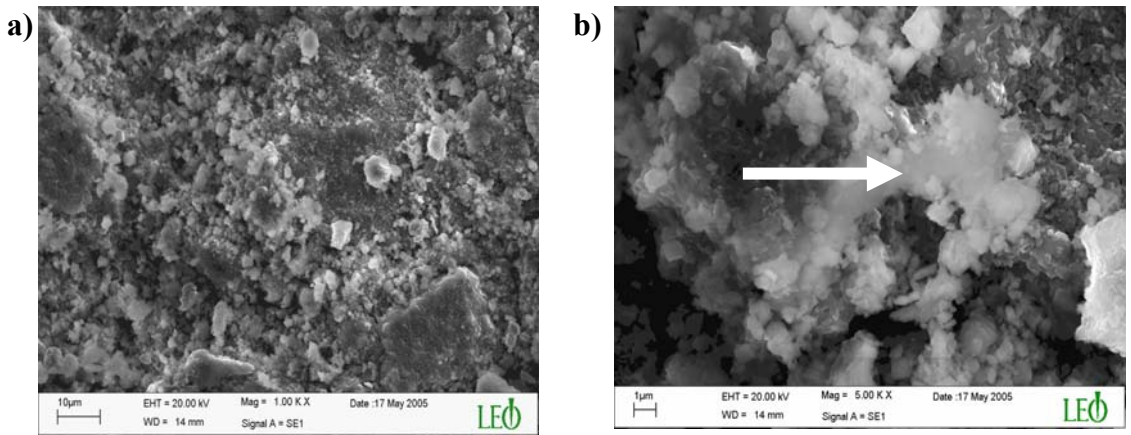
Mo elementinin paramanyetik özellik gösterdiği bilinmektedir. XRD sonuçlarında Mo'nin yapı içerisinde MgB_2 ile reaksiyona girmeyip, lokal olarak kaldığı bulunmuştur. Ancak bu sonuçları düşük katkı oranlarında SEM fotoğrafları ile destekleyecek kadar bir oluşuma net olarak rastlanmamaktadır (renk farkı veya öbeksi yapılaşma gibi). Fakat yapılaşmanın tanecikli bir formatta olduğu ve ana MgB_2 matriks'ten daha açık renkli olan (gümüş-beyaz renkte) Mo elementinin yapı içerisinde az miktarda da olsa varlığı tespit edilmiştir, Şekil 6.18.



Şekil 6.18. $x=0.005$ katkılama oranına sahip örneklerin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri. Ok işaretleri Mo elementini göstermektedir.

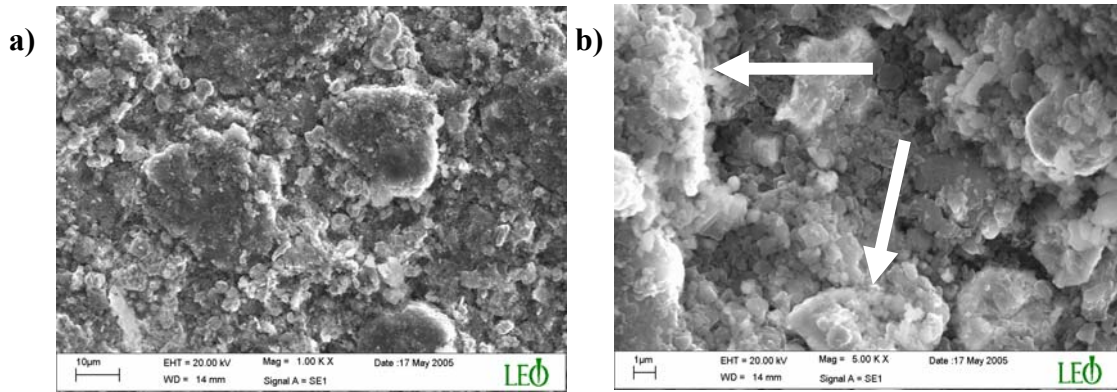


Şekil 6.19. $x=0.01$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri. Ok işaretleri Mo elementini göstermektedir.

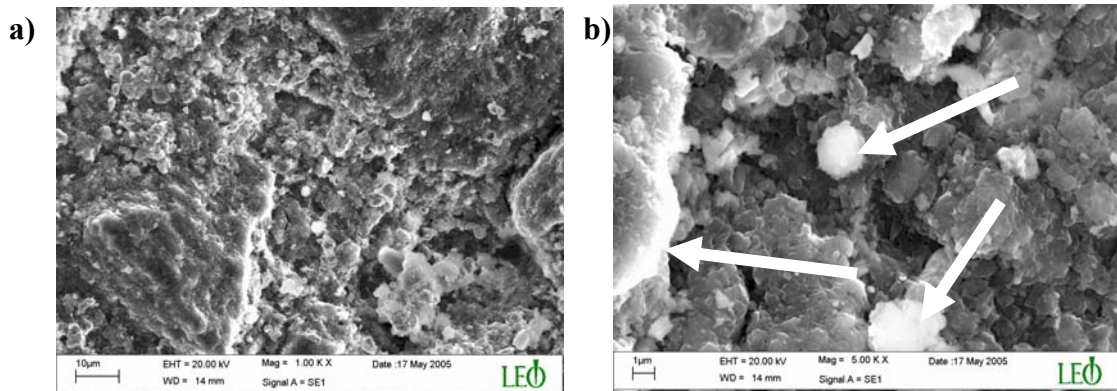


Şekil 6.20. $x=0.1$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri. Ok işaretleri Mo elementini göstermektedir.

Katkı miktarı arttırıldıkça yapı içerisinde Mo'nin tanecikli yapılaşmayı desteklediği ve yer yer öbeksleşmenin 200–800 nm büyüklüğünde küçük taneciklerden meydana geldiği gözlenmiştir. Ancak düşük oranlarda karşılaşılan kısmi olarak reaksiyona girmiş (çok çok düşük oranda diffüze olmuş) Mo'nin benzer bir yapılaşma içerisinde olduğu görülmektedir. Fakat Mo oranı arttırıldıkça Mo içeren öbeksi yapıların doğal olarak hacminin büyüdüğü bulunmuştur, Şekil 6.19–22. Bu durumun önceki bölümde (Co katkılı sistem) gözlenen yetersiz ısıtım sıcaklığının bir sonucu olarak ortaya çıktığı düşünülmektedir. Çünkü örnekleri hazırlarken ısıtım aşamasında kullandığımız sıcaklık değeri olan 600 °C bu elementin yapı içerisinde tam olarak reaksiyona girmesi için yeterli olmamaktadır.



Şekil 6.21. $x=0.2$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri. Ok işaretleri Mo elementini göstermektedir.



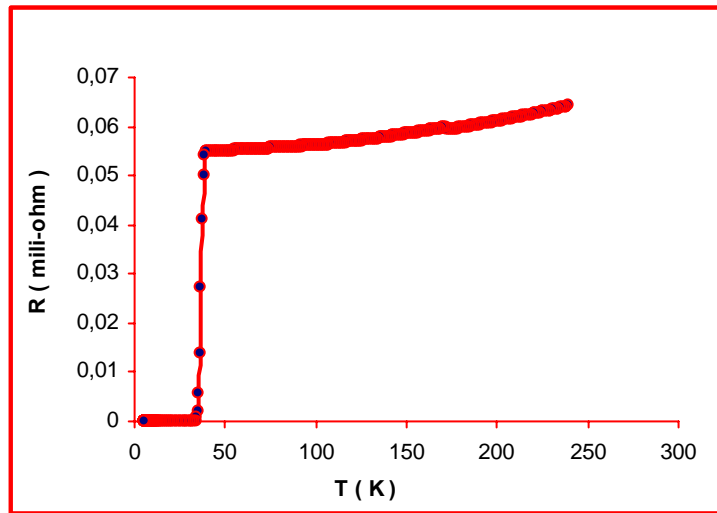
Şekil 6.22. $x=0.3$ katkılama oranına sahip sistemin a) 1000 ve b) 5000 büyütmede elde edilen yüzey görüntüleri. Ok işaretleri Mo elementini göstermektedir.

Bilindiği gibi elementel bazda incelendiğinde Mo elementinin yapı içerisinde uygun şekilde difüzyona girebilmesi için ≈ 1300 °C değerinde bir sıcaklığın ısıtma işlem sürecinde kullanılması gerekmektedir. Oysa MgB_2 için bu kadar yüksek bir sıcaklığın uygulanması ne yazık ki Mg'nin aşırı buharlaşması yüzünden mümkün olamamaktadır.

6.3. Elektriksel Ölçüm Sonuçları

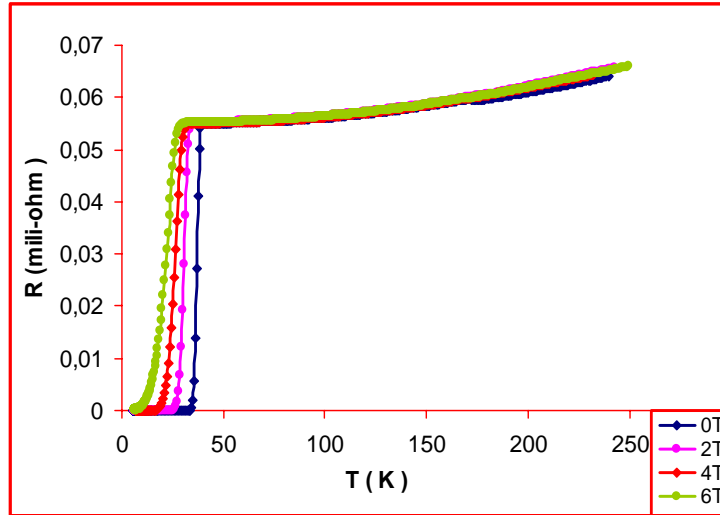
Değişik katkılama oranları kullanılarak hazırlanan örneklerin sıcaklığa karşı elektriksel direnç ($R-T$) değişimleri incelenmiş ancak sadece saf ve $x=0.005$ ve 0.01 Mo katkılı örneklerin düşük sıcaklıklarda süperiletken özellik gösterdikleri bulunmuştur. Bununla birlikte diğer örneklerin $R-T$ ölçümleri yapılmaya çalışılmış ancak süperiletkenlik gözlenememiştir.

Genel olarak bakıldığında MgB_2 'nin oda sıcaklığındaki direnç değeri $0.05-6 \mu\Omega$ iken bu değer düşük sıcaklıklarda $0.03-3 \mu\Omega$ (hazırlama metoduna göre değişiklik gösterebilmektedir) değerine düştüğü değişik gruplar tarafından belirlenmiştir [65]. MgB_2 'nin sahip olduğu bu direnç değeri 39–40 K arasında sıfıra düşmektedir. Şekil 6.23'de saf MgB_2 'ye ait direnç sıcaklık ($R-T$) ölçüm sonucu verilmiştir. Bu örneğin 39.2 K'de sıfır direnç gösterdiği, süperiletkenlik geçişinin oldukça keskin olduğu (~ 0.7 K) ve oda sıcaklığından itibaren de metalik davranış sergilediği bulunmuştur.



Şekil 6.23. Saf MgB_2 'ye ait direnç sıcaklık eğrisi.

Bu durumda elde edilen $R-T$ eğrisi incelendiğinde, malzemenin süperiletken faza geçmeden önce $R \propto T^2$ şeklinde bir davranış sergilediği, bunun da metalik malzemelere has bir özellik olduğu bilinmektedir. Ayrıca geçiş aralığının dar olması bu malzemenin safsızlıklardan uzak olduğunu ve iyi şartlarda ısıl işlem yapıldığını göstermektedir.

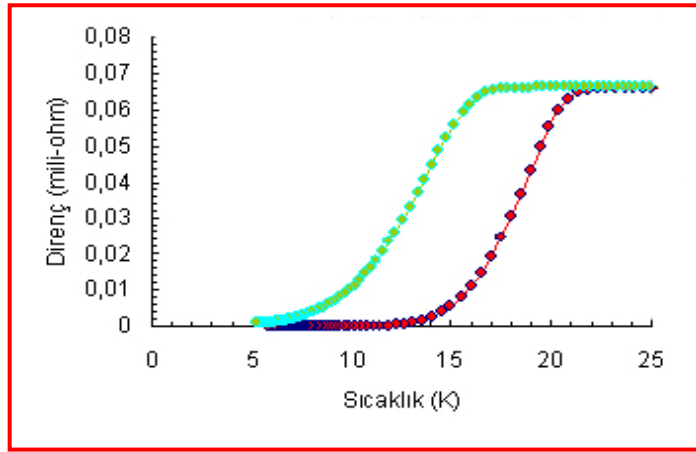


Şekil 6.24. Saf MgB_2 'ye ait farklı manyetik alanlarda ölçülen direnç sıcaklık eğrisi.

Şekil 6.24 de ise saf MgB_2 örneğin 0–6 Tesla arasında yapılmış olan manyetik alana bağlı olarak $R-T$ değerlerinde meydana gelen değişim gösterilmektedir. Beklendiği gibi artan manyetik alan değerlerinde süperiletkenliğin yavaş yavaş bozulmaya başladığı ve $T_{sıfır}$ 'in 6 Teslalık alan altında 10 K civarına gerilediği bulunmuştur.

Tez kapsamında hazırladığımız Co katkılanmış örnekler için alınan ölçümler sonucunda bu örneklerin süperiletken davranış sergilemedikleri bulunmuştur. Bunun sebebinin ise Co elementinin yapı içerisinde genellikle tanecik sınırları arasında çok küçük oranlarda da olsa yerleşmesine bağlamaktayız. Ayrıca, XRD sonuçlarında da açıklandığı gibi Co'ın B ile reaksiyona girdiği ve muhtemelen tanecik sınırlarında bu reaksiyonun daha etkili olduğu dolayısıyla meydana gelen bu safsızlık fazlarının tanecikler arasında hem faz koordinasyonunu bozduğu hem de elektriksel iletim için bir bariyer rolü üstlenerek süperiletkenliği ortadan kaldırdığı sonucuna varılmıştır.

Bununla beraber Mo katkılı örneklerde sadece düşük katkı oranlarında hazırlanan örneklerde ($x=0.005$ ve 0.01) düşük sıcaklıklarda süperiletken özelliğe rastlanmıştır, Şekil 6.25. Katkı oranı yükseldikçe örneklerin oda sıcaklığındaki direnç değerleri mega-ohm değerine ulaşmış olup 5 K de bile bir değişim olmamıştır. Bu şartlar altında yapılan katkılamanın özellikle tanecik sınırları arasında Mo elementinin yerleştiği ve taneciklerin birbirlerine olan değme yüzeyleri arasında tamamen iletken olmayan bir faz oluşturduğu ve iletimi engellediği düşünülmektedir. Ancak bu savın tam olarak ispat edilebilmesi için en azından Transmission Electron Microscopy (TEM) çalışmalarının yapılmasının gerekliliği ortaya çıkmaktadır ki bu tür bir analiz de laboratuvarımızda mümkün olamamıştır.



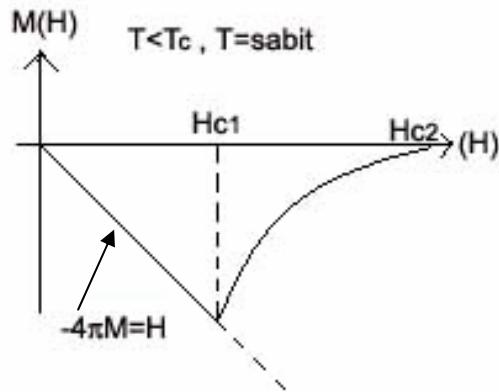
Şekil 6.25. $x=0.005$ ve 0.01 Mo katkılı örneklerin R-T sonuçları. Kırmızı grafik 0.005 katkılı ve mavi grafik ise 0.01 katkılı örnekleri göstermektedir.

Elektriksel ölçümler genel olarak değerlendirildiğinde, sistem içerisine katkıladığımız Co ve Mo elementlerinin geçiş metal elementleri olduğu bilinmektedir. Bu elementlerin d atomik orbitallerinin tümü dolu değildir (Co 3 tane çiftlenmemiş, Mo ise 5 tane çiftlenmemiş yarı dolu orbitale sahiptir). Bu yarı dolu orbitaller uygun koşullarda B tabakalarının σ bağları ile güçlü kovalent bağlar oluşturabilirler. Bu bağların oluşması MgB_2 'nin süperiletkenliğinde önemli bir paya sahip olan 2D σ -hol sisteminin yok olmasına neden olacaktır. Çünkü B tabakalarının sahip olduğu 2 boyutlu σ -hol sisteminin, geçiş metallerinin d atomik orbitalleriyle oluşturduğu kovalent bağlanmadan güçlü bir şekilde etkilendiği bulunmuştur. R-T ölçümleri neticesinde Co katkılı sistemlerin süperiletken davranış sergilememesi ortaya çıkarılan safsızlık fazı ile

beraber Co'ın B tabakalarındaki σ -holleri ile bağ oluşturması sonucu bu süperiletken için iletimin sağlandığı σ -hol sisteminin yok olmasından kaynaklanabileceği göz ardı edilmemelidir. Fakat Mo elementi yapı içerisinde lokal kalıp B ile bir bağ oluşturmamasına rağmen süperiletken çıkmamasının başlıca sebebi tanecik ara yüzlerinde Mo'in çökelerek kalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

6.4. Manyetik Ölçüm Sonuçları (M-H ve M-T)

Süperiletkenler, manyetik özellikleri itibariyle oldukça karmaşık bir davranış sergilemektedirler. Bu karmaşık davranışın nedeni ise süperiletkenlerin manyetik özelliklerinin materyalin hangi formda olduğuna, yapısında barındırdığı kusurların miktarına ve tipine kuvvetli bir şekilde bağlı olmalarından kaynaklanmaktadır. Örneğin, II. Tip süperiletkene (saf olmayan veya kusurlu yapıya sahip süperiletkenler) düşük değerlerde bir manyetik alan uygulandığında yüzeyde oluşacak olan indüksiyon akımı ve mükemmel diamanyetik etki uygulanan manyetik alanın örnek içerisine girmesine engel olacaktır. Bilindiği gibi bu durum Meissner durumu olarak da adlandırılmaktadır. Ancak uygulanan manyetik alan değeri alt kritik alan değeri olan H_{c1} değerini geçtikten sonra manyetik alan materyal içerisine akı vorteksleri şeklinde sızacak ve manyetizasyon değeri düşmeye başlayacaktır. Manyetizasyon değerinde oluşan bu azalma üst kritik alan değeri H_{c2} 'ye kadar devam etmektedir, Şekil 6.26.



Şekil 6.26. Tersinir ideal bir II. Tip süperiletken için $M(H)$ eğrisi.

M-*H* eğrisi H_{c1} 'in üzerinde her ne kadar lineer olmasa da tersinir bir özelliğe sahiptir. Fakat ideal bir süperiletken çoğu uygulamalarda bu özelliğinden dolayı pek kullanılmaz, çünkü bu tür süperiletkenlerde H_{c1} 'in üzerinde süper-akımlar akamaz.

Pratikteki uygulamalarda kullanışlı olması açısından süperiletkenlerin M-*H* eğrilerinin tersinmez olması (hysteretic) daha uygundur. Bu ise ancak ideal bir süperiletkene kusurların eklenmesi ile mümkündür. Çünkü bu kusurlar manyetik alan çizgilerinin tuzaklanmasına ve böylelikle bu çizgilerin hareketlerinin kısıtlanmasına neden olacaktır. Bu çizgilerin hareketsizleştirilmesi H_{c1} 'in üzerinde süper-akımların oluşmasını sağlayacaktır.

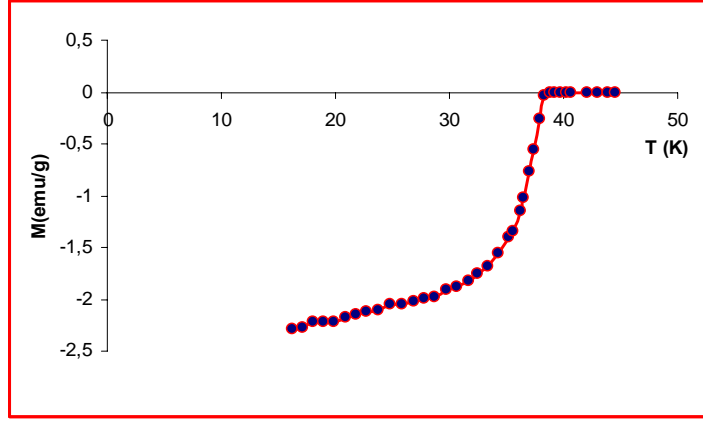
Elde edilen bu eğrilere dikkat edildiğinde H_{c1} 'in varlığını çok az belirtmekle birlikte ne lineer ne de tersinir bir özellik sergilediği görülebilir. Böylelikle süper-akımlar H_{c1} değerinin üzerinde akma imkânına sahip olur ki bu değer M-*H* eğrilerindeki manyetizasyon değerinden hesaplanabilmektedir.

Bu kesimde hazırladığımız katkısız ve katkılı numunelerin manyetik özellikleri uygulanan manyetik alana karşı manyetizasyon (M-*H*) ve sıcaklığa karşı manyetizasyon (M-*T*) ölçümleri alınarak irdelenmiştir.

6.4.1. Co Katkılı MgB₂ Şeritlerin M-*H* ve M-*T* Ölçüm Sonuçları

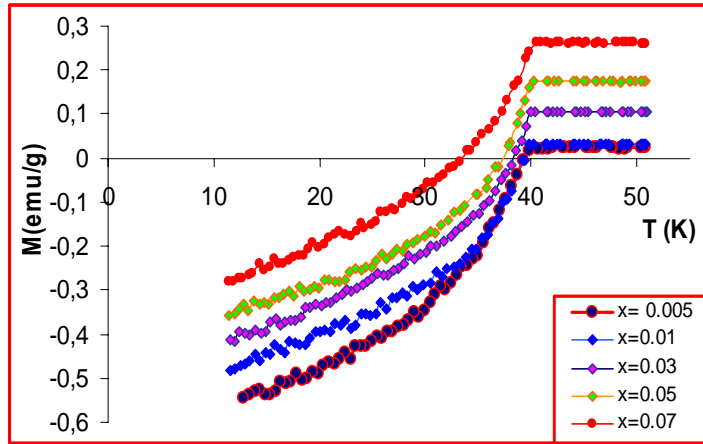
6.4.1.1. M-*T* Ölçüm Sonuçları

Bu bölümde sıcaklık ile manyetizasyon değerinde meydana gelen değişim incelenmiştir. Bilindiği gibi süperiletken durumda malzemeler diamanyetik bir etkiye sahiptirler. Dolayısıyla kritik sıcaklık değerinin altındaki sıcaklıklarda manyetizasyon değerinin düşmesi oluşan diamanyetik etkinin bir sonucudur. Bu etkinin en iyi örneklerinden birisi de Şekil 6.27 de verilen saf MgB₂ şeridine ait M-*T* grafiğinde verilmiştir.



Şekil 6.27. Saf MgB_2 şeritin sabit 2 mT alan altında elde edilen M - T eğrisi.

Şekil 6.27 incelendiğinde saf MgB_2 şerit'in kritik sıcaklık değeri olan 39.2 K 'in üzerindeki sıcaklıklarda manyetizasyon değerinin sabit ve sıfır olduğu görülmektedir, yani diamanyetik etki yoktur. Ancak sistemin süperiletken faza geçtiği andan itibaren manyetizasyon değeri düşmeye başlamıştır. Tez kapsamında hazırladığımız $0.005 \leq x \leq 0.07$ Co katkılı numunelerin M - T grafikleri şekil 6.28'de gösterilmektedir.

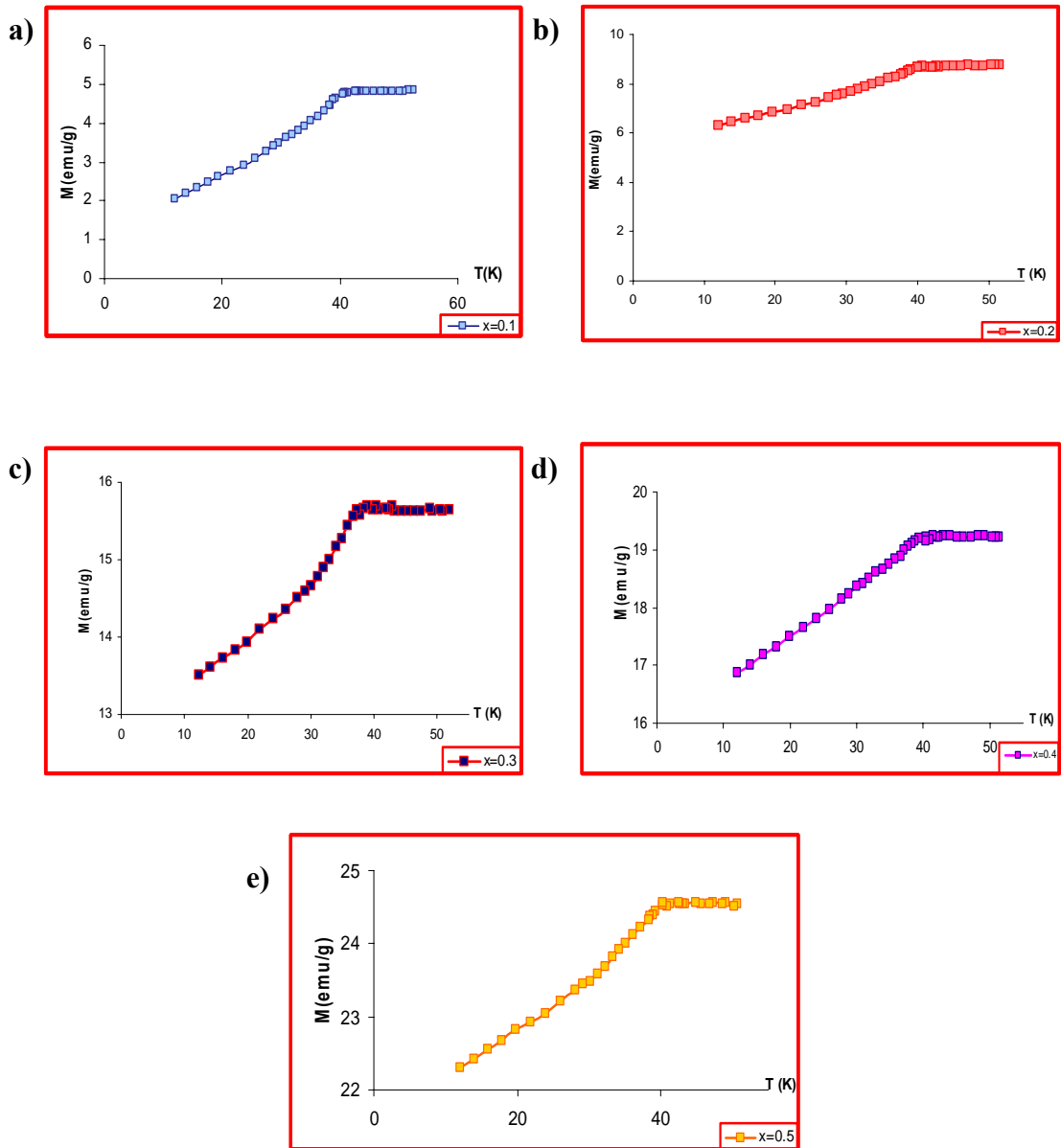


Şekil 6.28. $x=0.005, 0.01, 0.03, 0.05$ ve 0.07 katkılı numunelerin M - T grafikleri.

Elde edilen bu sonuçlar incelendiğinde, MgB_2 'nin kritik sıcaklık değerinin üzerindeki sıcaklıklarda manyetizasyon değerinin sabit fakat pozitif bir değerde olduğu, bu değer katkılama miktarı arttıkça arttığı görülmektedir. Sonuçlar arasında göze çarpan en önemli detay ise manyetizasyon değerinin katkılama miktarıyla artmasına rağmen kritik sıcaklık değerinden itibaren bir azalma sergilemesidir. Bunun kritik sıcaklık değerinden itibaren yapı içerisindeki süperiletken MgB_2 fazından dolayı oluşan

diamanyetik etkinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Yani uygulanan manyetik alana ters yönde bir manyetizasyon oluşmaktadır. Çünkü diamanyetik etki oluşan net manyetizasyonun azalması lehinde hareket edecektir.

Yüksek katkılama oranına sahip numunelerin M - T grafikleri Şekil 6.29 a, b, c, d ve e’de verilmiştir. Sabit 0.01 T manyetik alan altında alınan ölçümler sonucunda 39 K ve üzerindeki sıcaklıklarda manyetizasyon değerinin her bir numune için sıfırın üzerinde belli bir pozitif değerde olduğu görülmektedir.



Şekil 6.29 Yüksek oranda Co katkılanmış örneklerin M - T grafikleri, a) $x=0.1$, b) $x=0.2$, c) $x=0.3$, d) $x=0.4$ ve e) $x=0.5$ katkılı numuneler.

Bunun sebebi ise yapıya katılan Co elementinin ferromanyetik bir özelliğe sahip olmasıdır. Yani Co'nun çiftlenmemiş iç 3d elektronlarının yapı içerisinde aynı yönelime sahip olması belli bir manyetizasyon değerinin oluşmasına neden olacaktır. Katkılanan Co miktarının artışıyla beraber yapı içerisindeki çiftlenmemiş elektronların sayısı artacağından manyetizasyon değeri de pozitif yönde bir artış sergileyecektir.

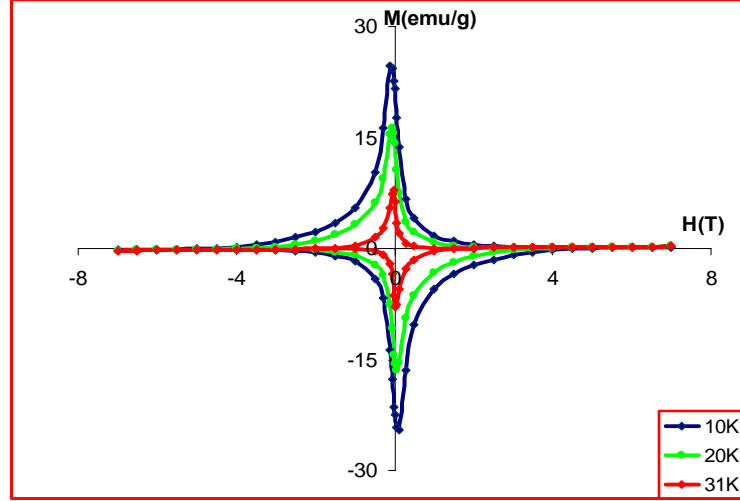
Ancak elde edilen önceki sonuçlarla kıyaslandığında (düşük katkılama miktarları için) manyetizasyon değerinin 39 K'den sonra azalmaya başladığı fakat diğer sonuçlarda gözlemlendiği gibi sıfırın altına düşmediği görülmektedir. Dolayısıyla yapıdaki ferromagnetik malzeme olan Co miktarının artırılmasından dolayı ferromagnetizmanın yapıda diamanyetik faza göre daha baskın olduğu sonucu ortaya çıkmaktadır. Yani süperiletkenliğin bir gereği olan diamagnetizma toplam manyetik etkiyi azaltmakta fakat sıfırın altına götürememektedir.

6.4.1.2. M-H Ölçüm Sonuçları

Katkılı numunelerin M-H ölçümleri ile bir karşılaştırma olması açısından öncelikle 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarında ve 0–7 T alan altında katkısız (saf) MgB₂'ye ait M-H eğrileri Şekil 6.30'da verilmiştir.

Elde edilen histerisiz eğrisine bakıldığında bu eğrinin alt kritik alan değerinin üzerinde süper-akım taşıyabilen, tersinmez bir özellik sergilediği görülmektedir ki bu da histerisiz ilmeğin tamamlanması için gerekli olan koşullardan bir tanesidir.

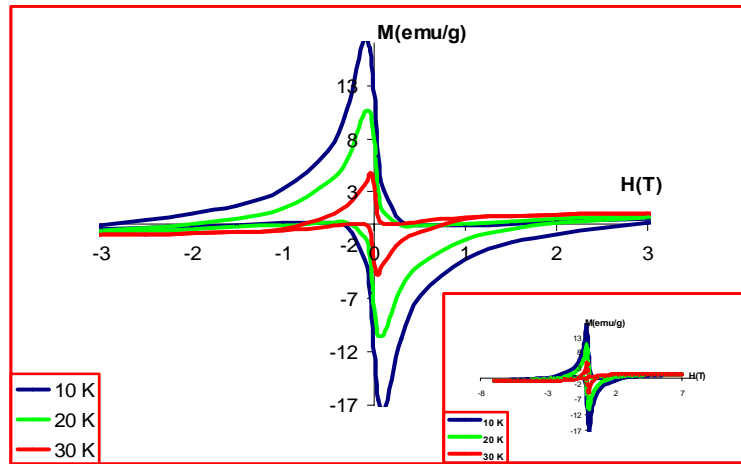
Ayrıca elde edilen ilmeklerin x-y eksenlerine göre belirli bir simetriklik sergilemeleri süperiletken özelliğin bir gereği olarak karşımıza çıkmaktadır.



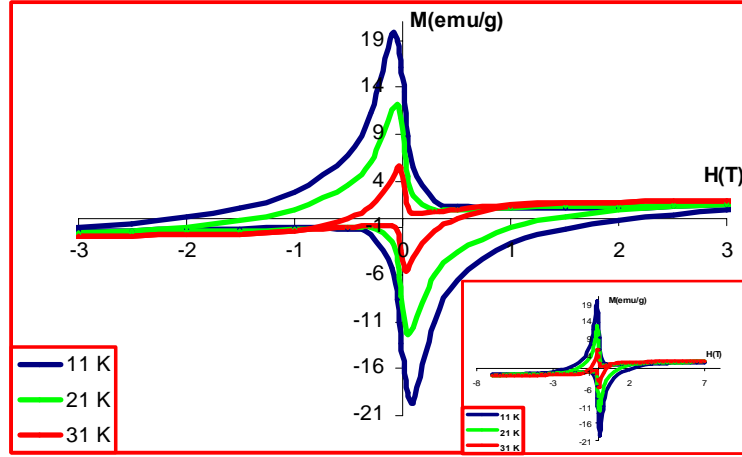
Şekil 6.30. Saf MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrisi.

Ölçümler sonucunda göze çarpan bir diğer özellik de manyetik alanın artıp azalmasına bağlı olarak belirli bir değerden sonra bu ilmeklerin kuyruk kısımlarının birleşik ya da ayrı olmasıdır ki bu özellik ölçüm alınan malzemenin yapısına bağlı olarak değişebilmektedir. Katkılanmamış MgB_2 'nin M-H eğrilerinde özellikle x-ekseni boyunca 4 T alan değerinin üzerinde kuyruk kısımlarının yapışık olduğu (yani manyetik alan artıp azalırken aynı manyetizasyon değerlerinin elde edildiği) görülmektedir.

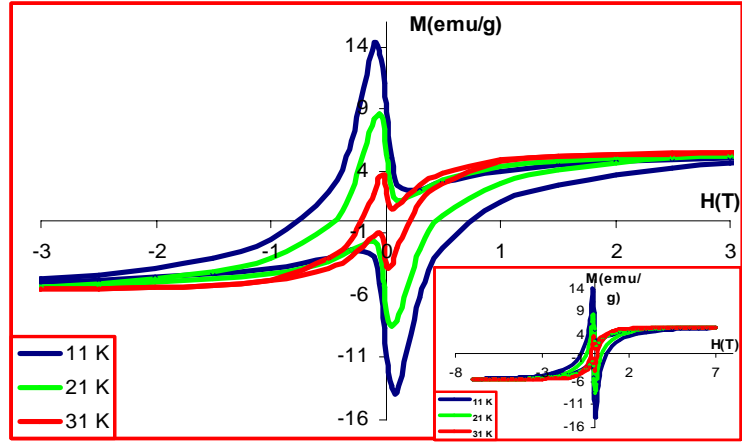
$x=0.005$, 0.01, 0.03, 0.05 ve 0.07 Co katkılama miktarına sahip örneklerin değişik sıcaklıklardaki M-H eğrileri şekil 6.31, 6.32, 6.33, 6.34 ve 6.35'de verilmektedir.



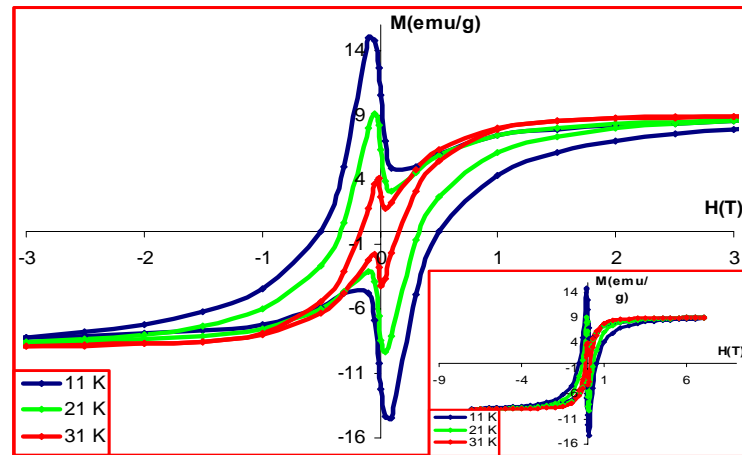
Şekil 6.31. $x=0.005$ katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



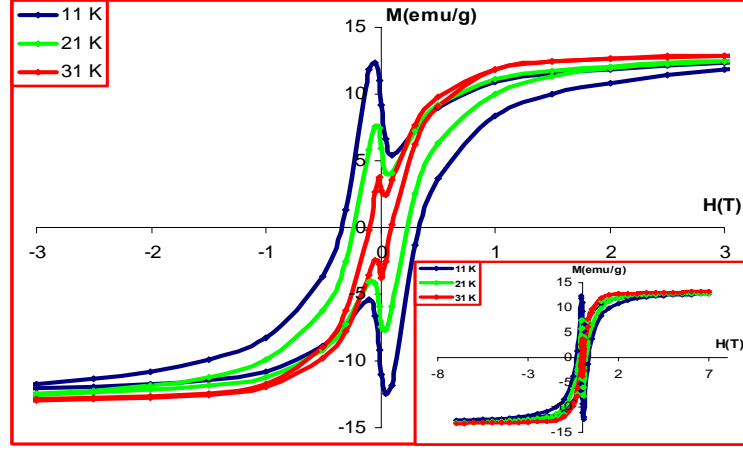
Şekil 6.32. $x=0.01$ katkılı MgB_2 şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.33. $x=0.03$ katkılı MgB_2 şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.34. $x=0.05$ katkılı MgB_2 şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.

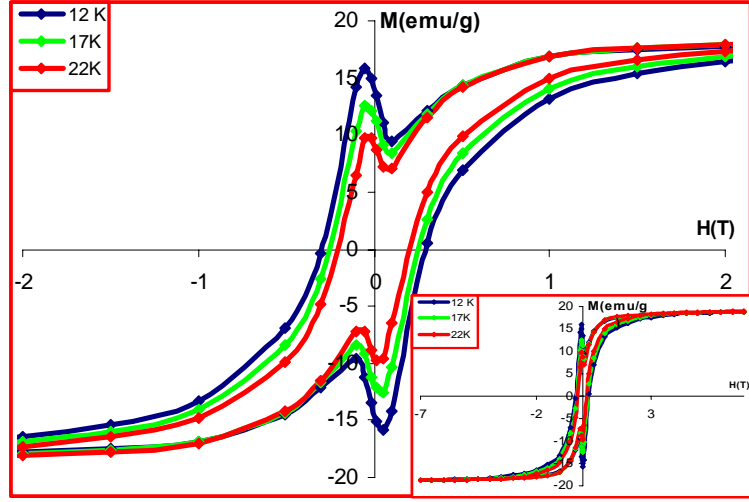


Şekil 6.35. $x=0.07$ katkılı MgB_2 şeritin 11, 21 ve 31 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.

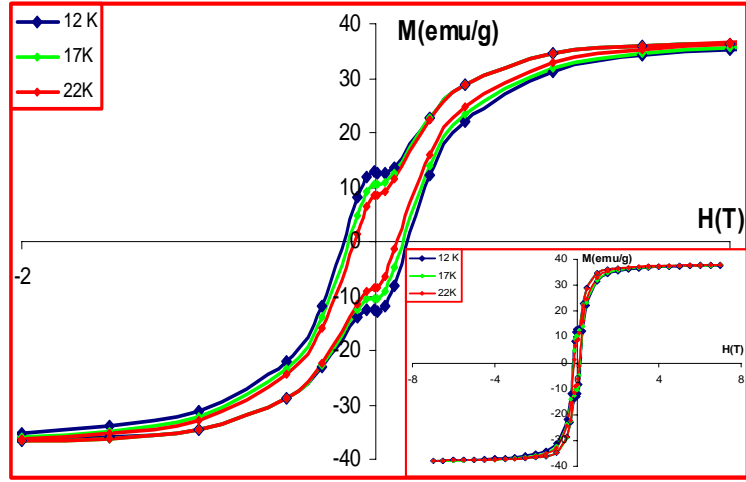
Bu sonuçlara göre yapıya katılanan Co miktarındaki artışın histerisiz eğrilerinin formunu yavaş yavaş değiştirdiği görülmüştür. Katılama miktarının artışıyla birlikte uç noktadaki manyetizasyon değerlerinin (M_+ ve M_-) azaldığı ayrıca, yapıdaki Co miktarının artması ile birlikte x-eksenine göre oluşan simetrinin değiştiği bulunmuştur. Yani histerisiz eğrilerinin kuyruk kısımlarının katılama miktarıyla x-ekseninden giderek uzaklaştığı gözlenmiştir. Bu durum safsızlıklara ve bunların oluşturdukları kusurlara bağlı olarak ortaya çıkmaktadır.

Aslında Co elementini manyetik açıdan incelersek ferromanyetik özelliğe sahip olduğu görülmektedir. Bu durumda diamanyetik özellik sergileyen bir yapıya ferromanyetik özelliğe sahip bir materyalin eklenmesi doğal olarak o yapı içerisinde manyetik açıdan değişimlere neden olacaktır. Bu durum bizim örneklerimizde Co katılması arttırıldıkça histerisiz eğrilerinin ferromanyetik malzemelerin histerisiz eğrilerine benzeyecek şekilde yavaş yavaş değişmesi şeklinde görülmektedir.

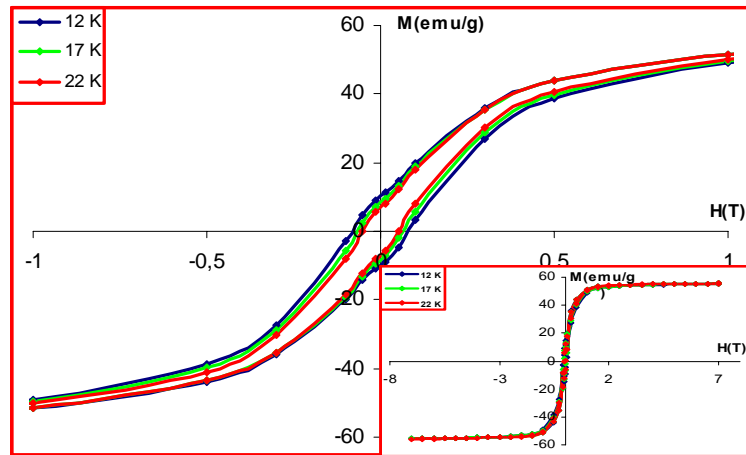
Gözlenen bu manyetik faz değişimlerin $x=0.1$, 0.2 , 0.3 , 0.4 ve 0.5 katkılı örnekler göz önüne alındığında daha da belirginleştiği şekil 6.36, 6.37, 6.38, 6.39 ve 6.40'da rahatlıkla gözlenmektedir.



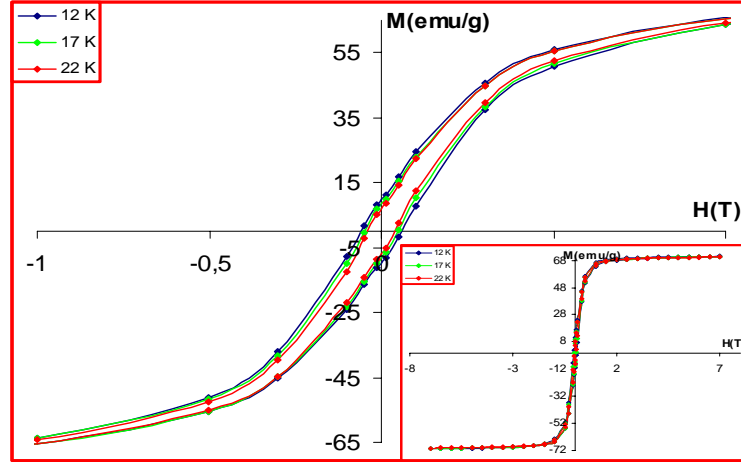
Şekil 6.36. $x=0.1$ Co katkılı MgB_2 şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



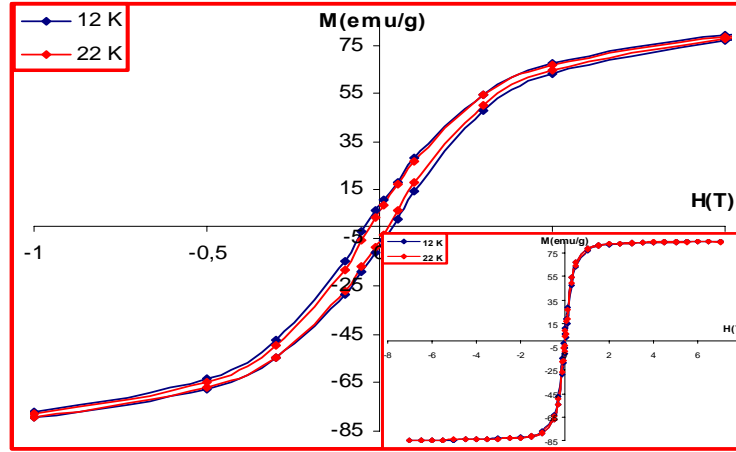
Şekil 6.37. $x=0.2$ Co katkılı MgB_2 şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.38. $x=0.3$ Co katkılı MgB_2 şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.39. $x=0.4$ Co katkılı MgB_2 şeritin 12,17 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.40. $x=0.5$ Co katkılı MgB_2 şeritin 12 ve 22 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.

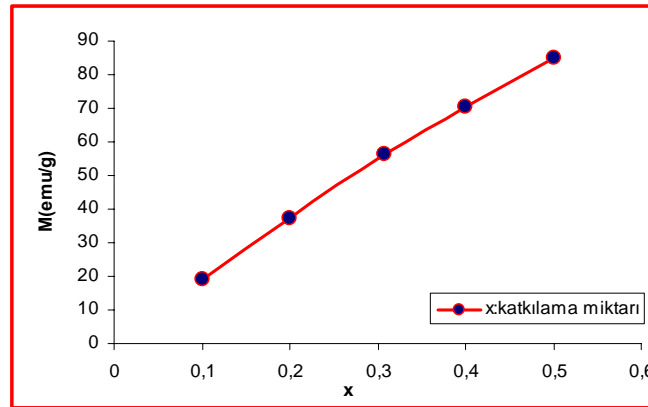
Katkılı numunelerde ferromanyetik fazın baskın olması ferromagnetik malzemeler boyutunda incelenecek olursa şu şekilde bir fiziksel açıklama getirilebilir:

Aslında ferromanyetik malzemeler domain adı verilen mikroskobik bölgelerden oluşmakla beraber herhangi bir bölgedeki momentlerinin hepsi aynı yönde yönelime sahiptirler. Ayrıca bu özellikteki bir numuneye dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında bu bölgeler alan yönünde yönelerek belirli bir manyetizasyon oluştururlar. Uygulanan alan ortamdaki kaldırılırsa bile numune manyetik alan varken edindiği manyetizasyonun yönünde net manyetizasyonunu koruyabilir. Diğer bir deyişle ferromagnetik malzemeler ortamda bir manyetik alan yokken bile az da olsa kalıcı bir manyetizasyona sahiptirler.

Hazırladığımız numunelerde yapıya katıldığımız Co miktarını giderek arttırmamız yapıdaki domainlerin artışına neden olacaktır. Dolayısıyla numuneye bir alan uygulandığında çok sayıda bölge alana paralel olacak şekilde yönelerek kalıcı bir manyetizasyon oluşturacak ve yapıda ferromanyetik fazın baskın olmasına neden olacaktır. Yani yapıya eklenen ferromanyetik faz süperiletken özelliğin bir gereği olan diamanyetik fazdan daha baskın olup yapıyı kendi özelliklerine uyduracaktır. Bizim örneklerimizde karşılaştığımız durumda açıklaması bu formda olmaktadır.

Bu değişimin doğurduğu en önemli sonuç ise katkılı sistemlerin artık süperiletken özellik sergilememesidir. Bilindiği gibi manyetik alan iki yolla süperiletkenliği yok etmektedir. Bunlardan birincisi elektron çiftlerini ayırarak, ikincisi ise elektron çiftlerinin spinlerini aynı yöne çevirerek. Katkılı yapılarda ise uygulanan manyetik alan ile yapıda oluşan kalıcı manyetizasyon sistem içerisinde bu tür bir etki yaratıp süperiletkenliğin yok olmasına neden olmaktadır.

Yüksek oranda Co katkılı örneklerin $M-H$ eğrilerinde doyum manyetizasyon değerinin arttığı gözlenmektedir (bilindiği gibi doyum manyetizasyonu, manyetik alan altındaki bir numunenin tüm manyetik momentlerinin uygulanan alan yönünde yönelmesine karşılık gelen manyetizasyon değeri olarak tanımlanmaktadır. Uygulanan manyetik alan altında numunenin manyetizasyonunun değişimi doyum manyetizasyonu olarak tanımlanan değere kadar artar ve bu değer üstünde alan ne kadar arttırılırsa arttırılsın manyetizasyon sabit bir büyüklük olarak kalır). Katkılı numunelerdeki doyum manyetizasyon değerinin katkılama miktarı ile değişimi şekil 6.41’de gösterilmektedir.



Şekil 6.41. Doyum magnetizasyon değerinin katkılama miktarı ile değişimi.

Hazırladığımız numunelerin histerisiz eğrilerinin yumuşak (soft) ferromagnetik malzemelerin histerisiz eğrileri formatında olduğu bulunmuştur. Bu tür malzemeler dar bir histerisiz ilmeğine ve küçük kalıcı mıknatıslanmaya sahiptirler. Uygulanan manyetik alanla soft ferromagnetik malzemeler kolaylıkla mıknatıslanıp, alan kaldırıldığında mıknatıslıkları kolaylıkla giderilebilir. Dolayısıyla numunelerimizin manyetik alan yokken mıknatıs olarak davranmayışı manyetik açıdan soft oluşlarından dolayıdır.

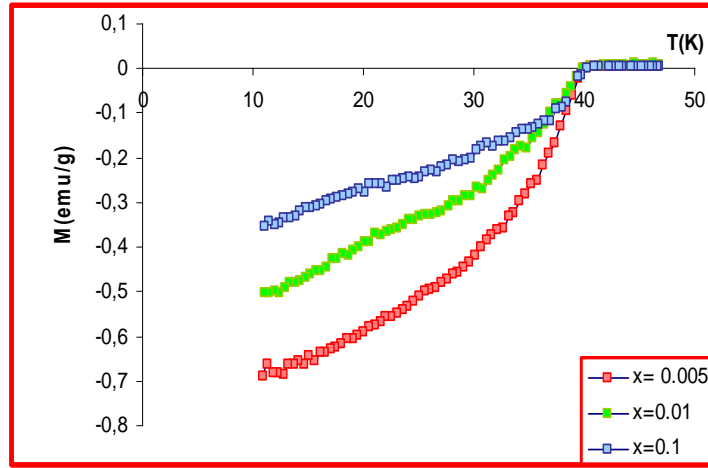
Histerisiz eğrilerinde gözlenen diğer bir özellik de sıcaklık arttıkça eğri içindeki alanın küçülmesidir. Histerisiz eğrisi içinde kalan alanın küçülmesi yapının manyetik olarak giderek softlaştığını, bu ise dışarıdan uygulanan bir manyetik alan ile numunenin kolaylıkla mıknatıslanıp alan kaldırıldığında mıknatıslığının kolaylıkla giderilebileceği anlamına gelmektedir.

Histerisiz ilmeklerini incelediğimizde yapıya katkıladığımız Co miktarı ve sıcaklığa bağlı olarak “coercive kuvvetin” değiştiğini de gözlemlemekteyiz. Soft ferromagnetik malzemelerde istenen özellikler büyük doyum manyetizasyonu, küçük coercive kuvvet ve küçük hysteresis kayıplarıdır. $(MgB_2)_{1-x}Co_x$ numunelerinde x miktarı ve sıcaklık değerleri arttıkça kalıcı mıknatıslanma değeri azalmakta dolayısıyla bu mıknatıslanmayı sıfır yapan coercive kuvvet değeri de azalmaktadır.

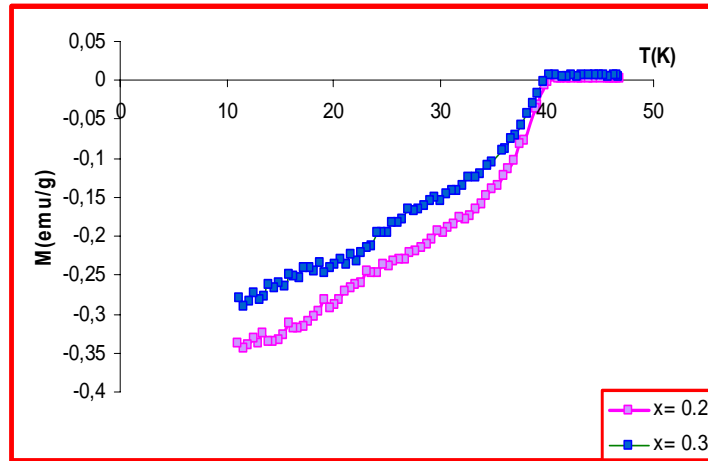
6.4.2. Mo Katkılı MgB_2 Şeritlerin M-H ve M-T Ölçüm Sonuçları

6.4.2.1. M-T Ölçüm Sonuçları

Bir süperiletken sistem içerisine katkıladığımız bir elementin o sistem içerisinde manyetik açıdan nasıl bir değişim oluşturabileceğini saptayabilmemiz için öncelikle o elementin manyetik özelliğinin ne olduğunu bilmemiz gerekmektedir. Mo elementinin manyetik açıdan paramanyetik özellik sergilediği bilinmektedir. Dolayısıyla süperiletken durumda iken diamanyetik özellik sergileyen bir sistem içerisine paramanyetik bir sistemin katkılanması elbette yapı içerisinde manyetik değişimlere neden olacaktır. Mo katkılı numuneler için 0.01 T sabit manyetik alan altında ve 10–50 K arasında alınan M-T ölçüm sonuçları Şekil 6.42 ve 6.43’de verilmiştir.



Şekil 6.42. $x=0.005$, 0.01 ve 0.1 Mo katkılama oranına sahip şeritlerin M - T grafikleri.



Şekil 6.43. $x=0.2$ ve 0.3 Mo katkılama oranına sahip şeritlerin M - T grafikleri.

Elde edilen sonuçlara göre Mo katkılı MgB_2 süperiletkeni için kritik sıcaklık değerinin (~ 39 K) üstündeki sıcaklıklarda manyetizasyon değerinin sabit fakat pozitif ve oldukça küçük bir değerde olduğu bulunmuştur. Normalde saf MgB_2 süperiletkeni için M - T eğrisinde bu değer sıfırdır çünkü diamanyetik faz ancak kritik sıcaklık değerinden itibaren başlar ve ondan önceki sıcaklıklarda süperiletkenlerde manyetizasyon sıfır değerindedir. Fakat hazırladığımız sistemler için katkılama miktarına bağlı olarak örneklerin 39 K'nin üzerindeki değerlerde bir manyetik etki göstermesi (manyetizasyon değerinin pozitif yönde artması) yapı içerisine katkıladığımız Mo elementinin zayıf paramanyetik bir davranış sergilemesinden kaynaklanmaktadır.

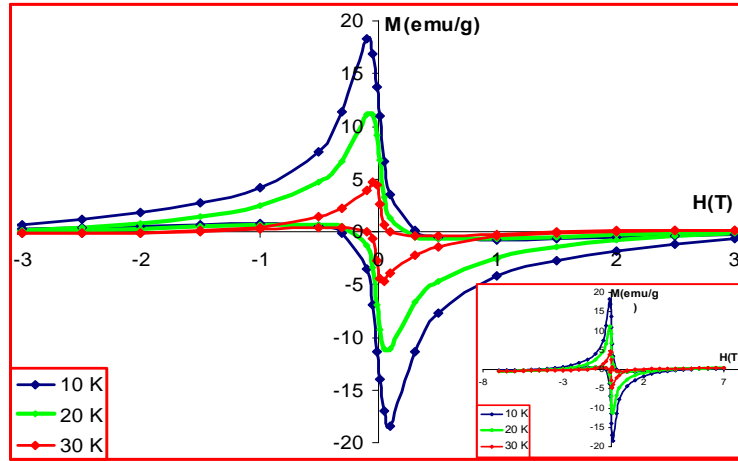
Bilindiği gibi paramanyetik malzemeler çiftlenmemiş elektronlara sahiptirler ve bunun sonucunda da pozitif manyetik alınganlığa sahip olurlar. Fakat paramanyetik

malzemelerin alınganlık deęerleri ferromanyetik malzemeler ile kıyaslandığında yaklaşık olarak 1000 kat kadar daha az bir deęerde olduęu bilinmektedir [99]. Dolayısıyla Co katkılı numunelerde katkılama miktarına baęlı olarak daha iyi gözlenen manyetizasyon deęerindeki artış Mo katkılı numunelerde zayıf paramanyetik etkiden dolayı daha zor algılanmaktadır.

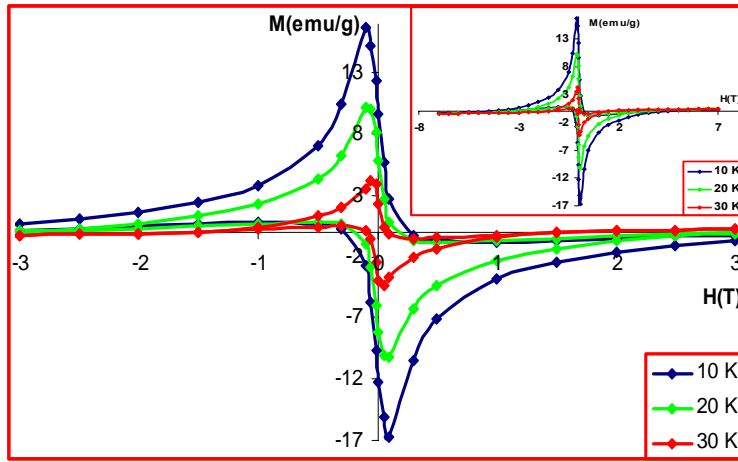
Elde edilen sonuçlara göre gözlenen dięer bir detay ise manyetizasyon deęerinde örneklerin kritik sıcaklığından itibaren normal düşüşün (diamanyetik etkinin) olmasıdır. Fakat katkılama miktarı yükseldikçe bu düşüşün yavaş bir şekilde gerçekleştięi görülmektedir. Bu da genel olarak bakıldığında özellikle tanecikler arasında safsızlık fazları bulunan süperiletkenlerde sık rastlanan bir olgudur.

6.4.2.2. M-H Ölçüm Sonuçları

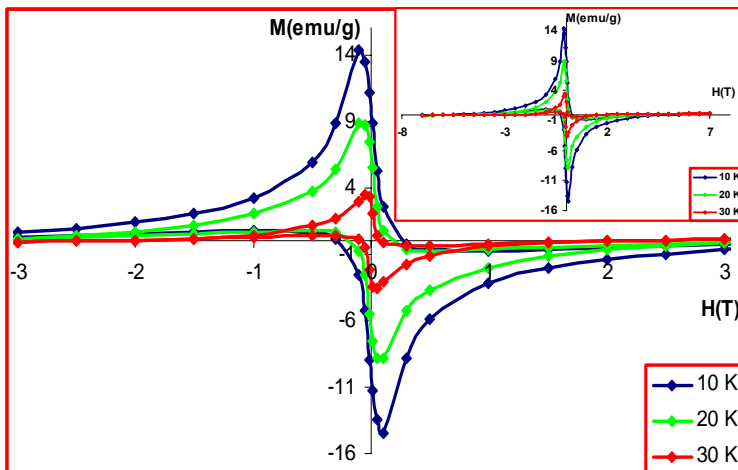
Mo katkılı sistem için elde edilen sonuçlar Şekil 6.44–48 de verilmiştir. Örneklerin manyetizasyon deęerinde uygulanan alan ile oluşan azalmanın oldukça hızlı olduęu görülmektedir. Bu sonuç ise uygulanan manyetik alan deęerinin deęiştirilmesi ile akı çizgilerinin normal bölgeler içerisinde tuzaklandığı anlamına gelmektedir. Çünkü manyetik alan deęerinin artması ile vorteksler tarafından tuzaklanan akı çizgilerinin sayısında giderek bir artış oluşacak ve alan azaltıldığında ise bu çizgiler tuzaklanmış olarak kalacaklardır. Elde edilen verilere göre manyetizasyon deęerinin uygulanan manyetik alan deęeri arttırıldığı zaman ($0 \rightarrow 7$ T) exponansiyel bir şekilde azalma gösterdiği buna karşılık alan deęeri azaltıldığında ise ($7 \rightarrow 0$ T) yaklaşık olarak sabit ve sıfır deęerine yakın fakat manyetik alanın sıfıra yakın deęerleri için aniden arttığı görülmektedir. Bu sonuç histerisiz eğrisinin dięer kısmı için de ($0 \rightarrow -7$ T ve $-7 \rightarrow 0$ T) aynı şekilde sonuçlanmıştır.



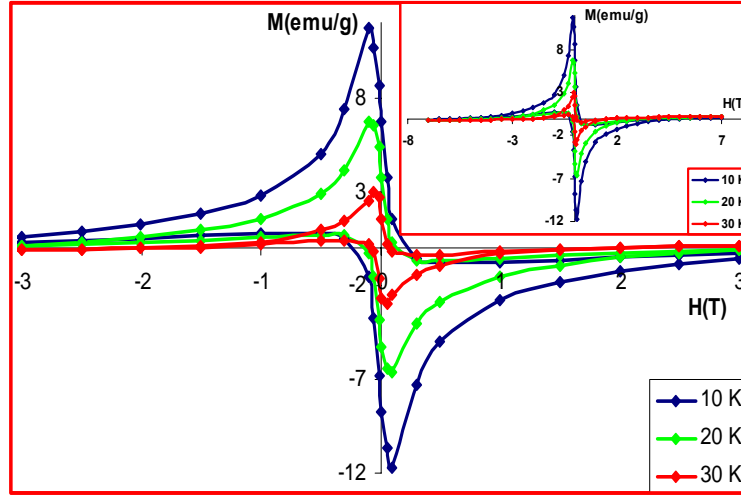
Şekil 6.44. $x=0.005$ oranında Mo katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M - H eğrileri.



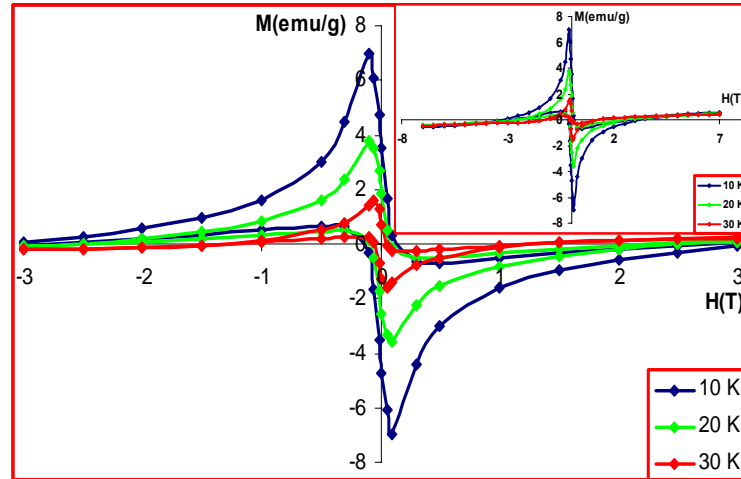
Şekil 6.45. $x=0.01$ oranında Mo katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M - H eğrileri.



Şekil 6.46. $x=0.1$ oranında Mo katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M - H eğrileri.



Şekil 6.47. $x=0.2$ oranında Mo katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.



Şekil 6.48. $x=0.3$ oranında Mo katkılı MgB_2 şeritin 10, 20 ve 30 K sıcaklıklarındaki M-H eğrileri.

Saf MgB_2 'nin M-H eğrisi incelendiğinde, şekil 6.30, alan değeri arttırıldığında manyetizasyon değerinde üstel şekilde bir azalma oluşmaktadır. Alan değeri azaltılırken de manyetizasyon değerinin aynı şekilde artış sergilediği görülebilmektedir. Fakat hazırladığımız katkılı sistemler için aynı şeyi söyleyemememizin sebebi yapı içerisine kattığımız paramanyetik Mo elementinin yaratmış olduğu etkinin bir sonucudur.

Bilindiği gibi paramanyetik malzemeler pozitif fakat küçük bir manyetik duygunluğa ($\chi = M/H$) sahiptirler. Bu duygunluk, sürekli manyetik dipol momenti olan atomların (ya da iyonların) varlığından kaynaklanır. Bu momentler birbirleri ile çok zayıf etkileşimde bulunurlar ve bir dış manyetik alan içerisinde bulunmadıkları zaman

gelişigüzel yönelmişlerdir. Madde bir dış manyetik alan içerisine konulduğu zaman, atomik momentleri alan yönünde yönelmeye zorlanırlar. Mo elementinin manyetik duygunluk değerlerine bakacak olursak 298 K'de 89.10^{-6} , 63.8 K'de 108.10^{-6} ve 20.4 K'de $149,2.10^{-6}$ değerine sahip olduğu bulunmuştur[99]. Sonuçlara bakıldığında düşük katkılama oranları için değil de özellikle daha yüksek katkı oranları için örneğin $x=0.3$ için elde edilen $M-H$ eğrisinde uygulanan alan pozitif olduğunda manyetizasyon değerinin x-ekseninin üzerinde (pozitif) ve sabit, uygulanan alan negatif olduğunda ise manyetizasyon değerinin x-ekseninin altında (negatif) ve sabit olduğu görülmektedir. Böyle bir sonucun gözlenmesi yapı içerisindeki paramanyetik Mo elementinin uygulanan alanın yönüne bağlı olarak küçük fakat alan ile aynı yönde bir manyetizasyon oluşturmasının sonucudur.

Diğer bir etki de katkılama miktarına bağlı olarak manyetik alanın düşük değerlerine tekabül eden maksimum manyetizasyon değerinin azaldığı fakat sistemin simetrik formunun değişmediğidir. Manyetizasyonun uç değerlerinde oluşan azalma sistemin kritik akım yoğunluğunun azaldığının da bir göstergesidir. Bu etki katkılama oranına bağlı olarak $M-H$ eğrileri içerisinde kalan alanın küçülmesine bağlı olarak da tahmin edilebilir. Çünkü histerisis eğrisi içerisinde kalan alanın büyük olması o sistem için kritik akım yoğunluğunu belirleyen bir parametre olan tuzaklama özelliklerinin iyi olduğu anlamına gelmektedir.

7. ELDE EDİLEN SONUÇLARIN YORUMLANMASI

MgB₂ metal-alaşım sistemine Co ve Mo elementleri farklı oranlarda katkılanarak şerit formunda numune eldesi için en uygun metot olan Powder-In-Tube (PIT) metodu kullanılmıştır. Tez dâhilinde alınan ölçümler neticesinde yapılan her iki katkılamanın metalik sistemdeki süperiletkenlik davranışı ortadan kaldırdığı tespit edilmiştir.

7.1. XRD Sonuçları

Co katkılaması yapılarak hazırlanan örneklerin XRD grafiklerinde gözlenen tüm piklerin MgB₂ sistemine ait pikler olduğu, çok düşük katkılama miktarları için Co ile ilişkili herhangi bir safsızlık fazına rastlanılmadığı gözlenmiştir. Ancak katkılama miktarının artışıyla birlikte Co'nun B ile reaksiyona girip Co₄B fazını oluşturacak şekilde yapılaştığı gözlenmiştir. Düşük katkılama oranları için yapı içerisinde safsızlık fazının oluşmamasına rağmen MgB₂'nin karakteristik pik şiddetlerinde azalma gözlenmiştir. Safsızlık fazı olarak belirlenen Co₄B fazı belirli katkılama oranıyla birlikte XRD analizlerinde gözlenmiş ve bu faza ait pik şiddetleri de katkılama oranı arttıkça artmıştır. Genel olarak düşük ve yüksek katkılama oranları için kristal simetrisinin bozulmadığı ve basit hekzagonal formda olduğu bulunmuştur.

Mo katkılı örneklerin kırınım desenleri incelendiğinde (110), (200) ve (211) düzlemlerinde Mo elementine ait safsızlık fazlarının düşük katkılama oranlarından itibaren oluşum sergilediği gözlenmiştir. Örneklerin hazırlanması esnasında uygulanan ısı işlem sıcaklığının (600⁰C) bu elementin Mg ya da B ile reaksiyona girecek kadar yeterli düzeyde olmaması nedeniyle Mg-Mo veya B-Mo elementlerinin bileşimlerinden oluşan herhangi bir safsızlık fazına rastlanmamış, Mo'nin yapı içerisinde lokal olarak kaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca Mo katkılı sistemler için de kristal simetrisinin hekzagonal formunu koruduğu bulunmuştur.

7.2. SEM Sonuları

SEM incelemeleri sonucunda Co ve Mo katkılı erit sistemler iin mikroyapının tanecikli olduėu gzlenmiřtir. Ancak gzlenen bu tanecikli yapılařmalarda tanecik boyutlarının birbirlerinden farklı olduėu ve rastgele bir ynelim sergiledikleri de gzden kamamaktadır.

Uygulanan ısıl iřlem sıcaklıėına baėlı olarak Co ve Mo'nin yapı ierisine tam olarak difüz etmediėi elde edilen bulgular arasındadır. Fakat her iki katkılama iin alınan sonulara bakıldıėında yapı ierisinde yer yer sıkı baėlı taneciklerden oluřan bekleřmelerin meydana geldiėi gzlenmiřtir. Dolayısıyla meydana gelen bu yapılařma numunelerimize mekanik aıdan sert birer malzeme zelliėi kazandırmıřtır.

MgB₂ metal alařımı ok kısa srede hava ortamında oksijen ile reaksiyona girebilme zelliėine sahip olduėundan yer yer MgO fazlarına da rastlanmıřtır ki bu da bizim numunelerimiz iin istenmeyen bir durumdur.

Sonu olarak MgB₂'nin karakteristik yapısı olan mikroyapıdaki tanecikli yapılařma her iki katkılama iin korunmuřtur.

7.3. Elektriksel lm Sonuları

Katkısız haldeyken metal ve alařım speriletken sistemler ierisinde en yksek geiř sıcaklıėına sahip olan MgB₂ ierisine manyetik katkılamlar yapılarak bu katkılamların sisteme getirisinin ne olabileceėi arařtırılmıřtır. Ancak yapılan lmler neticesinde ferromanyetik Co ve paramanyetik Mo elementlerinin bu sistem ierisinde speriletkenlik mekanizmasını yok edecek ynde tanecik sınırlarında safsızlık fazları oluřturacak řekilde davranıř sergilediėi bulunmuřtur. Yani yapılan her iki katkılama iin sistemler speriletken davranıř sergilememiřtir ($x=0.005$ ve 0.01 katkılı Mo erit sistemleri hari). Buna gre bu tr manyetik katkılamların MgB₂ speriletken sistem iin uygun olmadıėı sonucuna varılmıřtır.

7.4. Manyetik Ölçüm Sonuçları

Yaptığımız çalışmada manyetik katkılar yapılarak şerit formunda hazırlanan numunelerin manyetik açıdan nasıl bir değişim sergilediğini gözlemlemek amacıyla manyetizasyonun sıcaklık ve uygulanan alana bağımlılığı araştırılmıştır.

Co katkılanan sistemler için katkılama oranına paralel olarak $M-H$ ilmeği içerisinde kalan alanın ve maksimum manyetizasyon değerlerinin (M_+ ve M_-) azaldığı bulunmuştur. Bilindiği üzere süperiletkenlerde $M-H$ ilmeğinin geniş olması o sistem için tuzaklama özelliklerinin iyi olduğuna işaret eden bir delil olmaktadır. Ancak elde edilen sonuçlar dâhilinde düşük katkılama oranıyla birlikte bu eğrilerin katkısız MgB_2 için elde edilen sonuçtan saptığı ve katkılama miktarının artmasıyla birlikte Co elementinin manyetik açıdan karakteristik yapısı olan ferromanyetik davranış sergilediği bulunmuştur. Diğer bir ifade ile yapı içerisinde ferromanyetik fazın baskın olduğu gözlenmiştir. Ayrıca katkılı sistemler için gözlenen $M-H$ eğrilerinin soft (yumuşak) ferromanyetik malzemelerin sergilediği gibi bir davranış sergilemesi histerisiz ilmeklerinin dar olmasından kolaylıkla anlaşılmaktadır. Elde edilen bu sonuç manyetizasyonun sıcaklık ile değişim eğrilerinde gözlenen sonuç ile desteklenmektedir.

Mo katkılı sistemler için elde edilen sonuçlarda da $M-H$ eğrisi içerisinde kalan alanın ve manyetizasyonun uç değerlerinin katkılanan paramanyetik Mo miktarının yapı içerisindeki artışına bağlı olarak azaldığı gözlenmiştir. Daha öncede bahsettiğimiz gibi eğri içerisinde kalan alanın küçülmesi o süperiletken sistem için kritik akım yoğunluğunun iyileştirilmesinde önemli bir parametre olan tuzaklama özelliklerinin azaldığına işaret etmektedir. Bu sistemler için $M-T$ eğrileri incelendiğinde paramanyetik etkiden dolayı normal durumda manyetizasyon değerinin sıfırın üzerinde belli bir pozitif değerde olduğu gözlenmiştir. Fakat bu manyetizasyon değerinin Co katkılı sistemlerde olduğu gibi çok yüksek bir değer sergilemediği bulunmuştur. Ancak 39 K'den itibaren numunelerin manyetik olarak diamanyetik bir davranış sergilediği gözlenmiştir. Yani manyetizasyon değeri bu sıcaklık değerinin altındaki sıcaklık değerleri için sürekli bir düşüş sergilemiş, katkılama miktarının artışına bağlı olarak bu düşüşün daha yavaş bir şekilde olduğu bulunmuştur.

KAYNAKLAR

- [1] H. K. Onnes, **Leiden comm.** 120b, 122b, 124c (1911)
- [2] Kiessling R 1949 **Acta Chem. Scand.** **3** 603
- [3] Cooper A S, Corenzwit E, Longinotti L D, Matthias B T and Zachariasen W H
1970 **Proc. Natl. Acad. Sci. USA** 67 313
- [4] Leyarovska L and Leyarovski E 1979 **J. Less-Common Met.** 67 249
- [5] J Akimitsu 2001 **Symposium on Transition Metal Oxidies** (Sendai, Japan, 10
January 2001, Superconductivity of metallic boron in MgB₂ **Phys. Rev. Lett.**
86(2001)4656
- [6] H. K. Onnes, Sur'les resistanceselectriques communications from the physical
Laboratory of the University of Leiden, supplement, 29(1911)
- [7] Kamerling O., **Leiden Commun.**, 140b, c 141b(1913)
- [8] W. Meissner and R. Ochsenfeld, **Naturwissenschaften** 21(1933)787
- [9] F. London and H. London, **Prog. Roy. Soc. (London)** A 149(1935)71
- [10] V. L. Ginsburg and L. K. Landau, **Sov. Phys. J. E. T. P.**, 20(1950)1064
- [11] H. Frohlich, **Phys. Rev.** , 79,845(1990)
- [12] E. Maxwell, **Phys. Rev.** , 78,477(1950)
- [13] A. A. Abrikosov, On The Magnetic Properties of Superconductors of The Second
Group, **Soviet Physics JETP**, V5, N6 (1957)
- [14] J. Bardeen, L.N. Cooper and J.R. Schrieffer, **Phys. Rev.** 108 1175 (1957)
- [15] John R. Taylor and Chris D. Zafaritos, **Fizik ve Mühendisliklerde Modern Fizik**
(1996) 448
- [16] Mitchel C.W., Hervieu M., Borel M.M., Grandin A., Deslandes F., Provost J. and
Raveau B., **Z. Phys.**, (1987) B68, 421
- [17] Chu M. K., Ashbourn J. R., Tourng C. J., Meng L. R., Gao L., Huang Z. J., Wang
Y. Q. And Chu C. W., **Phys. Rev. Lett.** 58, 908 (1987)
- [18] Maeda H., et al.,**jpn.J.Appl.phys.**27,L209(1988)
- [19] L. Hongbao, C. Liezhao, Z. Ling, Y. Zhidong, X. Bai, C. Zhaojia and Z. Yuheng,

- Solid State Commun.**, 69, 687(1989)
- [20] T. Kaneko, T. Wada, H. Yamauchi and S. Tanaka., **J. of Appl. Phys. Lett.**, 56(13), 1281(1990)
- [21] S N. Putilin, E. V. Antipov, O. Chmaisssen and M. Marezio, Superconductivity at 94 K in $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ **Nature** 362(1993)226
- [22] C. W. Chu, L. Gao, F. Chen, Z. J. Huang, R. L. Meng and Y. Y. Xue, Superconductivity above 150 K in $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+\delta}$ at High Pressures. **Nature** 365 (1993)323
- [23] F. Giubileo (a), D. Roditchev, W. Sacks, R. Kamy and J. Klein, 2001 Preprint, Strong Coupling and Double Gap Density of States in Superconducting MgB_2 , **cond-mat/0105146**
- [24] X. K. Chen et al. , **Phys. Rev. Lett.** 87 (2001), p. 177006
- [25] Mun-Seog Kim, John A. Skinta, Thomas R. Lemberger, W. N. Kang, Hyeong-Jin Kim, Eun-Mi Choi and Sing-Ik Lee, **cond-mat/0201550 v3**
- [26] F. Bouquet, Y. Wang, R. A. Fisher, D. G. Hinks, J. D. Jorgensen, A. Junod and N. E. Philips, **cond-mat/0107196** (specific heat)
- [27] F. Bouquet, R. A. Fisher, N. E. Philips, D. G. Hinks and J. D. Jorgensen, **Phys. Rev. Lett.**, 87 (2001) 047001
- [28] Y. Wang, T. Plackowski and A. Junod, **Physica C**, 355 (2001) 179
- [29] S L. Bud'ko, G Lapertot, C Petrovic, C E Cunningham, N Anderson and Canfield., Boron isotope effect in superconducting MgB_2 . **Phys. Rev. Lett.** 86(2001)1877
- [30] D G. Hinks, H. Claus and J D. Jorgensen, The Complex nature of superconductivity in MgB_2 as revealed by the reduced total isotope effect, **Nature** 411 (2001)457
- [31] M. Tinkham, Introduction to Superconductivity, Pergoman Pres, Oxford, New York(1982)
- [32] C. P. Poole, T. Data and H. Faroch, Cooper Oxide Superconductors. Willey. New York(1989)

- [33] A. C. Rose lingers and E. H. Rhoderik, Introduction to Superconductivity, Pergoman Pres, Oxford. (1978)
- [34] P. C. Canfield, S. L. Bud'ko and D. K. Finnemore, **Physica C** 385 (2003) 1
- [35] M. E. Jones and R. E. Marsh, **J. Am. Chem. Soc.**, 76(1954) 1434
- [36] <http://arxiv.org/ftp/cond-mat/papers/0105/0105545.pdf>
- [37] He Lun-Hua, Hu Gui-Qing, Zhang Pan-Lin and Yan Qi-Wei, **Chin. Phys. Soc.** And IOP Publishing Ltd., 10 4 (2001)
- [38] Sadi Turgut, **Bilim ve Teknik**, Nisan 2001
- [39] Shugo Suzuki, Shin'ichi Higai and Kenji Nakao, Submitted to **J. Phys. Soc. Jpn.** on 7 Feb (2001)
- [40] D. Mijatovic, MgB₂ thin films and Josephson devices, Ph. D. Thesis University of Twente, Enschede, The Netherlands
- [41] Nagamatsu J., Nakagava N., Muranaka Tzenitani Y. and Akimitsu J. 2001 Superconductivity at 39 K in magnesium diboride, **Nature** 410, 63
- [42] Gasparov V.A., Sidorov N.S., Zver'kova II and Kulakov M.P. 2001, Preprint **Cond. Mat.**/0104323
- [43] R. J. Cava, B. Batlagg, S. Sunshine and E. A. Rietman , **Phys. Lett.** 58, 1676(1987)
- [44] M. Tinkham, Introduction to Superconductivity Kriger, Florida (1985)
- [45] Jung C U et al 2001b, Growth and physical properties of single crystalline MgB₂, Preprint **cond-mat** / 0106146
- [46] O F. de Lima, R A. Ribeiro, M A. Avila, C A. Cardoso and A A. Coelho, 2001b Anisotropic superconducting properties of aligned MgB₂ crystallites, **Phys. Rev. Lett.** 86 5974
- [47] M H. Jung, M. Jaime, A H. Lacerda, G S. Boebinger, W N. Kang, H J. Kim, E M. Choi and S I. Lee, 2001c Anisotropic superconductivity in epitaxial MgB₂ films, Preprint **cond-mat** / 0106146

- [48] C. Ferdeghini et al 2001, Growth of c-oriented MgB₂ thin films by Pulsed Laser deposition: structural characterization and electronic anisotropy, Preprint **cond-mat** / 0107031
- [49] S L. Bud'ko, V G. Kogan and P C. Canfield, 2001a, Preprint **cond-mat** / 0106577
- [50] Terry P. Orlando, Kevin A. Delin Foundation of Applied Superconductivity, Addison-Wesley Publishing Company, 1991
- [51] J D. Jorgensen, D G. Hinks and S. Short, **Phys. Rev. B.** 63(2001)4522
- [52] J M. An and W E. Pickett, **Phys. Rev.** 108, 1175 (1957)
- [53] J D. Jorgensen, D G. Hinks and S. Short, Material Science Division, Argonne National Laboratory, Argonne, IL 60439 (23 February 2001)
- [54] P J. Bordet, Absence of a structural transition on up to 40 Gpa in MgB₂ and the relevance of magnesium non-stoichiometry, Preprint **cond-mat** / 0106585, 2001
- [55] S. Deemyad, J S. Schilling, J D. Jorgensen and D G. Hinks, Dependence of the superconducting transition temperature of MgB₂ on pressure to 20 Gpa. Preprint **cond-mat** / 0106057, 2001
- [56] A F. Goncharov, V V. Struzhkin, E. Gregoryanz, H K. Mao, R J. Hemley, G. Lapertot, S L. Bud'ko, P C. Canfield and I I. Mazin, Pressure dependence of the Raman spectrum lattice parameters and superconducting critical temperature of MgB₂, Preprint **cond-mat** / 0106258, 2001
- [57] Cristina Buzea and Tsutomu Yamashita, **Supercond.Sci.Technol.** 14 (2001) R115-146
- [58] Y. Eltsev, K. Nakao, S. Lee, T. Masui, N. Chikumoto, S. Tajima, N. Koshizuka and M. Murakami, 2002 **Phys. Rev. B** 66 180504(R)
- [59] W N. Kang, C U. Jung, Kijoon H P. Kim, Min-Seok Park, S Y. Lee, Hyeong-Jin Kim, Eun- Mi Choi, .kyung Hee Kim, Mun-Seog Kim and Sung-Ik Lee, Pohang University of Science and Technology
- [60] C. Nolscher and G. Saemann-Ischenko, **Phys. Rev. B** 32, 1519 (1985)
- [61] J M. Harris, Y F. Yan and N P. Ong, **Phys.Rev. B** 46, 14393(1992)

- [62] D C. Larbalestier, M O. Rikel, L D. Cooley, A A. Polyanskii, Y J. Jiang, S. Patnaik, X Y. Cai, D M. Feldmann, A. Gurevich, A A. Squitieri, M T. Naus, C B. Eom, E E. Hellstrom, R J. Cava, K A. Regan, N. Rogado, M A. Hayward, T. He, J S. Slusky, P. Khalifah, K. Inumaru, M. Haas, **Nature** 410 (2001) 186
- [63] K. Kawano, J S. Abell, M. Kambara, N. Hari Babu, D A. Cardwell, **Appl. Phys. Lett.** 79 (2001) 2216
- [64] DK Finnemore, JE Ostenson, SL Bud'ko, G Lapertot, PC Canfield, **Phys Rev Lett.** 2001 Mar 12;86(11):2420–2.
- [65] Michio Naito and Kenji Ueda, **Supercond.Sci.Technol.** 17 (2004) R1-R18
- [66] M. E. Yakıncı, Y. Balcı, M. A. Aksan, **Physica C** 408-410 (2004) 684-685
- [67] M. A. Aksan, M. E. Yakıncı, Y. Balcı, **Physica C** 408-410 (2004) 132-133
- [68] G. J. Xu, J. –C. Grivel, A. B. Abrahamsen, X. P. Chen, N. H. Andersen, **Physica C** 399 (2003) 8-14
- [69] Shinya Ueda, Jun-ichi Shimoyama, Akiyasu Yamamoto, Shigeru Horii and Kohji Kishio, **Supercond. Sci. Technol.** 17 (2004) 926-930
- [70] M. Zouaoui, A. M'chirgui, F. Ben Azzouz, B. Yangui, M. Ben Salem, **Physica C** 382 (2002) 217-223
- [71] D. W. Gu, Y. M. Cai, J. K. F. Yau, Y. G. Cui, T. Wu, G. Q. Yuan, L. J. Shen, X. Jin, **Physica C** 386 (2003) 643-647
- [72] Morsy M. A. Sekkina, Khaled M. Elsabow, **Physica C** 391 (2003) 217-222
- [73] D. Goto, T. Machi, Y. Zhao, N. Koshizuka, M. Murakami, S. Arai, **Physica C** 392- 396 (2003) 272-275
- [74] Markus Kühberger, Gerhard Gritzner, **Physica C** 370 (2002) 39-43
- [75] S. Soltanian, J. Horvat, X. L. Wang, P. Munroe, S. X. Dou, **Physica C** 390 (2003) 185-189
- [76] M. R. Chimberle, M. Novak, P. Manfrinetti and A. Palenzona, **Supercond. Sci. Technol.** 15 (2002) 43-47

- [77] E. Kuzmann, Z. Homonnay, Z. Klencsár, M. Kühberberger, A. Vértes and G. Gritzner, **Supercond. Sci. Technol.** 15 (2002) 1479-1485
- [78] C. H. Cheng, Y. Zhao, X. T. Zhu, J. Nowotny, C. C. Sorreu, T. Finlayson, H. Zhang, **Physica C** 386 (2003) 588-592
- [79] C. H. Cheng, Y. Zhao, L. Wang, H. Zhang, **Physica C** 378-381 (2002)244-248
- [80] S. Y. Li, Y. M. Xiong, W. Q. Mo, R. Fan, C. H. Wang, X. G. Luo, Z. Sun, H. T. Zhang, L. Li, L. Z. Cao and X. H. Chen, **Physica C** 363 (2001) 219-223
- [81] M. Paranthaman, J. R. Thompson and D. K. Christen, **Physica C** April 4 (2001)
- [82] M. Delfany, X. L. Wang, S. Soltanian, J. Horvat, H. K. Liu and S. X. Dou, **Ceramics International** 30 1581-1583 (2004)
- [83] Prabhakar P. Singh and P. Jiji Thomas Joseph, *Journal of Physics: condensed Matter* 14 (2002)12441-12449
- [84] X. F. Rui, J. Chen, X. Chen, W. Guo, H. Zhang, **Physica C** 412-414 (2004) 312-315
- [85] S. Soltanian, X. L. Wang, J. Horvat, A. H. Li, H. K. Liu, S. X. Dow, **Physica C** 382 (2002) 187-193
- [86] G. J. Xu, J. -C. Grivel, A. B. Abrahamsen, X. P. Chen, N. H. Andersen, **Physica C** 403 (2004) 113-118
- [87] T. Nakane, H. Takeya, H. Fujii and H. Kumakura, **Supercond. Sci. Technol.** 18 (2005) 521-525
- [88] S. Agrestini, C. Metallo, M. Filippi, G. Campi, C. Sanipoli, S. De Negri, M. Giovannini, A. Saccone, A. Latini, A. Bianconi, **Journal of Physics and Chemistry of Solids** 65 (2004) 1479-1484
- [89] Yanwei Ma, H. Kumakura, A. Matsumoto, H. Takeya, K. Togano, **Physica C** 408-410 (2004) 138-139
- [90] C. H. Cheng, H. Zhang, Y. Zhao, Y. Feng, X. F. Rui, P. Munroe, H. M. Zeng, N. Koshizuka and M. Murakami, **Supercond. Sci. Technol.** 16 (2003) 1182-1186

- [91] H. L. Li, K. Q. Ruan, S. Y. Li, Y. Yu, C. Y. Wang, L. Z. Cao, **Physica C** 386 (2003) 560-564
- [92] X. L. Xu, J. D. Guo, Y. Z. Wang, X. Wang, **Materials Letters** 58 (2003) 142-145
- [93] Y. Zhao, M. Ionescu, J. Horvat, A. H. Li, S. X. Dou, Institute for Superconducting and Electronic Materials, University of Wollongong, NSW, 2522, Australia
- [94] Y. Moritomo, Sh. Xu, arXiv **cond-mat/** 0104568V1 30 Apr. 2001
- [95] Y. D. Gao, J. Ding, Q. Chen, G. V. S. Rao, B. V. R. Chowdari, Science direct, *Acta Materialia* 52 (2004) 1543-1553
- [96] J. Y. Xiang, D. N. Zheng, J. Q. Li, S. L. Li, H. H. Wen and Z. X. Zhao, **Physica C: Superconductivity**, Volume 386, 15 April 2003, Pages 611-615
- [97] R. J. Cava, H. W. Zandbergen and K. Inumaru, **Physica C Superconductivity**, Volume 85, Issues 1-2, 1 March 2003, Pages 8-15
- [98] Z. D. Yakıncı, MSc Thesis, University of İnönü, 2005
- [99] Robert C. Weast, Handbook of Chemistry and Physics, 1982-1983, CRC Pres, USA

ÖZGEÇMİŞ

Malatya'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Malatya'da tamamladı. 1999 yılında İnönü Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümüne girmeye hak kazandı. 2003 yılında aynı bölümden dönem birincisi olarak mezun oldu. 2003 yılı Eylül ayında Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Katıhal Anabilim dalında Yüksek Lisans'a başladı. 2005 yılında Anadolu Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümünün açmış olduğu Araştırma Görevliliği sınavını kazandı.

Katıldığı ve Bildiri Sunduğu Bilimsel Konferanslar

1. III. Ulusal Yüksek Sıcaklık Süperiletkenler Sempozyumu, BOLU 2005