

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TEK KRİSTAL HT_c BSCCO SÜPERİLETKEN WHİSKER' LARIN MEKANİKSEL
ÖZELLİKLERİ**

Olcay KIZILASLAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

MALATYA
AĞUSTOS 2010

Tezin Başlığı : Tek Kristal HT_c BSCCO Süperiletken Whisker' ların Mekaniksel Özellikleri

Tezi Hazırlayan : Olcay KIZILASLAN

Sınav Tarihi : 08/13/2010

Yukarıda adı geçen tez jürimizce değerlendirilerek Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Sınav Jürisi Üyeleri

Prof.Dr. M.Eyyüphan YAKINCI (Başkan) İnönü Üniversitesi

.....

Doç.Dr. Mehmet Ali AKSAN (Üye) İnönü Üniversitesi

.....

Doç.Dr. Yakup BALCI (Üye) İnönü Üniversitesi

.....

İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Onayı:

Prof.Dr. Asım KÜNKÜL

Enstitü Müdürü

Onur Sözü

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduđum “ Tek Kristal HT_c BSCCO Süperiletken Whisker’ ların Mekaniksel Özellikleri ” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığına ve yararlandığım bütün kaynakların, hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuđunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TEK KRİSTAL HT_c BSCCO SÜPERİLETKEN WHİSKER' LARIN MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ

OlcaY KIZILASLAN

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

88+xi sayfa

2010

Danışman: Doç. Dr. Mehmet Ali AKSAN

Bu çalışmada cam-seramik yöntemi kullanılarak BSCCO sisteminde nano/mikro boyutlarda Bi-2212 whisker' lar üretilmiştir. Whisker' ların elektriksel ve yapısal karakterizasyonunun yanı sıra mekaniksel özellikleri Oliver-Pharr ve enerji yaklaşımı olmak üzere iki farklı metot ile karşılaştırmalı olarak ilk kez incelenmiştir. Sertlik H ve indirgenmiş elastikiyet katsayısı E_r ölçümleri Berkovich nano sertlik metodu kullanılarak yapılmıştır. Oliver-Pharr metodu kullanılarak hesaplanan H ve E_r değerlerinin Enerji metoduyla hesaplanan değerlerden büyük olduğu görülmüştür. İki metot arasındaki bu fark, AFM analizlerinde çentik etrafında gözlenen yığılmalar ile açıklanmıştır. Hesaplamalarda yığılma etkisinden kaynaklanan hataları azaltması bakımından, enerji yaklaşımının daha uygun bir metot olduğu önerilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Süperiletkenlik, BSCCO süperiletken, Whisker, mikroyapısal özellikler, mekaniksel özellikler, elektriksel özellikler

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE CRYSTAL T_c BSCCO SUPERCONDUCTING WHISKERS

Olcay KIZILASLAN

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

88+xi pages

2010

Supervisor: Doç. Dr. Mehmet Ali AKSAN

In this study, nano/micro sized Bi-2212 whiskers were fabricated by means of conventional melt-quenching technique. In addition to their electrical and structural characterisation, mechanical properties were investigated by two different methods; Oliver-Pharr and Work of Indentation Approach comparatively carried out. Hardness (H) and reduced elastic modulus (E_r) measurements were realized by using Berkovich Nano Hardness method. It has been seen that the H and E_r values obtained by Oliver-Pharr method are higher than that of Work of Indentation Approach. This difference was attributed to the pile-up effect around the indent. It was found that Work of Indentation Approach is more suitable method to decrease the errors causing from pile-up effect at calculations.

Key words: Superconductivity, BSCCO superconductors, whiskers, Microstructural properties, Mechanical properties, electrical properties

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitiminin ders aşamasından başlayarak tez çalışmasının bitimine kadar her aşamada bana rehberlik ve yardım eden, tez danışmanım Sayın Doç. Dr. Mehmet Ali AKSAN' a

Bu noktaya ulaşmamda unutulmaz katkısı olan Sayın Prof. Dr. Eyyuphan YAKINCI ve Doç. Dr. Orhan UZUN' a

Bilgi birikimini bizlerle paylaşmaya her zaman hazır olan Sayın Doç.Dr. Yakup BALCI' ya,

Numunelerimin AFM ve Sertlik Analizlerini yapan Fikret YILMAZ ve Utkan ALP' e

Numunelerimin SEM ve EDX ölçümlerini gerçekleştiren ve tecrübelerinden yararlandığım Sayın Murat ÖZABACI' ya

Numunelerimin XRD ölçümlerini gerçekleştiren ve tecrübelerinden yararlandığım Serdar ALTIN ve Emine ALTIN' a,

Numunelerimin R-T ölçümlerimde yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Recep Öztürk' e

Geç saatlere kadar süren çalışmalarında sabır gösteren ve maddi manevi desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen Ailem' e

TEŞEKKÜR EDERİM.

İÇİNDEKİLER

	ÖZET.....	i
	ABSTRACT.....	ii
	TEŞEKKÜR.....	iii
	İÇİNDEKİLER.....	iv
	ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
	TABLolar DİZİNİ.....	ix
	SEMBOLLER.....	x
1.	GİRİŞ	1
2.	KURAMSAL TEMELLER	3
2.1.	Kritik Sıcaklık.....	3
2.2.	Sızma Derinliği.....	3
2.3.	Uyum Uzunluğu.....	5
2.4.	Kritik Alan ve Akım.....	6
2.5.	I. ve II. Tip Süperiletkenler.....	7
2.6.	Meissner Etkisi.....	8
2.7.	İzotop Etkisi.....	9
2.8.	Josephson Etkisi.....	9
2.9	Teorik Yaklaşımlar.....	11
2.9.1	Rezonans Valans Band (RVB) Teorisi.....	11
2.9.2	BCS Teorisi.....	11
2.10.	Yüksek Sıcaklık HT_c Süperiletken Sistemler.....	13
2.10.1.	$BiSrCaCuO$ (BSCCO) Süperiletken Sistemi.....	13
2.10.2.	$YBaCuO$ (YBCO) Süperiletken Sistemi.....	14
2.10.3.	$LaSrCuO$ (LSCO) Süperiletken Sistemi.....	15
2.10.4.	$HgBaCaCuO$ Süperiletken Sistemi.....	16
2.10.5.	$TlBaCaCuO$ Süperiletken Sistemi.....	17
2.11.	ELASTİKİYET.....	19
2.11.1	Atomlar Arasındaki Kuvvet.....	19
2.11.2	Hooke Yasası.....	20
2.11.3	Zorlanma (Strain) Enerjisi.....	22
2.11.4	Yüzey Enerjisi.....	22
2.11.5	Stres.....	23
2.11.6	Strain (zorlanma).....	26
2.11.7	Poisson Katsayısı.....	26
2.11.8	Lineer Elastiklik.....	28
2.11.9	Sertlik.....	28
2.11.10	Sertlik Testi.....	29
2.11.10.1	Vickers Sertliği.....	29
2.11.10.2	Brinell Sertliği.....	30
2.11.10.3	Knoop Sertliği.....	31
2.11.10.4	Berkovich sertliği.....	32
2.11.11	Numune Boyut Etkisi.....	33
2.11.12	Geometrik Benzerlik Prensibi.....	34

2.11.13	Pile-up (Yığılma) ve Sink-in (Çökme) Davranışı.....	35
2.11.14	Çentik Boyut Etkisi (İndentation size effect).....	39
2.11.15	Yük Yerdeğiştirme Eğrileri.....	40
2.12.	Sertlik Analiz Metotları.....	42
2.12.1.	Oliver-Pharr Metodu.....	42
2.12.2	Enerji Yaklaşımı.....	47
2.13	TEK KRİSTAL SÜPERİLETKEN HAZIRLAMA METOTLARI.....	50
2.13.1	Czochralski Metodu (CZ).....	50
2.13.2	Optical Floating Zone Metodu (OFZ).....	51
2.13.3	Travelling Solvent Floating Zone Metodu (TSFZ).....	53
2.13.4	Bridgman Metodu (BM).....	54
2.14	SÜPERİLETKEN WHİSKERLAR ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	55
3.	MATARYEL VE YÖNTEM	62
3.1.	Numunelerin Hazırlanması.....	62
3.2.	Diferansiyel Termal Analiz (DTA).....	62
3.3.	Termogravimetrik Analiz (TGA).....	63
3.4.	X-Işını Kırınımı (XRD).....	63
3.5.	Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T).....	63
3.6.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-ışını (EDX) Analizi.....	64
3.7	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi.....	64
3.8	Nanoçentme Cihazı (Nanoindenter).....	65
4.	TARTIŞMA ve BULGULAR	66
4.1.	DTA Sonuçları.....	66
4.2.	TGA Analiz Sonuçları.....	68
4.3.	XRD Analiz Sonuçları.....	69
4.4.	SEM-EDX Analiz Sonuçları.....	70
4.5.	Elektriksel Direnç (R-T) Analizi Sonuçları.....	74
4.6	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) Analiz Sonuçları.....	74
4.7	Derinlik Duyarlı Çentme Analizi.....	76
5.	SONUÇ	81
6.	REFERANSLAR	82
	ÖZGEÇMİŞ.....	87

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1.	Süperiletken bir malzemenin direncinin sıcaklık bağımlılığı.....	3
Şekil 2.2.	a) Sızma derinliğinin manyetik alana bağımlılığı b) Sıcaklığa bağımlılığı.....	4
Şekil 2.3.	a) I. Tip süperiletkenlerin $H_c(T)$ bağımlılığı b) II. Tip süperiletkenlerin $H_{c1}(T)$ ve $H_{c2}(T)$ bağımlılığı.....	7
Şekil 2.4.	Meissner etkisinin temsili gösterimi a) normal durum b) süperiletken durum.....	9
Şekil 2.5.	Düzen parametresinin bozunumu.....	10
Şekil 2.6.	Mott yalıtkanlarının şematik temsili.....	11
Şekil 2.7.	a) iki elektron arasındaki çekici etkileşme b) hareket eden bir elektronun yakınındaki örgünün polarizasyonu.....	12
Şekil 2.8.	a) Bi-2201 b) Bi-2212 c) Bi-2223 fazlarının kristal yapıları	14
Şekil 2.9.	a) YBCO' nun ortorombik yapısı b) YBCO yapısının faz diyagramı.	15
Şekil 2.10.	a) LSCO yapının tetragonal birim hücresi b) LSCO' nun faz diyagramı.....	16
Şekil 2.11.	a) Hg-1201 b) Hg-1212 c) Hg-1223 fazlarının birim hücreleri.....	17
Şekil 2.12.	a) Tl Tek tabakalı süperiletken oksitlerin $TlBa_2Ca_{n-1}Cu_n O_{2n+3}$ ($n = 1 - 5$) kristal yapıları b) $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_n O_{2n+4}$ ($n = 1 - 3$) kristal yapısı.....	19
Şekil 2.13.	Atomun merkezinden itibaren, mesafenin fonksiyonu olarak bir katıdaki atomlar arası kuvvetin değişim.....	20
Şekil 2.14.	Uzun mesafede çekici kuvvetin ve kısa mesafede itme kuvvetinin bir atom üzerindeki etkisi. Burada B yüzeydeki A ise iç bölgedeki atomlar olarak düşünülmektedir.....	23
Şekil 2.15.	Bir hacim elemanı üzerine etki eden a) Kartezyen koordinat, b) silindirik-polar koordinatlarda kuvvetler.....	24
Şekil 2.16.	Bir hacim elemanın yüzeyi üzerine etki eden kuvvetten kaynaklanan a) Kartezyen koordinatlarda b) silindirik-polar koordinatlarda stres. Shear stresi düzleme paralel etki eden kuvvetten kaynaklanırken normal stres de ise kuvvet düzleme dik etki eder.....	25
Şekil 2.17.	a) Kartezyen koordinatlarda b) silindirik koordinatlarda stres altında oluşan yer değişmeler.....	26
Şekil 2.18.	Poison katsayısının şematik gösterimi.....	27
Şekil 2.19.	Vicker çentisinin şematik gösterimi.....	29
Şekil 2.20.	Brinell çentisinin şematik gösterimi.....	30
Şekil 2.21.	Knoop çentisinin şematik gösterimi.....	31
Şekil 2.22.	Berkovich çentisinin şematik gösterimi.....	32
Şekil 2.23.	Geometrik benzerlik prensibinin şematik temsili.....	35
Şekil 2.24.	Konik biçimindeki çentisinin şematik gösterimi.....	36
Şekil 2.25.	Belirlenen n değerleri için $\frac{h_c}{h}$ ve $\frac{Y}{E}$ değerleri arasındaki ilişki.....	37
Şekil 2.26.	a) Çökme (sink-in) davranışı b) Yığılma (pile-up) davranışı.....	38
Şekil 2.27.	McElhaney ve arkadaşlarının çalışmasından alınan polycrystalline bakır ve tek kristal bakırın sertlik ölçümlerinin derinlikle değişimi. Bu ölçümler Berkovich çentici ile alınmış ($\tan \theta = 0.358$) ve	

	ölçümler esnasında yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışları göz önünde bulundurulmuştur.....	39
Şekil 2.28.	Maksimum P yükü ve numunenin serbest yüzeyi altındaki h_r derinliğiyle, bir nanoçentme testinden, yükleme ve boşaltma eğrileri. Kontak dairesinin derinliği h_p ve elastik boşaltma dP/dh ' ın eğimi numunenin modülünün ve sertliğinin hesaplanmasını sağlar. h_r kalıcı izin derinliğidir ve h_e yükün geri çekilmesi esnasındaki elastik geri kazanımın yer değiştirmesidir.....	41
Şekil 2.29.	Değişik materyal davranışları ve özellikleri için yük - yer değiştirme eğrilerin şematik temsilleri. (a) Elastik katı madde (b) kırılmalı katı madde, (c) şekil verilebilir katı madde, (d) kristal katı madde, (e) yükleme esnasında kırılmalı katı maddedeki kırılma, (f) polimer sürünme gösterimi.....	41
Şekil 2.30.	Çentme sırasındaki olası davranışın şematik temsili.....	43
Şekil 2.31.	Yük- Yerdeğiştirme eğrisinin şematik temsili.....	46
Şekil 2.32.	Çentme sırasında yük yer değiştirme eğrisinin şematik temsili.....	48
Şekil 2.33.	Czochralski sürecinin şematik temsili.....	50
Şekil 2.34.	a) malzeme çubuğunun hazırlanışı b) hidrostatik presleme tekniğinin şematik temsili.....	51
Şekil 2.35.	Malzeme çubuğunun şematik temsili.....	52
Şekil 2.36.	Adım adım tek kristal oluşumunun şematik temsili.....	53
Şekil 2.37.	Travelling solvent floating zone metodunun şematik gösterimi.....	53
Şekil 2.38.	Çözücü tabletin adım adım kullanımı.....	54
Şekil 2.39	Bridgman metodunun şematik temsili.....	55
Şekil 3.1.	Atomik Kuvvet Mikroskopunun (AFM) temsili çalışma prensibi.....	64
Şekil 4.1.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ kompozisyonuna ait farklı ısıtma hızlarındaki (5, 10, 20,30 °C/dk) DTA grafiği.....	66
Şekil 4.2.	$Bi-3223$ kompozisyonu için Kissinger metoduna göre $\ln(\alpha/T_x^2)$ ' nin $1000/T_x$ ' e karşı grafiği.....	67
Şekil 4.3.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ kompozisyonuna ait farklı ısıtma hızlarındaki (5, 10, 20,30 °C/dk) TGA grafiği.....	69
Şekil 4.4.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen a) cam materyalin b) whisker' ın XRD grafiği.....	70
Şekil 4.5.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' lara ait SEM görüntüleri a) 100 x büyütme b) 250 x büyütme c) 250 x büyütme d) 1000 x büyütme.....	71
Şekil 4.6.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait nokta haritalama analizi.....	72
Şekil 4.7.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait EDX analizi.....	73
Şekil 4.8.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait R-T grafiği.....	74
Şekil 4.9.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonundan üretilen whisker' a ait AFM analiz sonuçları.....	75
Şekil 4.10.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonundan üretilen whiskerlar' a ait farklı açılardan alınmış AFM görüntüleri.....	76
Şekil 4.11.	$Bi_3Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen	

	whiskerlara ait Yk-Yerdeđiřtirme eđrileri.....	77
řekil 4.12.	Sertliđin Maksimum yk ile deđiřimi.....	78
řekil 4.13.	Elastik modlnn Maksimum yk ile deđiřimi.....	79

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1.	Çentici geometrisine baęlı olarak ϵ ve m deęerleri	46
Tablo 2.	H. Uemoto ve arkadaşlarının elde ettięi optimum büyüme şartları.....	57
Tablo 3.	Hazırlanan numunenin DTA verileri.....	68
Tablo 4.	Oliver-Pharr metodu ve Enerji yaklaşımı ile hesaplanan sertlik ve elastik modülü deęerleri.....	79

SEMBOLLER

A	Yüzey alanı
A_c	Kontak alanı
d₁, d₂	Köşegen uzunluğu
E_r	İndirgenmiş elastik modülü
h_{maks}	Maksimum derinlik
h_f	Minimum derinlik
h_p	Plastik derinlik
h_s	Elastik yerdeğiştirme
p	Yük
P_O	Ortalama basınç
W_E	Elastik enerji
W_P	Plastik enerji
W_T	Toplam enerji
ε	Geometrik faktör
ν	Poisson oranı
ρ	Toplam dislokasyon yoğunluğu
ρ_G	Geometrik olarak zorunlu dislokasyon yoğunluğu
P_s	istatikselsel olarak depolanmış dislokasyon yoğunluğu
H_c	Kritik Manyetik Alan
T_{mp}	Kısmi erime sıcaklığı
T	Sıcaklık
T_c	Kritik Sıcaklık
J	Akım Yoğunluğu
J_c	Kritik akım yoğunluğu
ξ	Uyum Uzunluğu
λ	Sızma Derinliği

V_f	Fermi Enerjisisindeki elektronların hızı
n_s	Süperelektron sayısı
T_m	Erime sıcaklığı
H_{OP}	oliver-pharr metodu ile hesaplanan sertlik
E_{OP}	oliver-pharr metodu ile hesaplanan elastik modülü
H_{Wt}	enerji yaklaşımı (toplam işten hesaplanan) ile hesaplanan sertlik
E_{Wt}	enerji yaklaşımı (toplam işten hesaplanan) ile hesaplanan elastik modülü

1. GİRİŞ

Süperiletkenliğin 1907 yılında K. Onnes tarafından keşfi bilim dünyasına yeni bir heyecan getirmiştir. 1907 ile 1986 yılları arasında bir çok metal ve alaşımların süperiletkenlik gösterdikleri bulunmuştur. Deneysel çalışmaların yanı sıra süperiletkenlik mekanizmasının anlaşılması için teorik çalışmalarda yapılmış ve oldukça büyük yol kat edilmiştir. 1986 yılında Cu-O tabanlı yüksek sıcaklık (HT_c) süperiletkenlerinin keşfedilmesi ve sonrasında süperiletken geçiş sıcaklığının, T_c , 80 K' nin üzerine çıkarılması çok daha fazla ilgi görmüştür. Temel sentezleme ve karakterizasyon çalışmalarından sonra HT_c süperiletkenlerinin teknolojiye entegrasyonu çalışmalarına hız verilmiştir.

Son yıllardaki teknolojik ilerlemeler özellikle de mikro ve nano teknolojideki gelişmeler süperiletken malzemenin bu ölçekte üretilmelerini ve kullanılmalarını zorunlu kılmıştır.

1955 yılında metallerde whisker büyümesinin keşfedilmesi başlangıçta istenmeyen bir durum olarak atfedilmiş olsa da zaman ilerledikçe whisker' ların tek kristal doğasından dolayı whisker' lar üzerine olan ilgiyi artırmıştır. 1989 yılında HT_c süperiletken malzemelerde whisker büyümesinin olduğunun bulunması bu malzemeler üzerine yoğun çalışmalar yapılmasına neden olmuştur. Günümüzde gerek karakterizasyonları gerekse teknolojik uygulamaları açısından önemli mesafeler alınmıştır. Tek kristal yapısı, doğal (intrinsic) Josephson eklem özelliği göstermeleri, yüksek kritik akım yoğunluğu, J_c , ve esnek mekaniksel özellik göstermeleri teknolojik / endüstriyel alanda uygulamalarını daha da tetiklemiştir.

Yukarıda bahsedildiği gibi Bi-temelli süperiletken whisker' ların 1989 yılında I. Matsubara tarafından keşfinden beri pek çok araştırmacı onların karakterizasyonu ve optimum büyüme koşulları üzerine odaklanmıştır [1]. Diğer yandan T_c , J_c ve manyetizasyon gibi özelliklerin anlaşılması üzerine pek çok çalışma yürütülmüş olsa da mekaniksel özellikler (sertlik, elastik modülü, çatlama direnci, esneklik vb.) üzerine yapılan çalışmalara literatürde rastlanmamıştır. Bununla birlikte sertlik, elastik modülü, esneklik, çatlama direnci gibi mekaniksel özellikler endüstriyel uygulamaları için en az diğer süperiletken özellikler kadar önemlidir. Çünkü süperiletken malzemelerin teknolojik uygulamaları çoğu kez onların zayıf mekaniksel performansı yani son derece

düşük esneklik ve yüksek kırılabilirlik özelliğinden dolayı sınırlandırılmaktadır. Bundan dolayı, süperiletken whisker' ların mekaniksel özelliklerinin araştırılması endüstrideki olası uygulamalar için büyük öneme sahiptir. Ancak, whisker' ların mikro/nano ölçekteki boyutları dolayısıyla mekaniksel özelliklerin belirlenmesi için gerekli test yöntemleri son derece sınırlıdır.

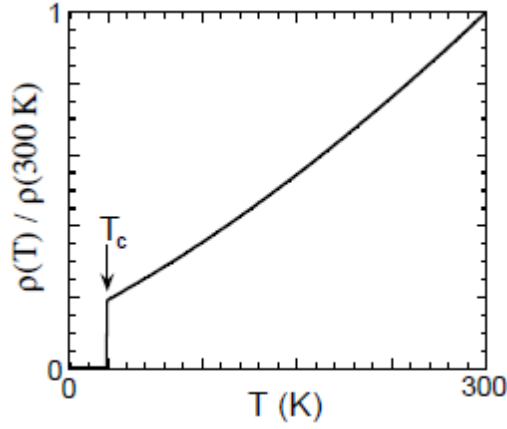
Sertlik katının kompozisyonu ve iç yapısı ile güçlü bir şekilde ilişkili olan mekaniksel bir parametredir. Bu parametreyi belirlemek için kullanılan metotlardan birisi Berkovich nano-sertlik metodudur. Bu metot test edilecek küçük miktarda malzemeye ihtiyaç duyulduğu ve numune şekli için sınırlamalar olmadığı için tercih edilmektedir. Bu metodun ortak özelliği uygulanan yükün hem yüklenme (loading) hem de boşalma (unloading) periyodu boyunca yer değiştirmenin fonksiyonu olarak kayıt edilmesidir. Literatürde yükleme (loading) ve boşalma (unloading) eğrileri Oliver-Pharr metodu, Enerji yaklaşımı ve indentation yerdeğiştirmesi olmak üzere üç farklı metotla büyük ölçüde araştırılmıştır. Oliver-Pharr metodu kolay uygulanabilir olmasından dolayı büyük ölçüde sertlik ve elastik modülü hesaplamalarında kullanılmaktadır. Diğer taraftan enerji yaklaşımı materyallerde gözlemlenen yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışlarından kaynaklanan hataları minimuma indirmek için kullanılmaktadır.

Bu çalışmada whisker' ların elektriksel ve yapısal karakterizasyonunun yanı sıra mekaniksel özellikleri oliver-pharr ve enerji yaklaşımı olmak üzere iki farklı metot ile karşılaştırmalı olarak ilk kez incelenmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Kritik Sıcaklık

Geçiş sıcaklığı, T_c , değeri malzemenin normal durumdan süperiletken faza geçtiği sıcaklık olarak tanımlanmaktadır. Şekil 2.1’ de gösterildiği gibi bu sıcaklıkta materyalin elektriksel direncinde ani bir değişim meydana gelir. Bu değişim eğrisinin başlangıç noktası ve son noktası (direncin sıfıra düştüğü nokta) arasındaki fark ΔT_c olarak adlandırılmaktadır ve genellikle süperiletken malzemenin niteliği bu aralığın büyüklüğüne bağlı olarak belirlenebilmektedir. ΔT_c değerindeki dar geçiş süperiletken numunenin nitelikli, saf, homojen veya tek kristal doğasını temsil ederken, daha geniş bir geçiş zayıf nitelik ve safsızlığın varlığını temsil etmektedir.



Şekil 2.1. Süperiletken bir malzemenin direncinin sıcaklık bağımlılığı [2].

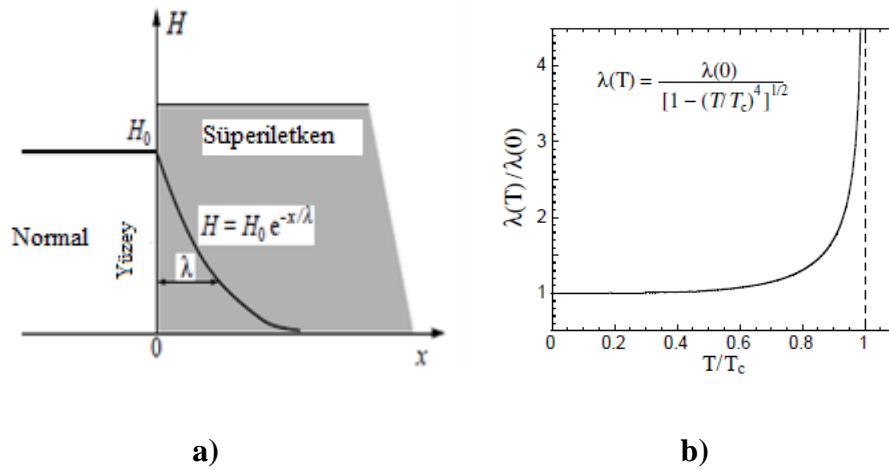
2.2. Sızma Derinliği

Bölüm 2.6 da bahsettiğimiz gibi bir süperiletken uygulanan dış manyetik alanı yüzeyi üzerinde oluşturduğu süper akımlar yardımıyla dışlar. Bu yüzey akımları λ sızma derinliği diye adlandırılan çok ince bir yüzey tabakası boyunca akar. Sızma

derinliğinin varlığı London kardeşler tarafından tahmin edildi ve daha sonra deneysel olarak da ispatlandı. Ayrıca manyetik alanın numune içerisine λ sızma derinliği ile eksponansiyel olarak girdiği bilinilmektedir (Şekil 2.2.a) ve aşağıdaki eşitlik ile temsil edilmektedir.

$$\lambda_l = \left(\frac{m^* c^2}{4\pi n_s e^2} \right)^{1/2} \quad (2.2.1)$$

Burada m^* yük taşıyıcılarının etkin kütlesi, e elektronun yükü ve c ışık hızıdır. Eşitlik 2.2.1' de görüldüğü gibi n_s taşıyıcı yük yoğunluğu azaldıkça sızma derinliği artmaktadır.



Şekil 2.2. a) Sızma derinliğinin manyetik alana bağımlılığı, b) sıcaklığa bağımlılığı [2].

Ayrıca sızma derinliğinin sıcaklıkla değişimine bakılacak olunursa (Şekil 2.2.b)

$$\lambda = \frac{\lambda(0)}{[1 - (T/T_c)^4]^{1/2}} \quad (2.2.2)$$

Eşitlik 2.2.2' de görüldüğü gibi sıcaklık arttıkça sızma derinliği de artmaktadır. Çünkü sıcaklıkla beraber süper akı yoğunluğu azalmakta ve buna bağlı olarak sızma derinliği artmaktadır.

2.3. Uyum Uzunluğu

Ginzburg-Landau teorisi çerçevesinde uyum uzunluğu, ξ_{GL} , düzen parametresinin, ψ , değiştiği karakteristik skaladır.

literatürde Cooper çiftlerinin iki elektronu arasındaki mesafe, ξ , uyum uzunluğu olarak adlandırılmaktadır. Ancak, genellikle böyle bir tanım doğru değildir ve ξ_{GL} değeri, ξ değerine eşit değildir. Bilindiği gibi süperiletkenlik elektron çiftlenimini ve uzun erimli faz uyumunu gerektirir. Bu iki fiziksel olay farklıdır ve birbirinden bağımsızdır. Uyum uzunluğu ξ_{GL} süperiletken durumun düzen parametresinin değişimini tanımlarken, ξ değeri Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonu ile ilişkilidir. Böylece genelde uyum uzunluğu ve Cooper çiftlerinin büyüklüğünün direk olarak birbirleri ile bağlantılı olmadığı görülür. İkinci olarak uyum uzunluğu $\xi_{GL}(T)$ sıcaklığa bağlı bir parametre iken Cooper çiftlerinin büyüklüğü sıcaklıktan bağımsızdır.

Bununla birlikte, geleneksel süperiletkenler de $T = 0$ da $\xi_{GL}(0) = \xi$ dır. Çünkü geleneksel süperiletkenler de faz uyumu Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonların üst üste binmesiyle oluşmaktadır ve bu durum Josephson çiftlenimi olarak adlandırılmaktadır. Gerçekte basitçe Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonunu düzen parametresinin seviyesine büyütür yani Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonu düzen parametresi olarak kabul edilebilir. Diğer bir deyişle geleneksel süperiletkenler de tüm Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonları T_c değerinin altında aynı fazdadır. Bu yüzden geleneksel süperiletkenler de elektron çiftlenimi ve faz uyumunun başlangıcı T_c değerinde eş zamanlı olarak oluşur. Böylece, geleneksel süperiletkenlerde uyum uzunluğunun ve Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonu üst üste çakışır. Ancak, $0 < T < T_c$ iken, uyum uzunluğunun değeri geleneksel süperiletkenlerde daima Cooper çiftlerinin ortalama büyüklüğünden (Cooper çiftleri arasındaki mesafe) daha büyüktür $\xi < \xi_{GL}$.

Geleneksel olmayan süperiletkenlerde uzun erimli faz uyumu Josephson çiftlenimi tarafından sağlanmamaktadır ve faz uyum mekanizması farklıdır. Bu yüzden

tüm geleneksel olmayan süperiletkenler de düzen parametresi Cooper çiftlerinin dalga fonksiyonu ile bir ilişkiye sahip değildir. Sonuç olarak ξ_{GL} değeri ξ değerine eşit değildir. Buna rağmen $T \ll T_c$ olduğunda geleneksel olmayan süperiletkenler de ξ_{GL} ve ξ' nin değerleri aynı büyüklüktedir. Çoğu geleneksel süperiletkenler de elektron çiftlenimi T_c değerinin yukarısında oluşur ve uzun erimli faz uyumunun başlangıcı T_c' de ortaya çıkar.

Geleneksel süperiletkenlerde BCS teorisi çerçevesinde uyum uzunluğu ξ_0 , sıfır sıcaklıktaki enerji aralığı ile belirlenmektedir.

$$\xi_0 = \frac{\hbar v_f}{\pi \Delta(0)} \quad (2.3.1)$$

Burada v_f fermi hızı, $\hbar = h/2\pi$ Planck sabiti ve ξ_0 pippard uyum uzunluğu olarak adlandırılmaktadır. Dahası geleneksel süperiletkenlerde $T = 0$ da uyum uzunluğu ve Cooper çiftlerinin büyüklüğü çakışır ve ξ_0 Cooper çiftlerinin elektronlarının arasındaki mesafedir.

2.4. Kritik Alan ve Akım

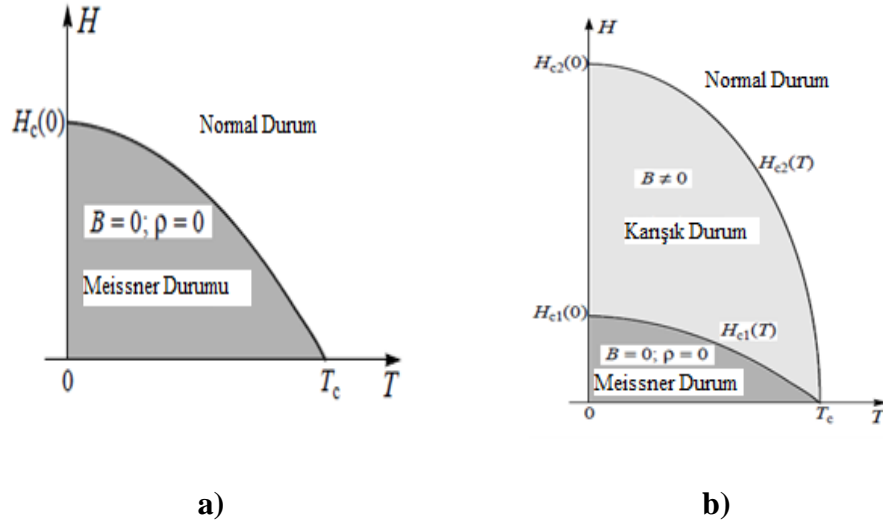
Kritik alan, süperiletken fazda bulunan bir malzemeye yeterince güçlü bir manyetik alan uygulandığında direncin normal durum değerine dönüştüğü alan olarak tanımlanmaktadır. Bu alanın I. tip süperiletkenler için sıcaklıkla değişimi paraboliktir.

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (2.4.1)$$

Burada $H_c(0)$ mutlak sıfırdaki kritik alan değeridir ve $H_c(T)$ bağımlılığı şematik olarak şekil 2.3.a' da gösterilmektedir. II. tip süperiletkenler için şekil 2.3.b' de gösterildiği gibi alt kritik alan H_{c1} ve üst kritik alan H_{c2} olmak üzere iki tip kritik alan değeri vardır. Uygulanan manyetik alan H_{c1} değerinin altındaysa süperiletken malzeme tam olarak manyetik alanı dışlar. Bununla birlikte, H_{c1} değerinin üstünde akı, vorteks denilen mikroskobik filamentler halinde nüfuz etmeye başlar. Her bir vorteks süperiletken

bölgeyle çevrelenmiş normal durumdaki bölgeleri (çekirdek) oluşturur ve bu bölgeler eksenini dış manyetik alana paralel olan bir silindire benzetilebilir. Silindirin içinde süperiletken düzen parametresi ψ değeri sıfırdır.

Silindirin yarıçapı uyum uzunluğu ξ_{GL} büyüklüğündedir ve süperakımlar vorteksler etrafında λ yarıçaplı bir alan içerisinde dönmektedir. H_{c2} değeri aşıldığında ise süperiletken numune tamamen normal duruma geçmektedir.



Şekil 2.3. a) I. tip süperiletkenlerin $H_c(T)$ bağımlılığı b) II. tip süperiletkenlerin $H_{c1}(T)$ ve $H_{c2}(T)$ bağımlılığı [2].

Süperiletken durum sadece manyetik alanla değil ayrıca bir dc akım ile de yok edilebilir. Kritik akım J_c süperiletkenliğin korunduğu maksimum akımdır. J_c değerinin yukarısında DC akım Cooper çiftlerini bozar ve böylece süperiletken durum yok olur. Diğer bir değişle J_c Cooper çiftlerin bozulması için gerekli minimum akımdır. Bu nedenle herhangi bir süperiletken bir DC akım yoğunluğu J_c ile karakterize edilebilir. J_c değerinin sıcaklık bağımlılığı $J_c(t)$ şekil 2.3.a' da gösterilen $H_c(T)$ değişimine benzemektedir.

2.5. I. ve II. Tip Süperiletkenler

Daha önce tanımladığımız ξ_{GL} uyum uzunluğu ve λ sızma derinliğinin oranı Ginzburg-Landau parametresi K olarak tanımlanmaktadır.

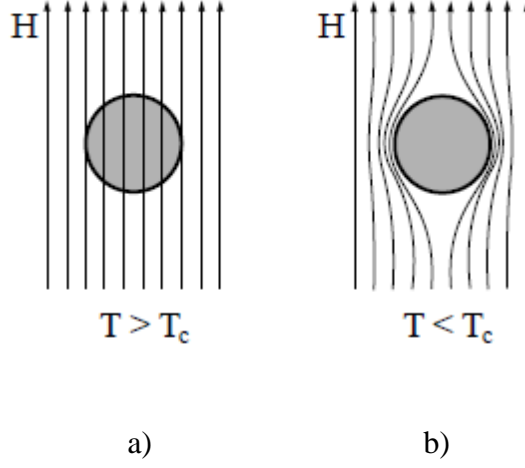
$$K = \frac{\lambda}{\xi_{GL}} \quad (2.5.1)$$

Bu deęer süperiletken materyallerin karakterize edilmesini saęlayan önemli bir parametredir ve I. tip ve II. tip süperiletkenlerin tanımlanmasına olanak sağlamaktadır. Pek çok geleneksel süperiletken de $K \ll 1$ dir.

$K < 1/\sqrt{2}$ ise I. tip, $K > 1/\sqrt{2}$ ise II. tip süperiletken olarak kabul edilmektedir. Böylece, metalik süperiletkenlerin çoęunluęu I. tip süperiletkendir. Aynı zamanda geleneksel olmayan süperiletkenler (HT_c , MgB_2 gibi) de $K \gg 1$ dir ve bu sebepten dolayı II. tip süperiletken olarak adlandırılmaktadır. Bu iki tip süperiletken arasındaki temel farklılık bir dıř manyetik alana farklı bir řekilde tepki göstermeleridir (Meissner etkisi). I. tip süperiletkenler uygulanan manyetik alanı tam olarak dıřlarken, II. tip süperiletkenler sadece küçük miktardaki manyetik alanı tam olarak dıřlar, daha büyük dıř manyetik alanda ise kısmen dıřlar. Bunun sebebi ise normal ve süperiletken bölge arasındaki ara yüzeyin yüzey enerjisinin tip I süperiletkenler için pozitif, tip II süperiletkenler için negatif olmasıdır.

2.6. Meissner Etkisi

Süperiletkenler mükemmel bir diamanyetik özellik sergiler yani řekil 2.4' de görüldüęü gibi süperiletken materyalin içinde $B = 0$ dır. Bu durum süperiletken malzemenin dıř manyetik alanı dıřlamak için yüzey üzerinde bir DC akım oluřturmasıyla ortaya çıkar. Bu etkinin en çarpıcı örneęi kaldırma (levitation) kuvvetidir. T_c deęerinin yukarısında küçük bir mıknatısa herhangi bir kaldırma kuvveti etkimezken sıcaklık bu deęerin altına soęutulduęunda mıknatıs üzerine uygulanan yerçekimi kuvveti, süperiletkenin yüzeyi üzerinde dolařan süper akımlardan dolayı magnetik basınç ile dengelenecek ve böylece magnet hava yüzeyinde asılı kalacaktır.



Şekil 2.4. Meissner etkisinin temsili gösterimi a) normal durum b) süperiletken durum [2].

2.7. İzotop Etkisi

Aynı süperiletken metalin farklı izotoplarının farklı kritik sıcaklıklara sahip olduğu deneysel olarak gözlemlenmiştir:

$$T_c M^\alpha = \text{Sabit} \quad (2.7.1)$$

Burada M izotop kütlesi ve α değeri süperiletken malzemelerin büyük çoğunluğu için 0.5 civarında olan bir sabittir.

M kütleli bir cismin titreşim frekansı $M^{-1/2}$ değerine uygun olarak hareket eder ve aynı ilişki bir kristal örgüdeki atomun karakteristik titreşim frekansı içinde korunur. Böylece, izotop etkisinin varlığı, süperiletkenliğin bir elektronik olay olmasına rağmen önemli bir şekilde kristal örgünün titreşimi ile ilişkili olduğunu gösterir.

2.8. Josephson Etkisi

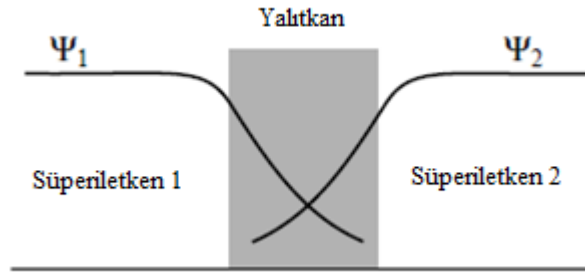
1962’ de Josephson, ince bir yalıtkan tabaka arasından Cooper çiftlerinin tünellemesi esnasında akması beklenen akımı hesaplamış ve sıfır gerilim altında tek elektronların tünellemesinden meydana gelen sıradan akıma ilave olarak çiftlenmiş

elektronlarında tünelleyerek bir akım oluşturduğunu bulmuştur. Sıfır voltajda Cooper çiftlerinin akmasından dolayı oluşan akı DC akım olarak bilinmektedir. Ayrıca Josephson, tünel bariyerine sıfır dan farklı bir V gerilimi uygulanırsa tek elektronların akmasından dolayı oluşan DC akıma ilave olarak değişen bir süperakımın (AC) oluşacağını belirtmiştir. Oluşan ac akımın açısal frekansı $\omega = 2eV/\hbar$ dir.

Termodinamik kararlılıkta $T \ll T_c$ değerinde bir süperiletken-yalıtkan-süperiletken eklem göz önüne alalım ve basitlik için her iki yandaki süperiletkenlerin geleneksel ve özdeş olduğunu farz edelim. Öyleyse iki süperiletkenin düzen parametresi $\psi_1(r) = (n_{s/2})^{1/2} e^{i\theta_1}$ ve $\psi_2 = (n_{s/2})^{1/2} e^{i\theta_2}$ olarak alınabilir ve burada n_s süperiletken elektronların yoğunluğu ve θ_1 ve θ_2 fazlardır. Şekil 2.5 de gösterildiği gibi yalıtkan bölgede düzen parametresi bozulur. Burada süperiletkenler özdeş olduğu için fermi seviyeleri de aynıdır. İki süperiletken arasındaki potansiyel fark $V = (E_1 - E_2)/2e$ dir. Sonuç olarak sıfır gerilimde oluşan kritik akım yoğunluğu (2.8.1) eşitliği ile temsil edilirken herhangi bir gerilim uygulandığı zaman ortaya çıkan AC akımın frekansı ise (2.8.2) ile verilmektedir:

$$I = I_c \sin \theta \quad (\text{DC akım için}) \quad (2.8.1)$$

$$\frac{d\theta}{dt} = \frac{2eV}{\hbar} \quad (\text{AC akım için}) \quad (2.8.2)$$

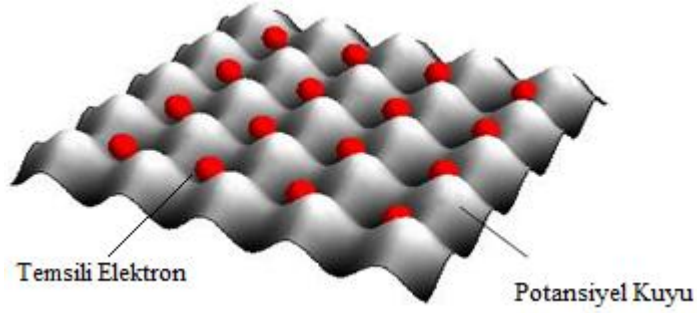


Şekil 2.5. Düzen parametresinin bir eklem içindeki değişimi [2].

2.9. Teorik Yaklaşımlar

2.9.1 Rezonans Valans Band (RVB) Teorisi

Bu teoride tek elektron spinleri örgü noktalarına lokalize olurlar yani elektronlar bulunduğu potansiyel kuyusunu aşamazlar ve örgü üzerinde donmuş bir halde antiferromanyetik düzen oluşturarak bulunurlar, Şekil 2.6. Bu durum Mott-Yalıtkanı olarak tanımlanmaktadır ve Mott Yalıtkanlarında elektronların donmuş halde kalması elektronlar arası Coulomb itme kuvvetinden kaynaklanır.



Şekil 2.6. Mott yalıtkanlarının şematik temsili [3]

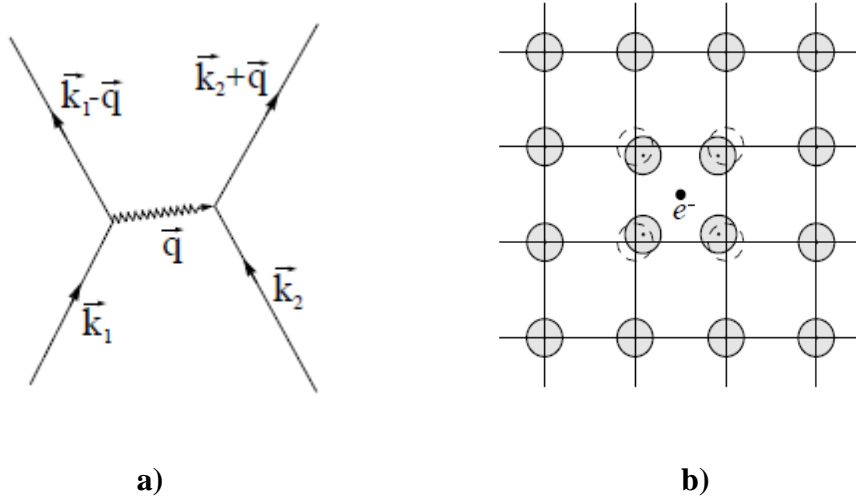
Atomlar arası yer değiştirme, ara yere girme ve yük perdelenmesi gibi durumlarda zıt spinli komşu elektronlar arasında bir çekici etkileşme oluşur. Bu durumda, elektronlar termodinamik olarak daha kararlı olan bozonik düzenleme oluştururlar. Bu aşamada antiferromanyetik faz bozular ve Cooper çiftleri meydana gelir [4-6].

2.9.2 BCS Teorisi

Bilim adamları klasik fiziği kullanarak süperiletkenliği açıklayamadılar. Fakat kuantum mekaniksel olarak olarak da parçacıkların çok sayıda etkileşiminden dolayı bu problemi çözmek kolay değildi. Süperiletkenliğin ilk mikroskobik kuantum teorisi Bardeen, Cooper ve Shrieffer tarafından ortaya koyuldu ve düşük sıcaklık

süperiletkenler için oldukça güzel sonuçlar verildiği görüldü. Şekil 2.7.a BCS teorisini şematik olarak göstermektedir.

Bu teori mutlak sıfır civarında Fermi yüzeyine yakın dar bir enerji aralığında bulunan elektronların net çekim etkileşmesi üzerine kurulmuştur. Kristal örgüden elektronlar geçtiği zaman örgü fononlar yayarak elektrona doğru deforme olur. Bu durum negatif yüklü elektronlarla pozitif yüklü fononlar arasındaki Coulomb etkileşmesinden kaynaklanır. Bu anda, elektron çevresinde pozitif yük yoğunluğu (polarizasyon) meydana gelir (Şekil 2.7.b). İkinci bir elektron bu yük yoğunluğundan etkilenir ve yayılan fononu absorbluyarak termodinamik açıdan daha düşük enerjili duruma geçer. Böylece iki elektron arasında fonon yardımıyla bir çekici etkileşme meydana gelir (şekil 2.7.a). Bu çiftlenme Pauli Dışarlama İlkesi gereği zıt spinli elektronlar arasında gerçekleşir.



Şekil 2.7. a) İki elektron arasındaki çekici etkileşme b) hareket eden bir elektronun yakınındaki örgünün polarizasyonu [2].

Sistemin toplam enerjisi

$$E = 2E_f - 2\hbar\omega_q \exp[-2/g(E_f)V] \quad (2.9.2.1)$$

dir. Burada $g(E_f)$; durum yoğunluğu ve V ; etkileşme potansiyelidir. Etkileşme olmadığında elektron çiftinin minimum enerjisi $2E_f$ ' den daha küçüktür yani en küçük enerji durumu bant durumudur. Bu olayda Fermi yüzeyinin altındaki durumlardan

üsteki durumlara elektron çiftinin uyarılması bu durumun enerjisinin düşük olduğunu gösterir yani fermi küresi kararsızdır ve Cooper çifti oluşturmak sistemin enerjisinin azalacağı anlamına gelir. Sonuç olarak BCS teorisinde ortamın serbest elektron gazı olması gerekir ki bağlı bozon durumuna ulaşsın [6 - 8].

2.10 Yüksek Sıcaklık T_c Süperiletken Sistemleri

2.10.1 BiSrCaCuO (BSCCO) Süperiletken Sistemi

Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) sisteminin süperiletken olduğu Maeda ve arkadaşları tarafından 1988 yılında keşfedilmiştir [7]. Bu süperiletken sistemin süperiletken özelliklerinin başlangıç kompozisyonlarına, hazırlama yöntemlerine ve seçilmiş olan yöntemin değişken parametrelerine (sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi vb.) oldukça hassas olduğu görülmüştür [9]

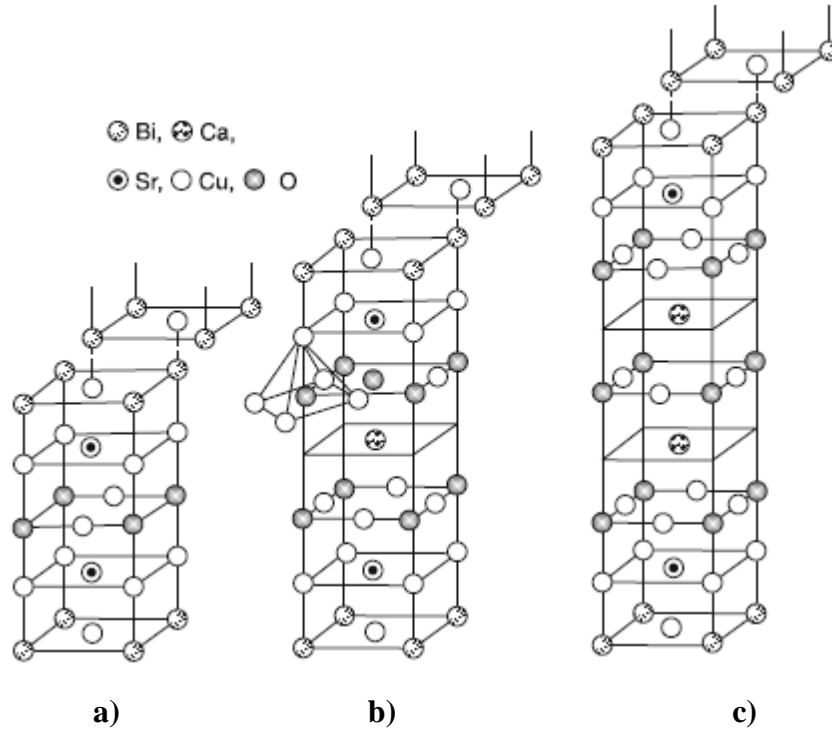
Bi-bazlı süperiletken sistemi CuO_2 düzleminin sayısına bağlı olarak Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere üç üyeye sahiptir ve artan CuO_2 düzlemi sayısı ile T_c değeri artmaktadır. T_c değeri Bi-2201 20 K, Bi-2212 85 K ve Bi-2223 için 110 K sıcaklığındadır.

Bi-2201 fazı düşük sıcaklık fazı olarak bilinmektedir, Şekil 2.8.a. Bu faz $\text{BiO/SrO/CuO/SrO/BiO}$ şeklinde istiflenmiş ve kalsiyum atomu içermez. Bu faz iki SrO tabakası arasına yerleşmiş CuO tabakasından oluşmaktadır. Kare piramitteki bakır atomları altı oksijen atomu ile çevrilir. Bi-2201 fazı tetragonal simetriye sahiptir ve birim hücre parametreleri $a = b = 5.39 \text{ \AA}$ ve $c = 24.6 \text{ \AA}$ dur [9].

Şekil 2.8.b Bi-2212 fazının birim hücrelerini göstermektedir. Şekilde görüldüğü gibi Bi-2212 fazı tetragonal bir birim hücreye sahiptir ve yapı $\text{BiO/SrO/CuO/Ca/CuO/SrO/BiO}$ şeklinde bir istiflenmeye sahiptir. Görüldüğü üzere iki CuO_2 tabakası arasına bir kalsiyum atomu yerleşmiş ve ayrıca birim hücre iki yarıiletken BiO ve iki yalıtkan SrO tabakası içermektedir [2]. Örgü sabitleri $a = b = 5.4 \text{ \AA}$ ve $c = 30.89 \text{ \AA}$ değerindedir.

Bi-2223 fazı yüksek sıcaklık fazı olarak bilinmektedir ve $\text{BiO/SrO/CuO}_2/\text{CaO/CuO}_2/\text{CaO/CuO}_2/\text{SrO/BiO}$ şeklinde bir istiflenmeye sahiptir (Şekil

2.8.c). Cu_2 atomları kare piramit şeklinde dört oksijen atomu ile çevrilmiştir. Tetragonal simetride birim hücreye sahiptir ve birim hücre sabitleri $a = b = 5.39 \text{ \AA}$ ve $c = 37.1 \text{ \AA}$ değerindedir [9].

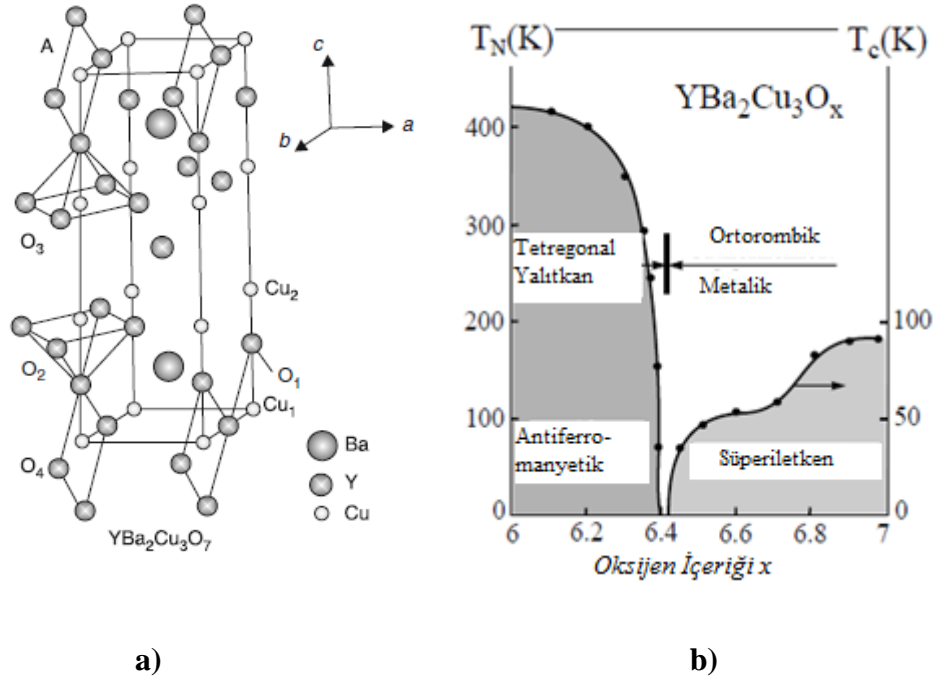


Şekil 2.8. a) Bi-2201 b) Bi-2212 c) Bi-2223 fazlarının kristal yapıları [4].

2.10.2 YBaCuO (YBCO) Süperiletken Sistemi

T_c değeri 77 K ' in üstünde bulunan ilk süperiletken sistemidir ve bu sistem ortorombik birim hücreye sahiptir (Şekil 2.9.a) [2]. Örgü sabitleri yaklaşık olarak $a = 3.82 \text{ \AA}$ $b = 3.89 \text{ \AA}$ ve $c = 11.7 \text{ \AA}$ değerlerine sahiptir ve iki CuO_2 tabakası bir itriyum atomu ile ayrılmaktadır. İtريyumun buradaki rolü CuO_2 tabakalarını ayrı tutmaktır. Kristalde itriyum +3 değerliğe sahiptir ve nadir elementlerin lantanit serisi ile yer değiştirmesi süperiletken özelliklerde fark edilebilir değişime sebep olmaz [2]. Bu yapı içerisinde CuO_2 düzleminde yer alan her bir bakır iyonu beş adet oksijen iyonu ile piramit biçiminde çevrelenmektedir. Yapı şekil 2.9.b de gösterildiği gibi oda sıcaklığında antiferromanyetik yalıtkandır ve metalik bir iletken veya süperiletken faza

geçebilmesi için yapıya düşük sıcaklıklarda doping (katkılama) yapılmak zorundadır. Bu durum yapıya CuO zincirlerindeki boşluklara oluşturan oksijen ilave edilerek gerçekleştirilir.

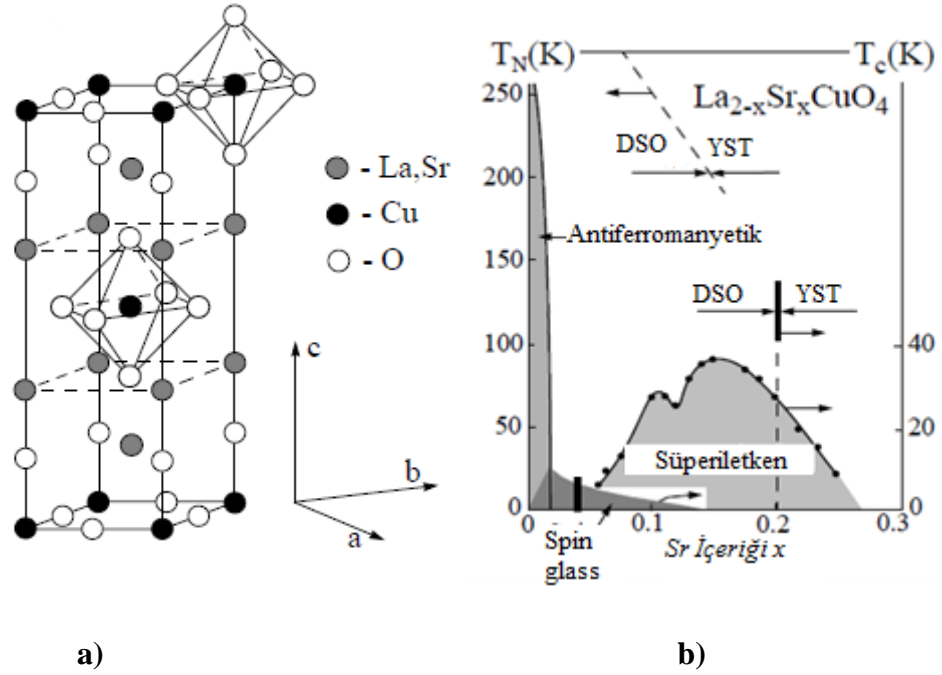


Şekil 2.9 a) YBCO' nun ortorombik yapısı [1] b) YBCO yapısının faz diyagramı [2]

Şekil 2.9.b' de görüldüğü gibi oksijen içeriği $x = 6.0$ ise örgü parametreleri $a \neq b$ dir ve birim hücre ortorombiktir. Oksijen içeriğinin artışı birim hücrenin kare simetriye sahip olmasına sebep olur yani $a = b$ dir. Bu yüzden kristal düşük sıcaklıklarda tetragonal olur. Oksijen içeriği 6.4 ise antiferromanyetik uzun erimli faz uyumu kaybolur ve süperiletken faz gelişmeye başlar. Maksimum T_c değerine yaklaşık 6.95 oranındaki oksijen miktarında ulaşılmaktadır (optimum doping).

2.10.3 LaSrCuO (LSCO) Süperiletken Sistemi

LSCO ilk keşfedilen HT_c süperiletken sistemidir ve maksimum T_c değeri 38 K dir. Bu yapı tetragonal birim hücreye sahiptir ve örgü parametreleri yaklaşık olarak $a = 5.35 \text{ \AA}$, $b = 5.40 \text{ \AA}$ ve $c = 13.5 \text{ \AA}$ değerindedir. Bu bileşik iki La(Sr), bir Cu ve dört oksijen atomuna sahip olduğu için 214 yapı olarak adlandırılmaktadır. Şekil 2.10.a' da görüldüğü gibi temel yapı birim hücreyi oluşturabilmek için ikiye katlanmaktadır. Bu yüzden 428 diye de isimlendirilmektedir.



Şekil 2.10. a) LSCO yapının tetragonal birim hücresi b) LSCO' nun faz diyagramı [2]

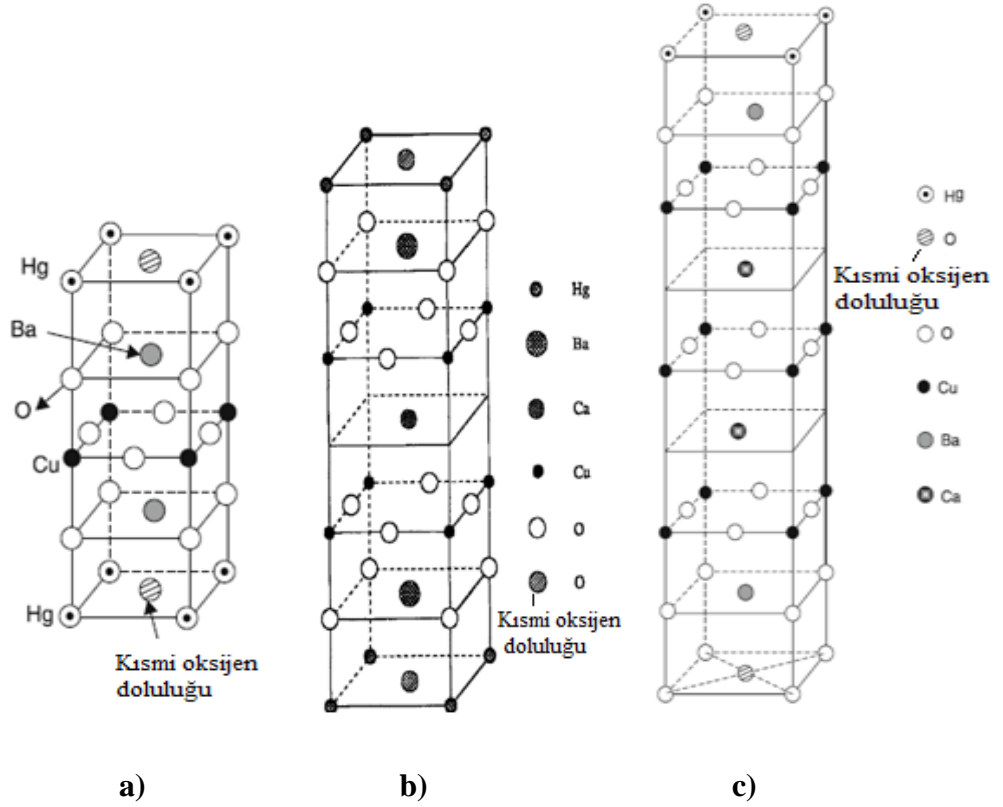
Şekil 2.10.b bu sistem için faz diyagramını göstermektedir ve yarı doymuş durumda antiferromagnetik faza sahip olduğu açıkça görülmektedir. Daha yüksek Sr doping oranında $0.02 \leq x \leq 0.08$ uzun erimli antiferromanyetik düzen yoktur fakat çok alçak sıcaklıklarda spin glass (antiferromanyetizmanın kısmen olduğu faz) fazı ortaya çıkmaktadır. Süperiletken faz için maksimum T_c değeri $x = 0.16$ da (optimum doping) gözlenmektedir. LSCO sisteminde La yerine Sr katkılanması yüksek sıcaklık tetragonal fazdan (YST) düşük sıcaklık ortorombik (DSO) fazına geçişe sebep olur.

2.10.4 HgBaCaCuO Süperiletken Sistemi

Hg-bazlı sistemin genel stokiyometrisi $\text{HgBa}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{2n+4}$, dir burada n bir tamsayıdır. Ailenin ilk üç üyesi sürekli $n = 0, 1, 2$ tam sayıları için sırasıyla Hg-1201, Hg-1212, Hg-1223 dır [10]. Bu sistemler tetragonal birim hücreye sahiptir (Şekil 1.12 a, b, c) ve örgü parametreleri tüm fazlar için $a = 3.86 \text{ \AA}$ ve c değeri ise sırasıyla $n = 0, 1$ ve 2 tam sayıları için 9.5 \AA , 12.6 \AA ve 15.7 \AA değerindedir.

Şekil 2.11.a da görüldüğü gibi Hg-1201 fazı bir adet CuO_2 tabakası içermektedir ve 94 K ' in altında süperiletkenlik göstermektedir [11]. Hg-1212 fazın da hole

konsantrasyonu yeterince yüksek olmadığı için ilk olarak süperiletken faz gözlemlenememiştir. Daha sonra Putilin ve arkadaşları üç değerlikli nadir toprak katyonunun yerine iki değerlikli Ca^{2+} iyonu koyarak 120 K' in üstünde T_c elde etmişlerdir [12].



Şekil 2.11. a) Hg-1201 b) Hg-1212 c) Hg-1223 fazlarının birim hücreleri [4, 10].

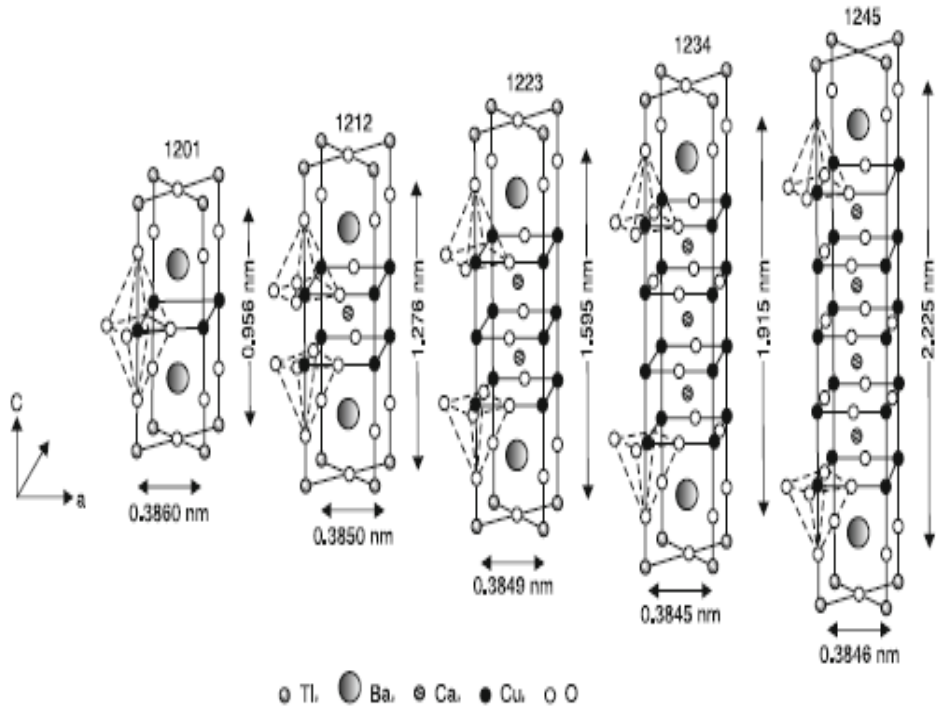
1993 yılında Schilling ve arkadaşları üç adet CuO_2 tabakası içeren $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$ sistemini keşfettiler ve bu bileşik için T_c ' nin 130 K den büyük olduğu bulundu. Son olarak 150 K-bar basınç altında Hg-1223 fazında yaklaşık 150 K civarında bir T_c gözlemlendi [4].

2.10.5 TlBaCaCuO Süperiletken Sistemi

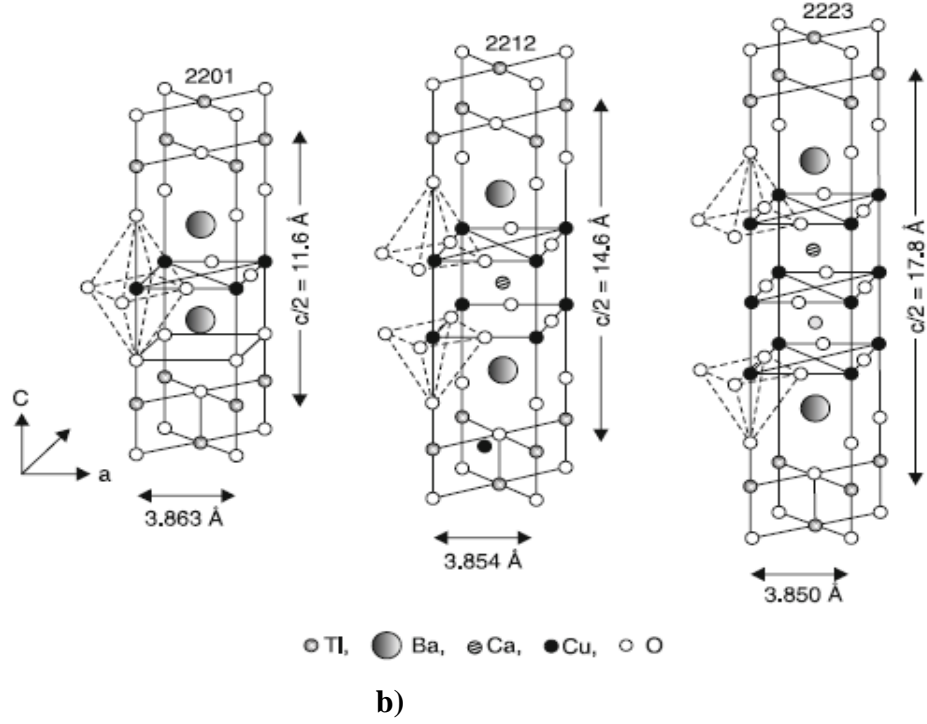
Tl–Ba–Cu–O bazlı süperiletken sistemi ilk kez 1988 yılında Sheng ve Herman tarafından keşfedilmiştir. Sistem Ca içermeyen $Tl_2Ba_2Cu_3O_{8+x}$ ve $TlBaCu_3O_{5.5+x}$

bileşenleriydi ve 80 K altında süperiletken davranış olduğu görülmüştür [13]. Kısa zaman sonra yapıya Ca ilave ettiler ve 100 K' in yukarısında süperiletkenlik keşfettiler [14]. Son olarak Parkin ve arkadaşları $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10}$ bileşiğinde 125 K de bir süperiletken geçiş gözlemlədiler [15].

Tl–Ba–Ca–Cu–O bazlı sistemde Tl-1201, Tl-1212, Tl-1223, Tl-1234, Tl-1245, Tl-1256, Tl-2201, Tl-2212, Tl-2223 ve Tl-2234 olmak üzere on tane faz vardır. Bu yapıların tamamı oda sıcaklığında tetragonal yapıya sahiptir (Şekil 2.12. a, b).



a)



Şekil 2.12 a) Tl tek tabakalı süperiletken sistemlerin $TlBa_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+3}$ ($n = 1 - 5$) kristal yapıları b) $Tl_2Ba_2Ca_{n-1}Cu_nO_{2n+4}$ ($n = 1 - 3$) kristal yapısı [4].

2.11. ELASTİKİYET

2.11.1 Atomlar Arasındaki Kuvvet

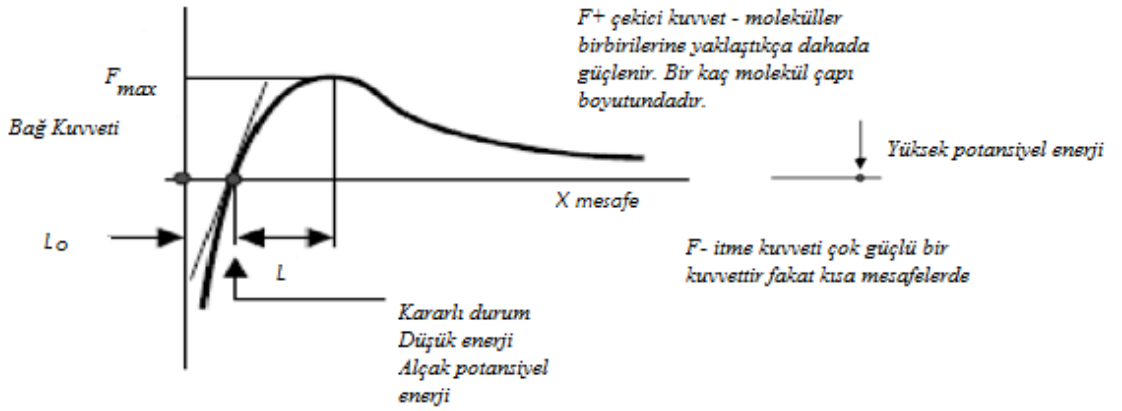
Bir maddenin sertliğinin onun atomları arasındaki kimyasal bağlara bağlı olduğu bilinmektedir. Genel olarak bir katıdaki atomların her biri diğerini kimyasal bağ kuvveti ile uzun mesafeler boyunca çekmektedir, ancak çok kısa mesafelerde birbirlerini Coulomb itme kuvveti ile itmektedir. Herhangi bir atomun eksikliğinde ya da yapı bir şekilde uyarıldığında atomlar yukarıda bahsettiğimiz kuvvetlerin etkileşmelerine bağlı olarak kararlı duruma geçerler. Şekil 2.13 bir atomun bir yerden başka bir kararlı duruma geçmesi için gereken kuvvetin mesafeye göre değişimini göstermektedir. Bu ilişkinin tam şekli (iyonik, kovalent veya metalik) atomlar arasındaki bağların doğasına bağlıdır. Tüm bağlar aynı karakterde bir kuvvet-mesafe ilişkisi gösterir. Kararlı pozisyon durumunda bir atomu diğer bir atomdan uzağa hareket ettirmek için gereken F kuvveti hemen hemen X mesafesine orandır.

$$F = K.X \quad (2.11.1.)$$

Burada K kuvvet sabitidir ve bu davranışı gösteren bir katı lineer elastik diye adlandırılmaktadır. Bu olay çoğu katı maddenin küçük yer değiştirmelerinde meydana gelen bir durumdur. Ancak bu durum komşu atomların etkisi ve gerçek katının üç boyutlu karakteri için daha karmaşıktır.

2.11.2 Hooke Yasası

Şekil 2.13 den hareketle bir dış kuvvet tarafından yavaşça bir diğer atomdan uzağa çekilen bir atom düşünelim. Atomlar arasındaki bağı kırmak için gereken dış kuvvetin maksimum değeri kohezif kuvvet olarak adlandırılmaktadır ve bağı koparmak için en azından bu miktarda bir kuvvet uygulanması gerekir. Bu durumda bağ kuvveti maksimum kohezif kuvvete eşittir [16].



Şekil 2.13. Atomun merkezinden itibaren, mesafenin fonksiyonu olarak bir katıdaki atomlar arası kuvvetin değişimi [16].

Genelde kuvvet-yerdeğiştirme eğrisinin şekli, Şekil 2.13' de görüldüğü gibi sinüs fonksiyonunun bir bölümü ile gösterilebilir. Burada ilgilenilen bölge kararlı durumdan maksimum kuvvete kadar olan bölgedir.

$$F = F_{max} \sin\left(\frac{\pi x}{2l}\right) \quad (2.11.2)$$

Burada l kararlı durumdan F_{max} ' a kadar olan mesafedir. θ nın küçük değeri için $\sin \theta \sim \theta$ olduğu için küçük yerdeğiştirme x için gereken kuvvet

$$F = F_{max} \frac{\pi x}{2l} \rightarrow \left(\frac{F_{max} \cdot \pi}{2l} \right) \cdot x \quad (2.11.3)$$

Herhangi bir bilinen madde için l ve f_{max} birer sabit olarak düşünülebilir. Böylece eşitlik (2.11.2) Hook' un yasasına benzer bir form olan $F = K \cdot X$ ' e dönüşür. Buradan elde edilen sonuç kolaylıkla birim alan üzerine dağılan bir kuvvete dönüştürülebilir.

$$\rho = \frac{\rho_{max} \cdot \pi \cdot x}{2l} \quad (2.11.4)$$

Burada ρ_{max} maddenin gerilme direncidir ve bir basınç birimine sahiptir. Eğer L_0 kararlı mesafe olursa, o zaman verilen bir yer değiştirme x için zorlanma (strain) ϵ

$$\epsilon = \frac{x}{l_0} \quad (2.11.5)$$

olarak bulunur. Böylece

$$\frac{\rho}{\epsilon} = [(l_0 \cdot \pi \cdot \sigma_{max}) / 2l] = E \quad (2.11.6)$$

olur. Buradan

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.11.7)$$

olduğu kolayca görülür.

Eşitlik 2.11.6' daki parantez içindeki tüm terimler bilinen bir parçacık için (kararlı durum etrafındaki küçük yer değiştirmeler için) sabit olarak düşünülebilir ve elastik modülü veya maddenin Young Modülü E ile temsil edilebilir. Ayrıca eşitlik

2.11.7 stres' in zorlanmaya (strain) oranlı olduğunu belirten Hooke yasasının benzer bir şeklidir.

2.11.3 Zorlanma (Strain) Enerjisi

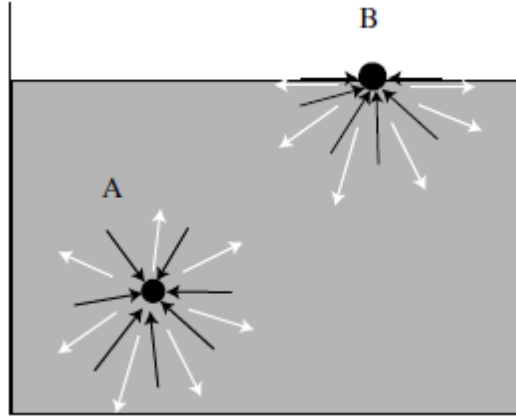
Bir boyutta uygulanan bir f kuvvetiyle bir atomun kararlı denge konumundan küçük bir sapması, dx , atomun potansiyel enerjisi dW ' de bir değişmeye sebep olur. Bu durumda toplam potansiyel enerji Hooke yasasından belirlenebilir.

$$\begin{aligned}dW &= F \cdot dx \\F &= K \cdot X \\W &= \int K \cdot X \cdot dx = 1/2 K \cdot x^2\end{aligned}\tag{2.11.8}$$

Burada potansiyel enerji W zorlanma enerjisi olarak adlandırılmaktadır. Stres altındaki bir maddenin zorlanma enerjisine dış kaynaktan bir enerji transferi olur ve eğer stres kaldırılırsa zorlanma enerjisi serbest kalır. Serbest kalan zorlanma enerjisi kinetik enerji, ses veya ışığa dönüşebilir [16].

2.11.4 Yüzey Enerjisi

Şekil 2.14' de gösterildiği gibi bir katı veya sıvı içerisinde bir A atomu göz önüne alalım. Uzun mesafedeki çekme kuvveti ve kısa mesafedeki Coulomb itme kuvveti belirlenen atom üzerinde tüm yönlerde eşit olarak etki eder ve dolayısıyla atomlar madde içerisinde kararlı bir pozisyon alır. Şimdi yüzey üzerinde bir B atomunu göz önüne alalım. Böyle bir durumdaki atom, çekici kuvvet uzun mesafede etkili olduğu için yüzeyin altında yer alan atomlar tarafından çekilir. Ancak, karşılığı olan itme kuvveti kısa menzilli olduğu için ancak birkaç atom tarafından uygulanır ve bundan dolayı yüzey atomu üzerindeki kuvvetin kararlılığı için yüzeyin tam altındaki atomlardan dolayı oluşan itme kuvveti artırılmalıdır.



Şekil 2.14. Uzun mesafede çekici kuvvetin ve kısa mesafede itme kuvvetinin bir atom üzerindeki etkisi. Burada B yüzeydeki, A ise iç bölgedeki atomlar olarak düşünülmektedir [16].

Bu artış ise fiziksel olarak yüzey atomlarının içe doğru hareketi ile meydana getirilir. Böylece yüzeydeki atom yüzeyin tam altındaki atomlara doğru daha da yaklaşır. Yüzeydeki atom, yüzeyin altındaki atomlardan kaynaklanan uzun mesafeli etkileşmeyi dengeleyene kadar içe doğru hareketini sürdürür. Katının veya sıvının yüzeyi ince bir derinin yüzeyinin büzülmesi gibi görünür. Sıvıda bu olay yüzey gerilimi olarak bilinir. Ayrıca katının yüzeyi de bu enerjiye sahiptir ancak katı, sıvı kadar kolay deforme olmadığından bu etki kolayca gözlemlenemez.

2.11.5 Stres

Mühendislik alanında stres, kuvvetin etkidiği yüzey alanına oranı olarak bilinmektedir. Gerilim ve sıkıştırma her ikisi de normal stres olarak adlandırılır ve kuvvet uygulanan düzleme dik hareket ettiği zaman oluşurlar. Burada iki tipi bulunan stresi birbirinden ayırt etmek için σ sembolüyle normal, τ sembolüyle ise shear stresi gösterilecektir. Madde içindeki toplam stres her iki stresin katkısıyla tanımlanmaktadır.

Stresi tanımlamak için Şekil 2.15.a' da gösterildiği gibi bir hacim göz önüne alalım. Kuvvet bileşenleri dF_x , dF_y , dF_z sırasıyla x, y ve z yönlerinde yüzeye dik olan kuvvetlerdir. Örneğin $dydz$ düzlemine dik olan dF_x kuvvet bileşeni için meydana gelen stres bir normal strestir; yani gerilim veya sıkıştırmadır.

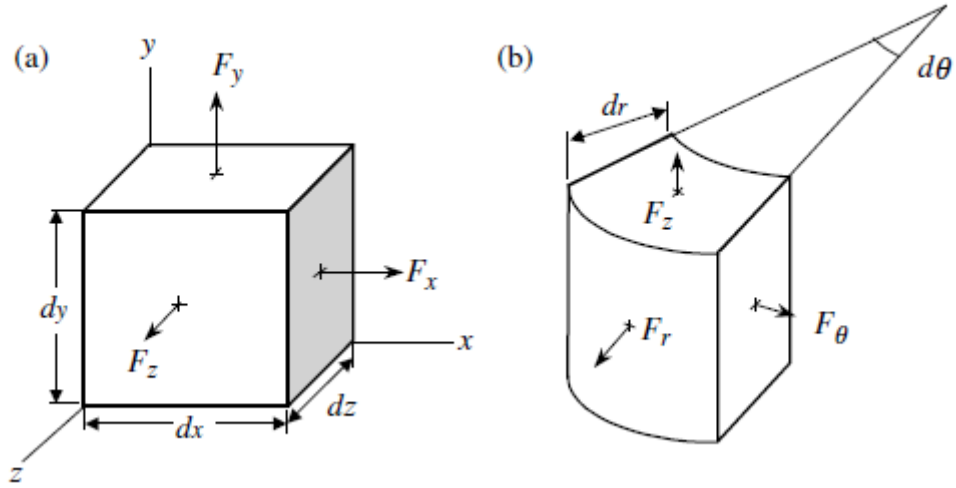
$dydz$ düzlemindeki stres;

$$\sigma_{xx} = \frac{dF_x}{dydz} \quad (2.11.9)$$

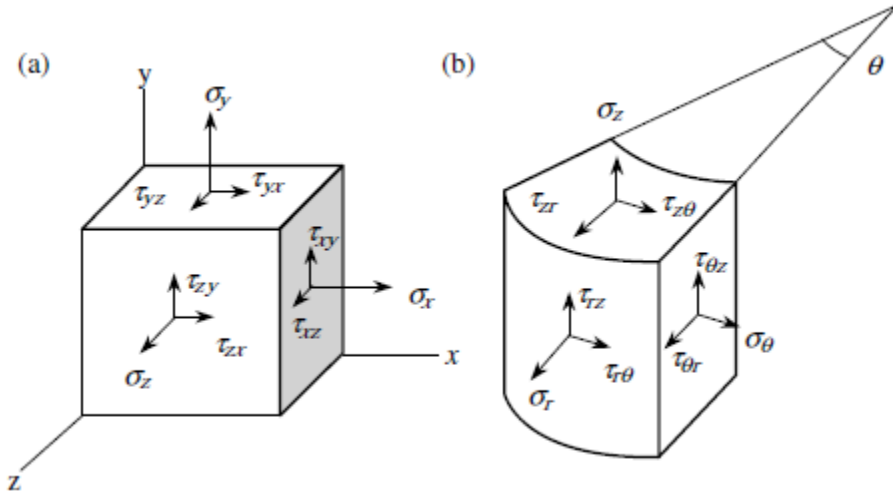
dir, burada σ_{xx} sembolün de birinci alt indis düşünülen düzleme dik yönü temsil ederken ikinci alt indis uygulanan kuvvetin yönünü temsil eder. Ayrıca kuvvet bileşeni dF_y , $dydz$ düzlemi boyunca düzleme paralel olarak etkiyorsa τ_{xy} ile gösterilen shear stresi oluşur. Burada daha öncede gösterildiği gibi birinci alt indis düzleme dik yönü gösterirken ikinci alt indis kuvvet yönünü göstermektedir. Böylece,

$$\tau_{xy} = \frac{dF_x}{dydz} \quad (2.11.10)$$

olur.



Şekil 2.15. Bir hacim elemanı üzerine etki eden a) Kartezyen koordinat, b) silindirik-polar koordinatlarda kuvvetler [16].



Şekil 2.16. Bir hacim elemanın yüzeyi üzerine etki eden kuvvetten kaynaklanan a) Kartezyen koordinatlarda b) silindirik-polar koordinatlarda stres. Shear stresi düzleme paralel etki eden kuvvetten kaynaklanırken normal stres de ise kuvvet düzleme dik etki eder [16].

$dydz$ boyunca hareket eden dF_z bileşeninin stresi shear stresidir ve

$$\tau_{xz} = \frac{dF_z}{dydz} \quad (2.11.11)$$

Şekil 2.15 ve 2.16 da göz önüne alınan hacimler sonsuz küçük bir p noktası gibi düşünülürse bu noktadaki toplam stres aşağıdaki matris tensörü ile belirlenebilir.

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.11.12)$$

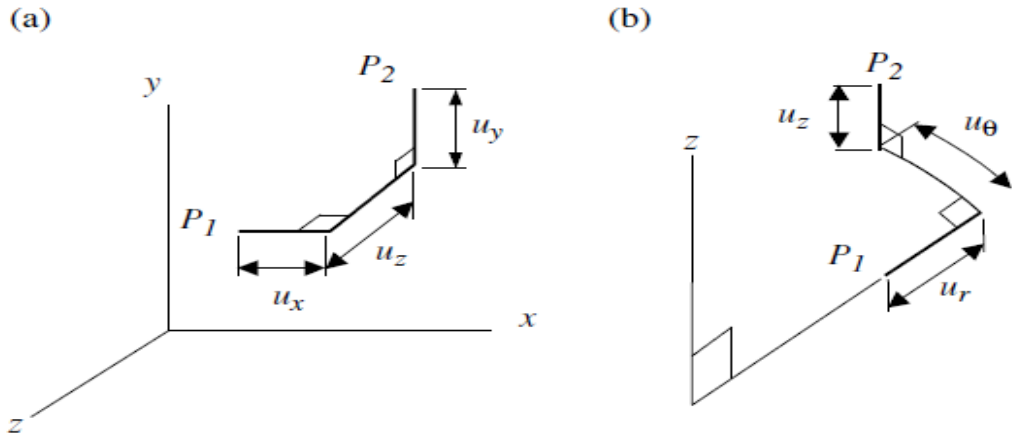
Bu matrisin köşegeni σ_{ij} normal stresidir. Shear stresi ise τ_{ij} ile verilmektedir. Cisimdeki her bir nokta statik dengede olduğu için p noktasındaki stresi tanımlamak için üç düzlemden sadece dokuz bileşene ihtiyaç duyulmaktadır.

2.11.6 Strain (zorlanma)

Strain (zorlanma) uygulanan şiddetin etkisinden dolayı numunenin buna bağlı genişlemesinin ölçüsüdür ve genelde eşitlik 2.11.5 ile verilmektedir. Kartezyen koordinatlarda Şekil 2.17' deki katı içerisindeki bir nokta (u_x , u_y , u_z birim uzama veya strain olmak üzere) katlanarak yer değiştirir.

$$\epsilon_x = \frac{du_x}{dx} \quad \epsilon_y = \frac{du_y}{dy} \quad \epsilon_z = \frac{du_z}{dz} \quad (2.11.13)$$

Normal strain ϵ_i yapıda bir genişleme varsa pozitif, bir sıkışma olduğu durumda ise negatiftir. l uzunluğunda homojen bir çubuğa uygulanan bir gerilim veya sıkıştırma sonucu meydana gelen yer değiştirme Δl ile gösterilir. Bu durumda eşitlik 2.11.13' ü de göz önüne alarak strain' in $\Delta l/l$ olduğunu görürüz.



Şekil 2.17. a) Kartezyen koordinatlarda b) silindirik koordinatlarda stres altında oluşan yer değişmeler [16].

2.11.7 Poisson Katsayısı

Poisson katsayısı, ν , yanal büzülmenin boyuna uzamaya oranıdır. Şekil 2.18' de gösterildiği gibi uygulanan boylamsal bir strese dik olan yanal büzülme madde sabit bir değerde kalmaya çalıştıkça artar.

Poisson katsayısı

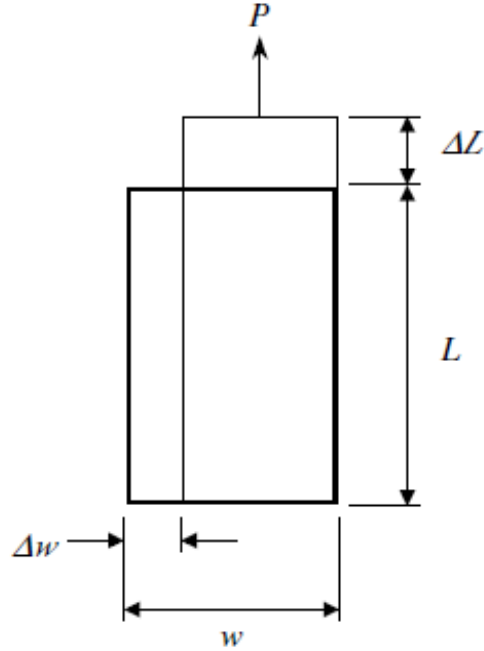
$$\nu = \frac{\epsilon_{\perp}}{\epsilon_{\parallel}} \quad (2.11.14)$$

Bu oran madde akışkan olduğunda maksimum 0.5 değerine ulaşır ve bu noktada sabit değerini korur yani sıkıştırılmaz. Örnek olarak kauçukta poisson katsayısı 0.49 civarındadır [17].

Diğer bir elastiklik sabiti K hacim modülüdür. Lineer elastik bir cisme P hidrostatik basıncı uygulandığı zaman oluşan $\Delta v/v$ hacim değişim oranı, uygulanan basınçla orantılıdır.

$$K = \frac{P}{\Delta v/v} \quad (2.11.15)$$

Burada K ya hacimsel elastikiyet modülü veya kısaca hacim modülü denir.



Şekil 2.18. Poisson katsayısının şematik gösterimi [16].

2.11.8 Lineer Elastiklik

Stres ve zorlanma (strain) ařađıdaki bađıntıyla birbiri ile iliřkilidir:

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.11.16)$$

Burada lineer elastikiyet ile kastedilen cismin uygulanan stres'e orantılı olarak lineer bir deformasyon göstermesidir. Büyük deformasyonlarla sonuçlanan stres deđeri için özellikle de kolay biçimlendirilir maddelerde stres ve zorlanma (strain) genelde lineer olarak deđişmemektedir.

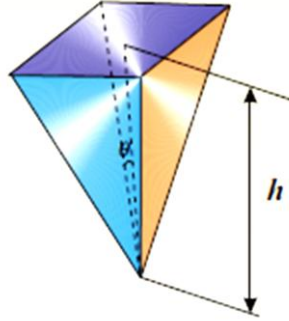
2.11.9 Sertlik

Bir katının bölgesel deformasyona karřı gösterdiđi dirence sertlik denir [18]. Maddenin bu karakteristik özelliđini bir çok yöntemle ölçmek mümkündür. Örneđin metallerin sertliđi sert bir çentisinin yüzeye bastırılması sonucu oluşan kalıcı řeklin büyüklüđüne göre ölçülebilir. Bu ölçüm sırasında çentici olarak genellikle bilye, piramit veya koni biçimli geometrik cisimler kullanılır. Bu cisimler genellikle sertliđi belirlenecek malzemeye göre çok büyük olan sertleřtirilmiř çelik, sinterlenmiř tungsten karbür veya elmas dır. Kauçuk gibi malzemeler için ise materyale yine bir yük ile bastırılır ve bu yük altındaki gömülme davranıřı incelenir. Mineral ve kırılğan malzemeler için kullanılan metot ise minerali veya kırılğan bir malzemeyi sertliđi bilinen bir malzeme ile çizmek ve kıyaslama yapmaktır. Tüm bu testler gerçekte malzemenin bölgesel deformasyona karřı gösterdiđi direncin nicel bir deđeridir [18]. řimdi sertlik testinde kullanılan çentici geometrilerine bir göz atıp özelliklerini inceleyelim.

2.11.10 Sertlik Testi

2.11.10.1 Vickers Sertliđi

Vickers testinde [18, 19] kare tabanlı elmas bir piramit entici olarak kullanılmaktadır. Bu entici tipi keskin geometrisinden dolayı genellikle sert malzemelerin sertliđini lmekte kullanılır.



Şekil 2.19. Vicker entisinin Őematik gsterimi [20].

Elmastan yapılan bu entisinin tepe aısı 136° dir ve Őematik gsterimi Őekil 2.19' da gsterilmektedir. Uygulanan numuneye gre enticiyle uygulanan kuvvet 0.1 mN' dan baŐlayarak 200 mN ve st deđerlere ıkılabilir. Bu iŐlem 10-15 sn gibi bir zaman diliminde gerekleŐtirilir.

Vickers sertliđi (VDH) gerek yzey alanı ve entici yknn kullanılmasıyla hesaplanır ve

$$VDH = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{136^\circ}{2} \quad (2.11.17)$$

$$1.8544 \frac{p}{d^2} \quad (2.11.18)$$

eŐitliđinden elde edilir.

Burada d değeri numune üzerinde oluşan kalıcı izin bir kenarından diğerine köşegen uzunluğudur. $d = d_1 + d_2$ köşegen uzunluklarının aritmetik ortalamasıdır.

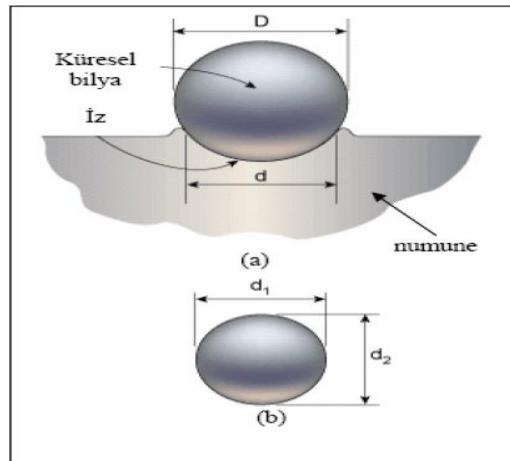
2.11.10.2 Brinell Sertliği

Sertlik ölçümünde kullanılan testlerden biriside Brinell sertlik testidir. Bu test ilk olarak Brinell tarafından gerçekleştirilmiştir [18]. Bu testte Brinell iki çelik düzlem arasına daha sert bir çelik bilye yerleştirmiş ve sıkıştırarak çelik düzlemler üzerinde oluşan çentik büyüklüğüne göre hangisinin diğerinden daha sert olduğunu incelemiştir [18].

Brinell sertlik testinde genellikle 1cm çapındaki çelik bilye, kontrollü bir şekilde cismin yüzeyine bastırılmaktadır. Yük değeri w yumuşak malzemeler için 500 kg' dan sert çelik için 3000 kg' a kadar değişir ve genellikle 30 sn' lik standart bir periyotta uygulanır. Daha sonra yük kaldırılarak oluşan d çapı ölçülür. Sonuç olarak sertlik uygulanan p yükünün yüzey alanına bölünmesiyle bulunur:

$$H_B = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.11.19.)$$

olur.



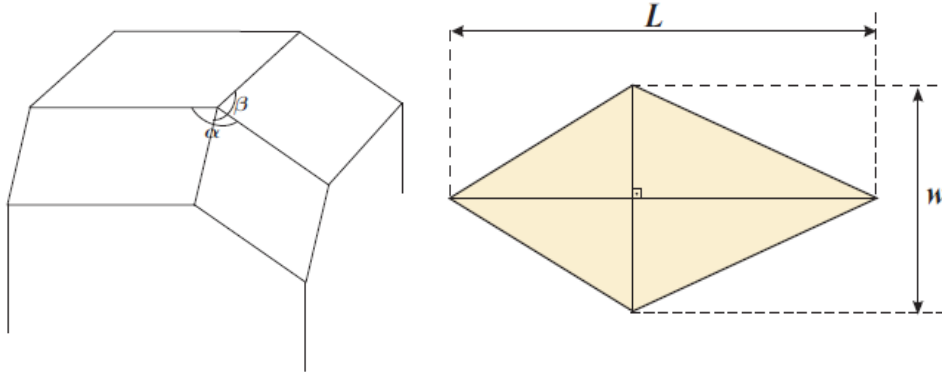
Şekil 2.20. Brinell çentecinin şematik gösterimi [20]

2.11.10.3 Knoop Sertliđi

Knoop enticide kşegen uzunlukları Vickers enticiyle kıyaslandığında yaklaşık 7 kat daha kısadır ve kşegen uzunlukları birbirinden farklıdır [18]. Knoop sertliđi ok sert malzemelerin sertliđinin belirlenmesinde kullanılır. ünkü kalıcı izin oluřturduđu uzun kşegen Vickers ve kresel enticilerin boyutları ile karřılařtırıldığında lölmesi daha kolaydır. Sertlik zerine kristal ynelimlerin etkisini alıřmak iin ok kullanıřlıdır [18]. Bu entici tipinde karřıt yzeyler arasındaki aı $\alpha = 172.5^\circ$ ve $\beta = 130^\circ$ dir. Sertlik lölümü uygulanan ykn izdřm kontak alanına blnmesiyle elde edilir.

$$KH = \frac{2p}{L^2 \left[\cot \frac{172,5}{2} \tan \frac{130}{2} \right]} \quad (2.11.20)$$

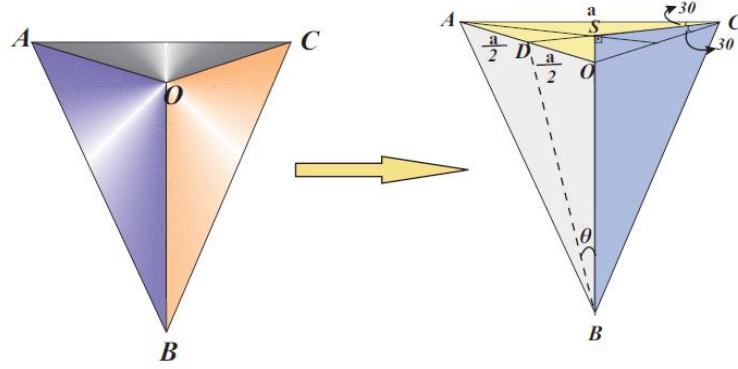
$$14,229 \frac{f}{L^2} \quad (2.11.21)$$



řekil 2.21. Knoop entisinin řematik gsterimi [20].

2.11.10.4 Berkovich sertliđi

Üçgen tabanlı bir piramit yapısına sahiptir ve dörtyüzlü Vickers geometrisinden daha keskin bir uç yapısına sahip olduğundan dolayı daha çok nanoçentme testi için kullanılır [20]. Bu yüzden çentme testi daha kontrollüdür ve ortalama kontak basıncı genellikle plastik girme derinliđi h_p ' den hesaplanır. Bu tez kapsamında Berkovich çentici kullanıldıđı için bu çentici tipi biraz daha geniş şekilde ele alınacaktır.



Şekil 2.22. Berkovich çenticinin şematik gösterimi [20].

AOC eşkenar üçgeninin alanı $\frac{a^2\sqrt{3}}{4}$ dür. İzdüşüm alanı plastik girme derinliđi olan $h_p = |BS|$ cinsinden bulunmalıdır. Bu sebepten dolayı taban üçgenin bir kenarının uzunluđu olan a ile h_p arasındaki bađıntının bulunması gerekmektedir.

S noktası üçgenin ađırlık merkezi olup kenara 1 köşeye 2 birim uzaklıktadır. Pisagor bađıntısından

$$|DC| = \frac{a\sqrt{3}}{2} \quad (2.11.22)$$

elde edilir ve kenar ortay özelliđinden $|DS| = \frac{a\sqrt{3}}{6}$ ve $|SC| = \frac{a\sqrt{3}}{3}$ olarak bulunur.

Şekildeki mavi **SBC** üçgeninden

$$\tan \theta = \frac{SD}{SB} \quad (2.11.23)$$

değerleri yerine yazılırsa

$$\tan \theta = \frac{a\sqrt{3}/6}{h_p} \quad (2.11.24)$$

$$a = 2\sqrt{3}h_p \tan \theta \quad (2.11.25)$$

olarak bulunur. Eşkenar üçgenin alan formülünde bu değer yerine yazılırsa

$$A = \frac{a^2\sqrt{3}}{4} = \frac{(2\sqrt{3}h_p \tan \theta)^2 \sqrt{3}}{4} \quad (2.11.26)$$

$$A = 4 \frac{1}{4} 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta \quad (2.11.27)$$

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta \quad (2.11.28)$$

olarak bulunur. Burada $\theta = 65.27^\circ$ yerine yazıldığında

$$A = 24.494h_p^2 \approx 24.5h_p^2 \quad (2.11.29)$$

olur. Bu sebeple ortalama kontak basıncı veya sertlik

$$H = \frac{P}{24,5h_p^2} \quad (2.11.30)$$

olarak elde edilmiş olur.

2.11.11 Numune Boyut Etkisi

Çentici ve numune arasında iki durumdan bahsedebiliriz: Birincisi sınır etkisinin sonuçları etkilememesi için numune çenticeden daha geniş olmalıdır. Genelde çentici çapı d olursa, numune kenarından çentici uzaklığı $3-4 d$ ' den daha kısa olmamalıdır. Benzer şekilde numunenin kalınlığı da çentici derinliğinin 8-10 katı olmalıdır [18]. Bu durum özellikle ince tabakalı ölçümlerde çok önemlidir [18]. İkinci olarak çentici ve numune arasındaki sürtünme göz önüne alınmalıdır. Sürtünmenin olduğu durumda numune sertliği beklenen değerden daha yüksek çıkmaktadır. Sürtünmeye bağlı olarak 2-boyutlu bir yapı için bazı teorik hesaplamalar yapılmıştır [21]. Daha sonra bu problem yeniden ele alınmış ve sürtünmenin yüzey altındaki deformasyon olayını değiştirebileceği gösterilmiştir [22]. Bununla birlikte, bu durum çentik basıncı üzerinde çok az bir etkiye sahiptir. Örnek olarak yarı açısı 70° olan ve sürtünme katsayısı $\mu = 0.1$ olan bir çentici için basınç yaklaşık olarak %10 artmaktadır. Kaba bir yaklaşımla sürtünme katsayısı μ olduğu zaman çentik basıncı p aşağıdaki gibi verilir.

$$P = p_0(1 + \mu \cdot \cos \theta) \quad (2.11.31)$$

Burada p_0 sürtünmesiz durumdaki (ortamdaki) basınç değeri ve θ çentinin yarı açısıdır. Vickers çentici için yarı açının değeri yaklaşık olarak 70° ve

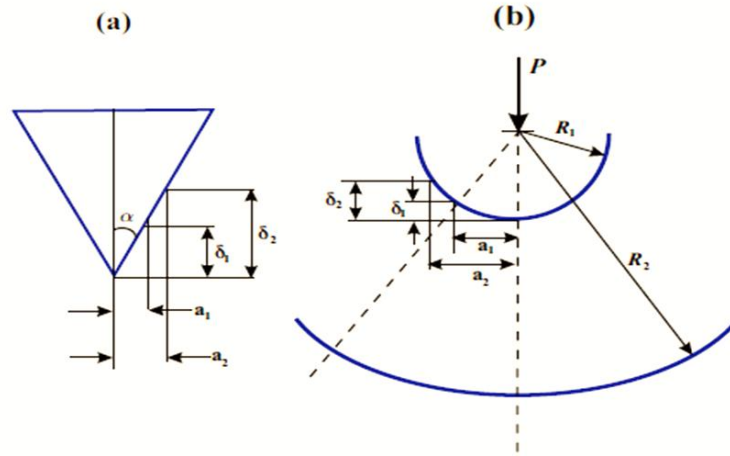
$$P = p_0(1 + 0,4 \mu) \quad (2.11.32)$$

olur. Sonuç olarak $\mu = 0.1$ değeri kirliliği bir yüzey için makul bir değerdir ve gözlenen yüzey basıncı gerçek değerinden % 4 daha büyüktür [18]. Bu değer büyük yükler için ihmal edilebilir görünse de son derece küçük yükler için oldukça önemlidir.

2.11.12 Geometrik Benzerlik Prensibi

Bu prensipte büyüklüğü her ne olursa olsun eğer iki çentici aynı geometrik şekilde ise çentici etrafındaki stres ve strain dağılımı geometrik olarak benzer olacaktır.

Bu durum koniksel veya piramidal çentimler için geçerlidir. Fakat bu prensip sadece tane büyüklüğü çok büyük ve malzeme homojen olduğu zaman geçerlidir [18]. Şekil 2.23' de gösterildiği gibi α/δ oranı artan çentici yükü için sabit kalmaktadır. Bunun anlamı, malzeme içindeki zorlanmanın artan yükten bağımsız olarak sabit kaldığı anlamına gelmektedir. Böylece, alınan sertlik değeri uygulanan yükten bağımsız olur. Konik bir çentiminin aksine küresel bir çentiminin kontak küresinin yarıçapı, yük arttıkça çentme derinliğinden daha hızlı artar ve alınan sertlik değeri yüke bağımlı olur.



Şekil 2.23. Geometrik benzerlik prensibinin şematik temsili [20]

2.11.13 Pile-up (Yığılma) ve Sink-in (Çökme) Davranışı

Materyalin kontak alanının hemen dışının zaman zaman deforme olduğu veya aynı kaldığı (deforme olmadığı) iyi bilinmektedir [23-25]. Bakır gibi yumuşak materyallere kuvvet uygulandığı zaman çentik etrafındaki numune yüzeyinde yığılma (pile-up) meydana gelirken, sert materyaller içinse numune yüzeyinde çökme (sink-in) davranışı gözlenir [23, 26, 27]. Hem yığılma (pile-up) hem de çökme (sink-in) davranışları şematik olarak şekil 2.26' da gösterilmektedir. Numunenin bu davranışları sertlik ölçümlerinin belirlenmesine etki ettiği için ilgi çekmektedir. Bu aşamada boyutsal analiz, yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışlarına etki eden

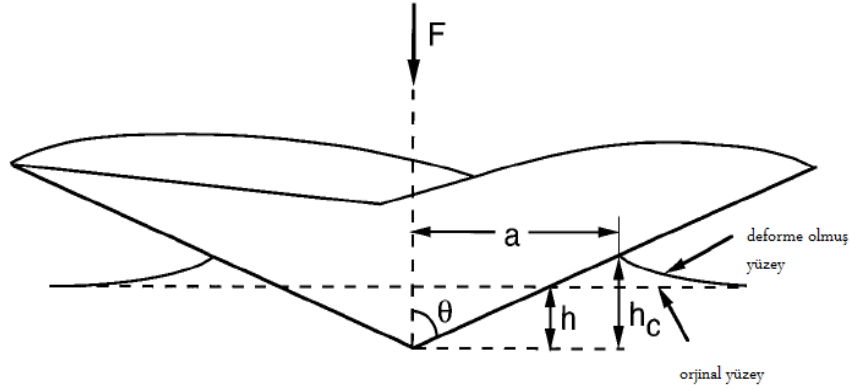
parametrelerin tanımlanmasına yardımcı olabilir [23]. Genelde kontak derinliği tüm bağımsız parametrelerin bir fonksiyonudur:

$$h_c = g(E, \nu, Y, n, h, \theta) \quad (2.11.33)$$

Burada h_c şekil 2.24' de gösterildiği gibi kontak derinliği (deforme olmuş yüzey), h yığılma (pile-up) davranışının ihmal edildiği kontak derinliği, Y ilk akma dayancı (elastik deformasyonun sonlandığı ve plastik deformasyonun başladığı stress), E Young Modülü, ν poisson oranı, n işlem sertleşmesi katsayısı, θ ise çentiginin yarı açısıdır. Ayrıca h_c değeri

$$h_c = h \Pi_\beta \left(\frac{Y}{E}, \nu, n, \theta \right) \quad (2.11.34)$$

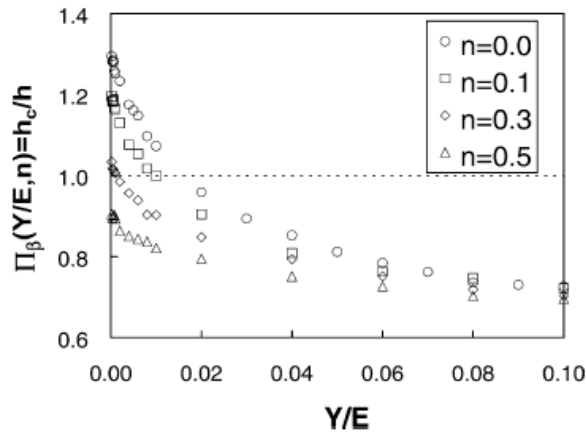
olarak da yazılabilir.



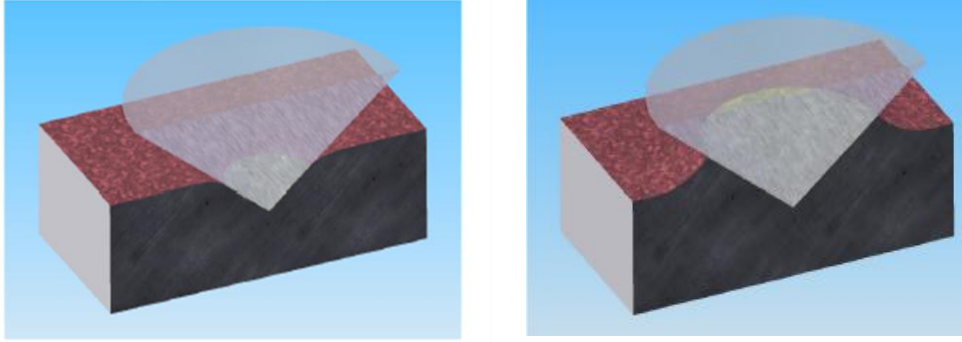
Şekil 2.24. Konik biçimindeki çentiginin şematik gösterimi [23].

Burada $\Pi_\beta = \frac{h_c}{h}$ oranı $\frac{Y}{E}, \nu, n, \theta$ nin boyutsuz bir fonksiyonudur ve $\frac{h_c}{h}$ oranı 1' den daha büyük olduğu zaman yüzeyde yığılma (pile-up) küçük olduğu zaman ise çökme (sink-

in) davranışları gözlemlenir [23]. $\theta = 68^\circ$ ve Poisson oranı 0.3 olan bir numune için $h_c = \Pi(\frac{Y}{E}, 0.3, n, 68)$ yerine basitlik için $h_c = \Pi(\frac{Y}{E}, n)$ alınabilmektedir. Burada bu iki parametre göz önüne alınacak olursa büyük $\frac{Y}{E}$ değeri için n katsayısı ne olursa olsun numune üzerinde çökme (sink-in) davranışı gözlenir. Küçük $\frac{Y}{E}$ için n değerine bağlı olarak hem çökme (sink-in) hem de yığılma (pile-up) davranışları gözlenir. Örneğin işlem sertleşmesi, n, çok yüksek olduğu zaman ($n = 0.5$) $\frac{Y}{E}$ değeri çok küçük olsa dahi numune üzerinde çökme (sink-in) davranışı gözlenir. Fakat, $n = 0.1$ değeri için bu numunede yine yığılma (pile-up) davranışı gözlenir [23]. Buradan anlaşılacağı gibi yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışları $\frac{Y}{E}$ ve n değerlerinden belirlenebilmektedir. Bu duruma örnek olarak temsili n değerleri için $\Pi_\beta = \frac{h_c}{h}$ değişimi şekil 2.25’ de görülmektedir. Şekil 2.25’ de görüldüğü gibi $\frac{Y}{E}$ oranı arttıkça $\frac{h_c}{h}$ oranı azalmaktadır ve aynı zamanda aynı değerler için n katsayısının katkısı olduğu görülmektedir.



Şekil 2.25. Belirlenen n değerleri için $\frac{h_c}{h}$ ve $\frac{Y}{E}$ değerleri arasındaki ilişki [23].



Şekil 2.26. a) Çökme (sink-in) davranışı b) Yığılma (pile-up) davranışı [28]

Genellikle sertlik, uygulanan yükün kontak alanına oranı ile elde edilir:

$$H = \frac{F}{A} \quad (2.11.35)$$

yani Oliver-Pharr metodu [29]. Elastik modülünü ise

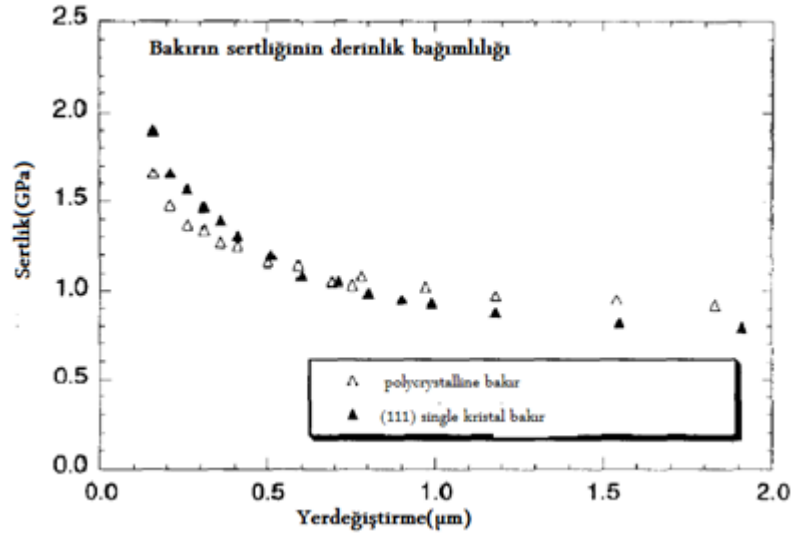
$$\frac{E}{1-\nu^2} = \frac{1}{2} \left(\frac{\pi}{A} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{dF}{dh} \quad (2.11.36)$$

eşitliğinden elde edilir.

Yukarıdaki eşitliklerden sertlik ve elastik modülünün A kontak alanına bağlı olduğu görülmektedir. Buna bağlı olarak çökme (sink-in) ve yığılma (pile-up) davranışlarının görüldüğü bir numunede kontak alanı hesabında yanlışlıklara düşülmektedir. Örneğin Oliver-Pharr metodunda yığılma (pile-up) davranışı göz önüne alınmaz ve bu da numunenin sertliği ve elastik modülünün hesaplanmasında hataya sebep olur. Ancak, $\frac{h_f}{h_{max}} < 0.7$ için (burada h_f final derinlik h_{max} ise maksimum derinliktir) hesaplamalarda yığılma (pile-up) davranışı ihmal edilebilir [30, 31]. Eğer oran bu değer üstündeyse, örneğin $\frac{h_c}{h}$ oranı yaklaşık olarak 1 ise hesaplamalarda %50 ye varan hatalar ortaya çıkar.

2.11.14 Çentik Boyut Etkisi (Indentation size effect)

Sertlik ölçümlerde dikkat edilmesi gereken diğer hususta çentik boyut etkisidir. Bu durum şekil 2.27' de gösterildiği gibi azalan h derinliği ile sertliğin arttığı anlamına gelir. Literatürde bu durumu açıklamak için birçok çalışma yapılmıştır. Bunlar arasında Turley ve Samuels bu durumu yüzey tabakasının aşınmasına ve oksitlenmeye [32, 33], Pethica ve Taylor kimyasal kirliliğe [32, 34] ve Li ve arkadaşları [32, 35] çentici ve numune arasındaki sürtünmeye bağlamıştır. Ancak, bu davranış pek çok durumda yukarıda verilen sebeplerle açıklanamayacak kadar karmaşıktır.



Şekil 2.27. McElhaney ve arkadaşlarının çalışmasından alınan polycrystalline bakır ve tek kristal bakırın sertlik ölçümlerinin derinlikle değişimi. Bu ölçümler Berkovich çentici ile alınmış ($\tan \theta = 0.358$) ve ölçümler esnasında yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışları göz önünde bulundurulmuştur [36].

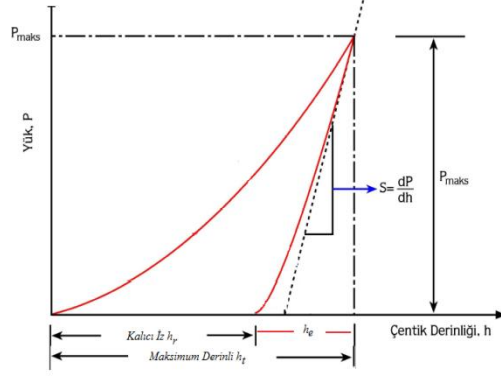
Bu durum için önemli yaklaşımlardan biri Nix ve Gao' nun geometrik olarak zorunlu dislokasyonlar (GND) modelidir [37]. Bu modele göre dislokasyon yoğunluğu istatistiksel olarak depolanmış daha önceden var olan dislokasyon ile yük uygulandıktan sonra zorlanma (strain) gradyentine bağlı olarak oluşan dislokasyonların toplamı olarak alınmıştır:

$$\rho = \rho_s + \rho_G \quad (2.11.37)$$

Burada ρ_s istatistiksel olarak depolanan dislokasyon, ρ_G ise geometrik olarak zorunlu dislokasyonlardır. Bütün bunları göze aldıktan sonra numune üzerinde uygulanan yüklerden dolayı oluşan strain gradyentine bağlı olarak geometrik olarak zorunlu dislokasyonlar diye adlandırılan dislokasyonların oluşabileceği söylenebilir ve bu da yerdeğiştirme h değerine bağlı olarak numunenin sertliği üzerinde bir etkiye sebep olacaktır. Buna bağlı olarak numune üzerinde derinlik arttıkça sertlik değerinde bir azalma ya da derinlik azaldıkça sertlik değerinde bir artış gözlenir [37, 38]. Burada, hareket eden dislokasyon, geometrik olarak zorunlu dislokasyonla kesişirse bölgesel dislokasyon etkileşme mekanizması yoluyla sertleşmeye neden olur [39].

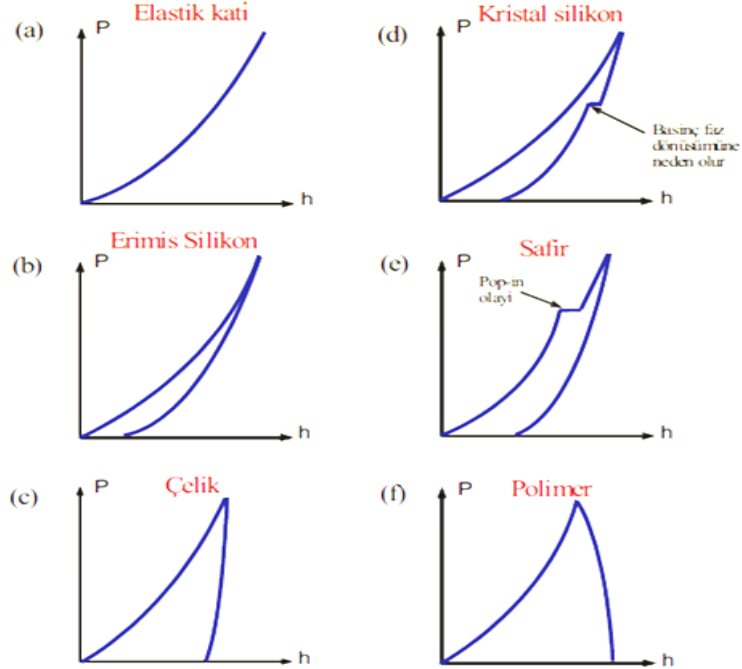
2.11.15 Yük Yerdeğiştirme Eğrileri

Nanoçentme testinin asıl amacı, çentici yükünün ve batma derinliğinin deneysel verilerini kullanarak elastik modülü ve malzemenin sertliğini belirlemektir. Tipik bir testte, yük sıfırdan bir maksimum değere ve daha sonra maksimum değerden sıfıra doğru uygulandıkça yük ve batma derinliği kaydedilir (Şekil 2.28). Eğer plastik deformasyon olursa, numune yüzeyinde kalıcı bir iz meydana gelir. Nanoçentme testlerinde oluşan izin büyüklüğü bu izi geleneksel çentme sertlik testlerindeki optik tekniklerle ölçemeyecek kadar küçüktür. Çentcinin bilinen geometrisi ile birlikte batma derinliği, tam yüklemede kontak alanının dolaylı olarak ölçülmesini sağlar. Böylece ortalama kontak basıncı ve sertlik hesaplanabilir. Çenticiye uygulanan yük kaldırıldığında, malzeme orijinal şeklini yeniden kazanmaya çalışır, fakat oluşan plastik deformasyon sebebiyle bu gerçekleşmez. Bununla birlikte, malzeme içindeki elastik zorlanmaların ortadan kalkması sebebiyle malzemede az da olsa geri kazanım meydana gelmektedir. Elastik boşalma davranışının başlangıç kısmının analizi, çentilen malzemenin elastiklik modülünün hesaplanmasında kullanılmaktadır.



Şekil 2.28. Maksimum P yükü ve numunenin serbest yüzeyi altındaki h_t derinliğiyle, bir nanoçentme testinden, yükleme ve boşaltma eğrileri. Kontak dairesinin derinliği h_p ve elastik boşaltma dP/dh ' in eğimi numunenin modülünün ve sertliğinin hesaplanmasını sağlar. h_r kalıcı izin derinliğidir ve h_e yükün geri çekilmesi esnasındaki elastik geri kazanımın yer değiştirmesidir [20].

Bu durumu daha iyi izah etmek için farklı malzemelerden alınmış örnekleri göz önüne alalım.



Şekil 2.29. Değişik materyal davranışları ve özellikleri için yük - yer değiştirme eğrilerin şematik temsilleri. (a) Elastik katı madde (b) kırılabilir katı madde, (c) şekil verilebilir katı madde, (d) kristal katı madde, (e) yükleme esnasında kırılabilir katı maddedeki kırılma, (f) polimer sürünme eğrileri [20]

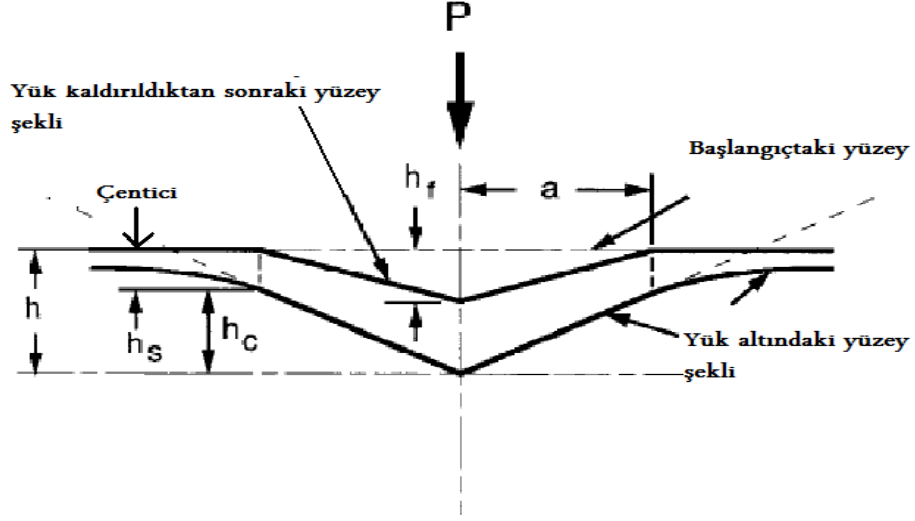
Şekil 2.29.a' da kauçuk gibi tam bir elastik yapıya sahip katılar için yük-yerdeğiştirme eğrisi gösterilmektedir. Yapıda plastik deformasyon gözlemlenmemektedir yani %100 geri kazanım meydana gelmektedir. Şekil 2.29.b' de görüldüğü gibi yapıda plastik deformasyon meydana gelmiş yani kalıcı iz oluşmuştur. Şekil 2.29.c yerdeğiştirme eğrisinden görüldüğü üzere plastik deformasyon oranı yüksektir. Bu durum maddenin şekillendirilebilir bir madde olduğunu göstermektedir. Şekil 2.29.d' de görüldüğü gibi boşalma eğrisi üzerinde pop-out denilen ani bir azalma olmuştur. Bu durum yapıda bir faz değişiminin meydana geldiğini göstermektedir, yani uygulanan yüksek basınçtan dolayı silikon da kübik olan Si-I fazından amorf olan Si-II fazına geçiş olmuştur [40]. Tabi ki bu faz geçişi uygulanan basınçla orantılıdır ve yaklaşık 20 mN' luk yük de yapı amorf hale 50 mN' luk yükte ise yarı kararlı bir faza geçmektedir [40]. Şekil 2.29.e' de görüldüğü gibi yükleme esnasında pop-in diye adlandırılan ani bir yerdeğiştirme meydana gelmektedir. Bu durumun sebebi olarak malzeme içerisindeki çatlaklar, dislokasyon ve noktasal kusurlar gösterilmektedir [41]. Bu pop-in yer değiştirme zamanı, dislokasyon hızına bağlı olarak 1/10 sn gibi çok kısa bir zaman diliminde gerçekleşmektedir [42]. Şekil 2.29.f' deki tipten yük yer değiştirme eğrisi genelde polimer malzemelerde gözlemlenmektedir. Çentici numune üzerinden kaldırıldıkça ilk uygulanan yük yönünde yer değiştirme devam etmektedir. Bunun sebebi ise çentici ve numune arasındaki sürtünmeden dolayı oluşan termal genişleme olarak gösterilebilir.

2.12 Sertlik Analiz Metotları

2.12.1 Oliver-Pharr Metodu

Oliver ve Pharr [29] 1992 yılında Sneddon' nun [43] yaptığı çalışmadan yararlanarak çentik testi esnasında elastik geri kazanım ve işlem sertleşmesini göz önüne alarak yeni bir model geliştirmiştir. Bu modele göre çentme esnasında gerçekleşen olay şekil 2.30' daki gibi kabul edilmektedir. Kontak alanı çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği, h_c , kullanılarak belirlenebilir.

$$A = F(h_c) \quad (2.12.1)$$



Şekil 2.30. Çentme sırasındaki olası davranışın şematik temsili [29]

Şekil 2.30' da ki h , yükleme boyunca herhangi bir andaki toplam yer değiştirme olarak alınır.

$$h_{\max} = h_c + h_s \quad (2.12.2)$$

$$h_c = h_{\max} - h_s \quad (2.12.3)$$

ve h_c şekil 2.30' da gösterildiği gibi kontak boyunca dikey mesafe ve h_s kontak çevresindeki yüzeyin yer değiştirmesidir. Maksimum yükte yük ve yer değiştirme sırasıyla P_{\max} ve h_{\max} ' dır. Kontak yarıçapı ise a dır. Boşalma eğrisi üzerinde numune elastik davranış gösterir ve çentici tam olarak çekildiği zaman yani elastik toparlanma tamamlandığı zaman kalan son derinlik h_f olarak kabul edilmektedir.

Sertliğin ve elastik modülün belirlenmesinde ihtiyaç duyulan deneysel parametreler şekil 2.31' de yük yer değiştirme eğrisi üzerinde gösterilmektedir. Buradaki üç anahtar parametre P_{\max} , h_{\max} ve S_{\max} dır. Burada kontak katılığının maksimum yükte hesaplandığı ve boşalma eğrisinin zannedilenin aksine lineer olmadığı

göz önüne alınmaktadır. Bu yaklaşıma göre S değeri boşalma eğrisinin eğiminden hesaplanabilir ve buradan da indirgenmiş elastik modülü elde edilebilir.

$$S = \frac{dp}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2.12.4)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{s}{\sqrt{A}} \quad (2.12.5)$$

olarak verilir. Burada E_r indirgenmiş modül, A kontak alanı ve S ölçülen kontak katılığıdır.

Sneddon'un kontak çözümü bir elastik kontak için, boşalma verilerinin pek çok geometri için bir kuvvet yasasına uyarlanabileceğini öngörmektedir:

$$P = \alpha h^m \quad (2.12.6)$$

Burada P çentici yükü, h çenticingin elastik yer değiştirmesi, α ve m ise sabitlerdir ve α değeri numunenin karakteristik özelliğine, m değeri ise çenticingin geometrisine bağlıdır. m değerleri tablo 1 de verilmektedir. Ayrıca bu metotta boşalma eğrisinin eşitlik 2.12.7 fonksiyonuna oranlı olacağı düşünülmektedir.

$$P = A(h-h_f)^m \quad (2.12.7)$$

Burada A, m ve h_f değerleri eşitlik 2.12.7 fonksiyonuna uygulanılarak belirlenmektedir.

Şimdi eşitlik 2.12.3 ye tekrar dönecek olursak denklemden verilen h_{max} değeri deneysel olarak bulunabilir. Öyleyse burada anahtar parametre kontak çevresinin yüzeyinin yer değiştirmesinin, h_s , yük - yerdeğiştirme eğrisinden nasıl bulunacağıdır.

Kontak çevresindeki yüzeyin sapsması çentici geometrisine bağlıdır [43]. Şimdi Sneddon'un konik biçimindeki çenticingin yüzey sapsması için ortaya koyduğu eşitlik:

$$h_s = \frac{(\pi-2)}{\pi} (h-h_f) \quad (2.12.8)$$

formundadır. Konik biçimindeki çentici için Sneddon' un p-h ilişkisi

$$(h-h_f) = 2\frac{P}{S} \quad (2.12.9)$$

şeklindedir. Burada S katlıktır. Eşitlik 2.12.9, eşitlik 2.12.8' de yerine koyulur ve ilgili kontak alanının maksimum yükte olduğu göze alınır ise.

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (2.12.10)$$

olur burada ϵ konik biçimindeki çentici için bir geometrik sabittir ve

$$\epsilon = \frac{2}{\pi} (\pi-2) \quad (2.12.11)$$

olarak bilinmektedir. Bu sabit değer farklı geometriler için tablo 1 de verilmiştir. Şimdi eşitlik 2.12.10' u 2.12.3 eşitliğinde yerine yazarsak

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (2.12.12)$$

olarak elde ederiz ve böylece kontak alanını hesaplamak için gerekli olan verileri deneysel yolla hesaplamış oluruz. Buradan görülür ki Oliver-Pharr yaklaşımında A kontak alanını deneysel verilerden hesapladıktan sonra sertlik değeri

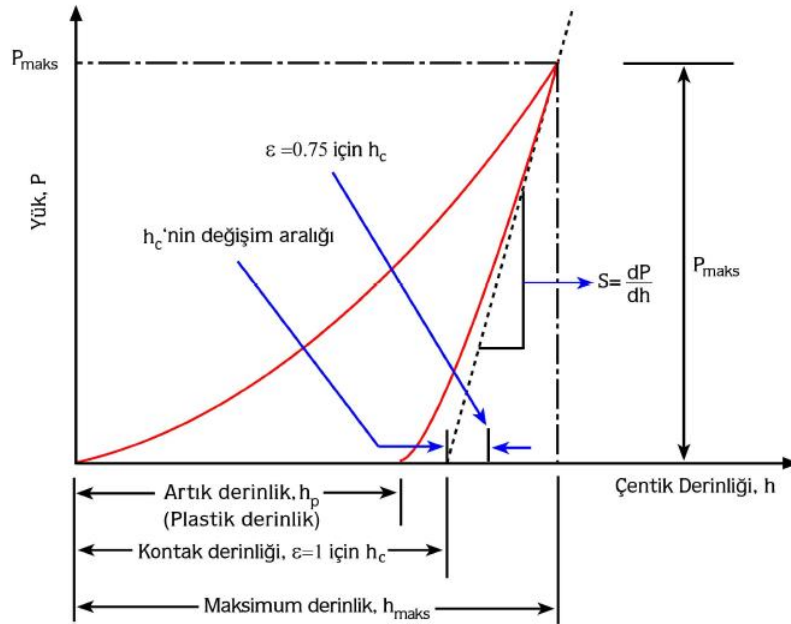
$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (2.12.13)$$

olarak elde edilir.

Tablo 1. Çentici geometrisine bağlı olarak ϵ ve m değerleri [29].

Çentici Tipi	ϵ	m
Silindirik	1.0000	1.0
Konik	0.7268	2.0
Küresel	0.7500	1.5
Parabolit	0.7500	1.5

Ancak, bu metodun en büyük eksikliği numune üzerindeki yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışlarını göz önünde bulundurmamasıdır ve buna bağlı olarak bu davranışların gözlemlendiği numunelerde h değeri olduğundan daha büyük bir değerde hesaplanmakta ve bu da sertlik değeri üzerinde sapmalara sebep olmaktadır.



Şekil 2.31. Yük- Yerdeğiştirme eğrisinin şematik temsili [29].

2.12.2 Enerji Yaklaşımı

Yumuşak malzemelerin çentik testi esnasında hem katı madde hem de filmler üzerinde yaygın olarak yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışları gözlemlenmektedir [36, 44]. Buna ilave olarak sert altlıkların varlığı yığılma (pile-up) davranışının artmasına neden olmaktadır [44, 45]. Nanoçentme testinde yük yerdeğiştirme eğrisinden sertliği ölçmek için kullanılan Oliver-Pharr metodunda, kontak alanının hesaplanmasında yığılma (pile-up) davranışı ihmal edilmektedir ve buna bağlı olarak sertlik olduğundan fazla hesaplanmaktadır [44, 46-48].

Yığılma (Pile-up) davranışının görüldüğü numunelerde daha doğru bir sertlik değeri ölçmek için enerji yaklaşımı kullanılır ve bu yaklaşım çentme boyunca yapılan işle belirlenmektedir. Burada enerji, yükleme ve boşalma eğrilerinin integrali ile hesaplanmaktadır. Yükleme eğrisinin altındaki alan çentme boyunca yapılan toplam iş W_t yi vermektedir. Elastik katkı ise boşalma eğrisinin altındaki alan ile verilmektedir. Böylece plastik iş bunlar arasındaki farka eşit olur ($W_p = W_t - W_e$), şekil 2.32

Sertliğin belirlenmesinde çentme işi ilk olarak Stillvell ve Tabor tarafından önerilmiştir [49]. Çentme metodundan elde edilen bu iş değeri geleneksel sertliklerle kıyaslanmaktadır. Bunlar uygulanan maksimum yükün çentme etkisinden dolayı oluşan kalıcı alana oranına ve çentici hacminin plastik işe bölünmesine eşit olmaktadır.

$$\frac{\text{Yük } P(N)}{\text{plastik alan } A_p(m^2)} = \frac{\text{Plastik iş } W_p}{\text{Plastik hacim } V_p} \quad (2.12.14)$$

Toplam plastik hacim V_p çentcinin ve yığılma (pile-up) davranışının hacmi olarak alınmaktadır. P-H eğrisinin altındaki alan ve böylece toplam iş W_t değeri yükleme (loading) eğrisinin 0 dan h' a kadar integralinin alınması ile bulunur.

$$W_t = \int_0^{h_{max}} p(h). dh \quad (2.12.15)$$

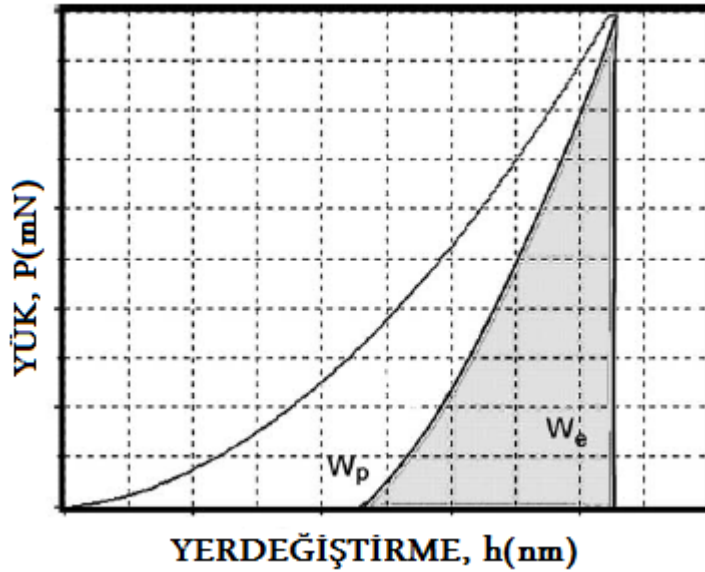
Genelde, bir elastik plastik materyalde çentme için yükleme oranı $p = c.h^2$ fonksiyonu ile tanımlanmaktadır. Burada c bir sabit, h ise sızma derinliğini temsil etmektedir. Böylece

$$W_t = \int_0^{h_{max}} ch^2 \cdot dh = \frac{Ch_{max}^3}{3} \quad (2.12.16)$$

olarak bulunur ve buradan

$$W_t = \frac{p_{max}h_{max}}{3} \quad (2.12.17)$$

olarak elde edilir.



Şekil 2.32. Çentme sırasında yük yer değiştirme eğrisinin şematik temsili [44].

Toplam iş W_t elastik ve plastik kısma ayrılabilir: $W_t = W_e + W_p$. ve h_f/h_{max} oranı w_p/w_t oranına eşittir [49]. Böylece

$$\frac{W_e}{W_t} = 1 - \frac{W_p}{W_t} = 1 - \frac{h_f}{h_{max}} \quad (2.12.18)$$

olur ve sertliđi ölçmek için yalnızca yük-yerdeđiştirme eğrisi kullanılır. Bu metot sertliđin yalnızca temel çentme işi ile hesaplanabileceđini bulan Tuck ve arkadaşları tarafından ileri sürülmüştür [50] ve H sertliđi aşıđıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanmaktadır:

$$H = \frac{KP_m^3}{9W_t^2} \quad (2.12.19)$$

Burada P_{max} maksimum yük ve K üç kenarlı piramit biçimindeki çentici için 0.0408 ' e eşit bir sabittir.

Alternatif olarak, yalnızca plastik deformasyona bađlı sertlik alınabilir. Öyleyse yapılan işin plastik iş olması gerekmektedir ve aşıđıdaki eşitlikle verilir:

$$H = \frac{KP_p^3}{9W_p^2} \quad (2.12.20)$$

Plastik derinlik ise aşıđıdaki eşitlikle hesaplanır.

$$h_p = \frac{3W_p}{P_m} \quad (2.12.21)$$

ile hesaplanmaktadır.

Bu yaklaşımın en önemli avantajı hesaplamalarda kontak derinliđinin belirlenmesine gerek duyulmamaktadır ve buna bađlı olarak E_r ve H deđerleri, çentme sırasında malzemede meydana gelen yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışlarından etkilenmemektedir [44]. Diđer yandan bu yaklaşımda elastikiyet katsayısının hesaplanması için aşıđıdaki eşitlik önerilmiştir.

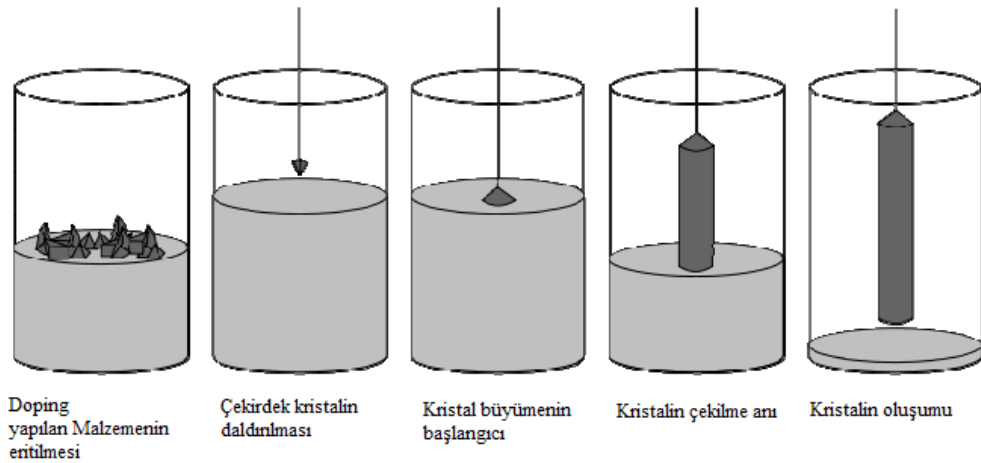
$$\frac{w_E}{w_T} = 5 \left(\frac{H}{E_r} \right) \quad (2.12.22)$$

2.13. TEK KRİSTAL SÜPERİLETKEN HAZIRLAMA METOTLARI

2.13.1 Czochralski Metodu (CZ)

Czochralski süreci yarıiletken, metal ve süperiletken tek kristal büyütmek için kullanılan bir kristal büyüme tekniğidir [51-53]. Bu süreçte istenilen malzeme yüksek saflıkta (% 99,999) hazırlandıktan sonra bir potaya (fuse edilmiş kuvarz, iridyum, itriyum oksit (Y_2O_3) vb.) konulmaktadır ve daha sonra bu pota genellikle inert atmosferle (argon) doldurulan vakumlu bölgeye yerleştirilmektedir.

Pota içinde bulunan malzeme eriyik haline gelinceye kadar ısıtılır. Malzemenin iyi bir şekilde eridiğinden emin olunduktan sonra dönen bir şafta tutturulan küçük bir çekirdek kristal eriyik içine yavaşça daldırılır. Bu esnada şaft saatin ters yönünde dönerken pota saat ile aynı yönde döner. Daha sonra dönen çubuk yavaşça yukarı doğru çekilir ve silindirik şekilde külçe tek kristal yapı elde edilir. Bu yöntemle 1 metre uzunluğunda 400 mm çapında tek kristal elde etmek mümkündür [54]. Bu süreçte dikkat edilmesi gereken en önemli parametre sıcaklık gradyantidir. Mükemmel dislokasyonsuz yapılar elde etmek istiyorsak bu parametreyi sıfıra indirgememiz gerekir.



Şekil 2.33. Czochralski sürecinin şematik temsili

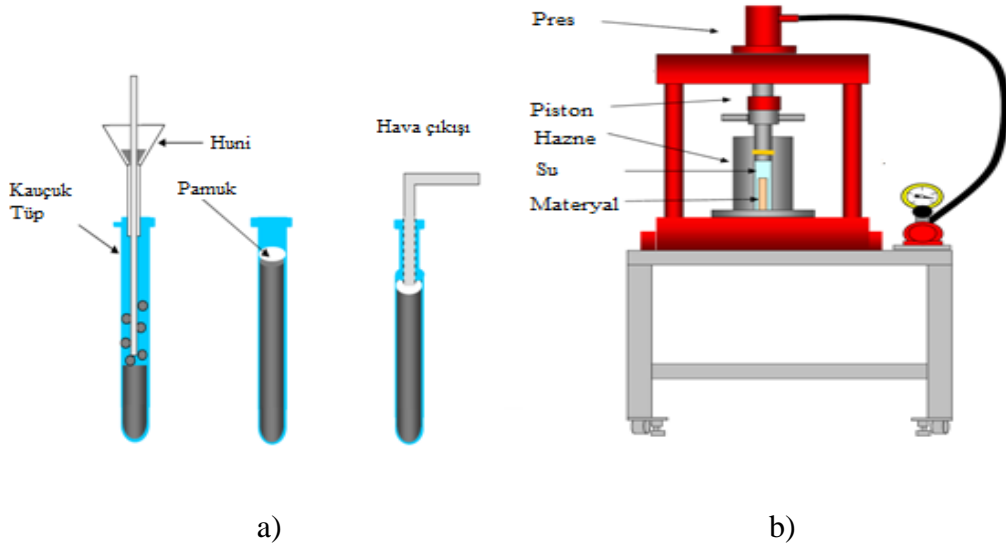
2.13.2 Optical Floating Zone Metodu (OFZ)

Optical Floating Zone metodu potadan (crucible) kaynaklanan kirliliği önlemek amacıyla ortaya atılmıştır ve bu yöntem genellikle dislokasyonsuz tek kristal elde etmek için kullanılmaktadır [55, 56]. Bu yöntemde birkaç adımda ele alınmalıdır [57];

Malzeme çubuğu: Bu çubuk başlangıç kompozisyonu kullanılarak özel şartlarda hazırlanır. Floating zone metodu ile kristal büyütmede eriyik bölge yüzey geriliminin de yardımıyla malzeme çubuğunun uç kısmında oluşur (Şekil 3.4). Bu yüzden bu çubuğun kalitesi çok önemlidir ve ayrıca homojen yarıçaplı ve düz bir yapıya sahip olmak zorundadır.

Çekirdek çubuğu: Bu çubuk kristalin etrafında büyütüldüğü ucunda tek kristal takılı olan çubuktur.

Başlangıç malzemesinin hazırlanması: başlangıç kompozisyonu hazırlanırken % 0.1 doğrulukta ağırlık ölçümüne ihtiyaç duyulmaktadır ve bu kompozisyon yaklaşık iki saat boyunca ısıtılarak (Wed method) karıştırılır. Daha sonra elde edilen karışım kurutulur ve uygun uzunlukta ve çapta kauçuk bir tüpe doldurulur (Şekil 2.34.a). Bu işlem tamamlandıktan sonra elde edilen tüp hidrostatik pres ile preslenmektedir (Şekil 2.34.b).



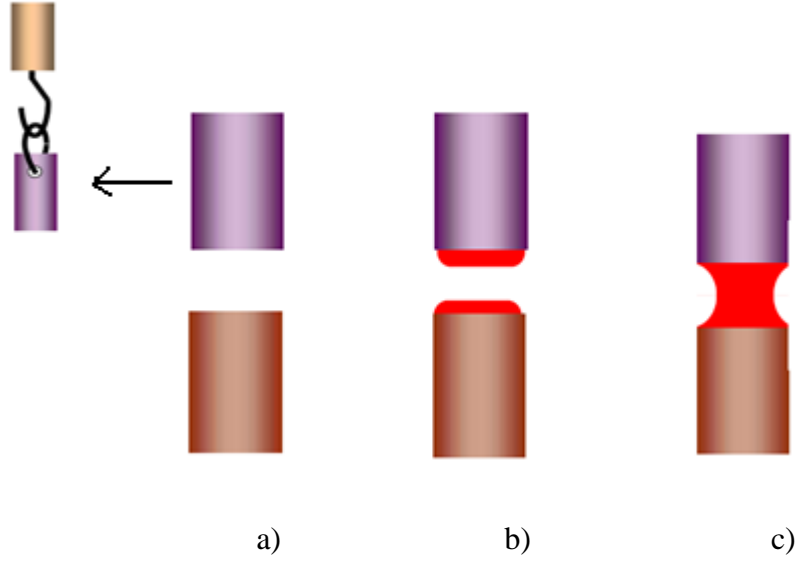
Şekil 2.34. a) Malzeme çubuğunun hazırlanışı b) Hidrostatik presleme tekniğinin şematik temsili [57]

Presleme işlemi tamamlandıktan sonra elde edilen çubuk kauçuk tüpten çıkarılır ve çubuğun uç kısmında yaklaşık 1mm çaplı bir delik açılır. Daha sonra bu delikten platin tel geçirilerek bir ilmek oluşturulur (Şekil 2.35). Bu ilmek bir çengel yardımı ile alümina seramik çubuğa tutturulur ve inert atmosferde sinterleme işlemine geçilir. Sinterleme boyunca düz ve homojen bir çubuk elde etmek için numune sürekli döndürülür ve ayrıca aynı sıcaklık gradyentini oluşturmak için ayarlanan bir periyotta yukarı aşağı hareket ettirilir.



Şekil 2.35. Malzeme çubuğunun şematik temsili [57]

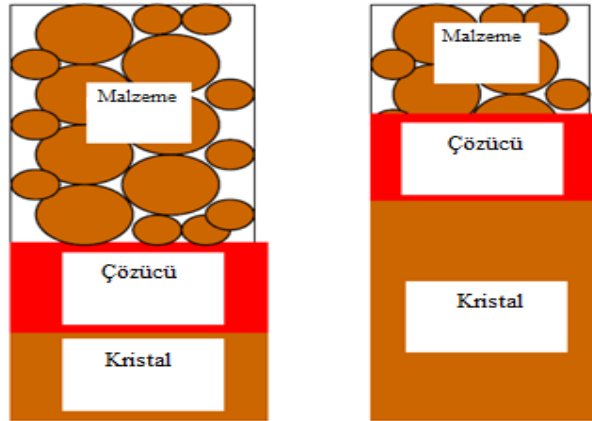
Hazırlanan malzeme çubuğu bir çengel yardımıyla numune tutucuya yerleştirilir (Şekil 2.36). Bu en güvenli yöntemdir eğer malzeme çubuğu üst tarafa doğrudan sabitlenseydi çubuğun büyümesi esnasında çekirdek çubuğa değecek ve kolaylıkla kırılabilecekti. Bütün bu durumlar sağlandıktan sonra çekirdek çubuk ve malzeme çubuğu aralarında yaklaşık 1mm kalacak şekilde yerleştirilmektedir (Şekil 2.36.a). Isıtma devam ettikçe malzeme çubuğu ve çekirdek çubuğun her iki ucu erimeye başlayacak (Şekil 2.36.b) ve bu esnada üstteki malzeme çubuğu çekirdek çubuğu ile temas edinceye kadar aşağı çekilmektedir. Bütün bunlara ilave olarak bu işlemler gerçekleşirken hem üst hem de alttaki şaft zıt yönlerde 30-50 devir/dakika hızında döndürülür ve böylelikle kararlı eriyik koşullarının oluşması sağlanır. Sonuç olarak bir süre sonra bu bölgede tek kristal büyümeye başlar.



Şekil 2.36. Optical Floating Zone Metodu ile tek kristal oluşumunun şematik temsili [57]

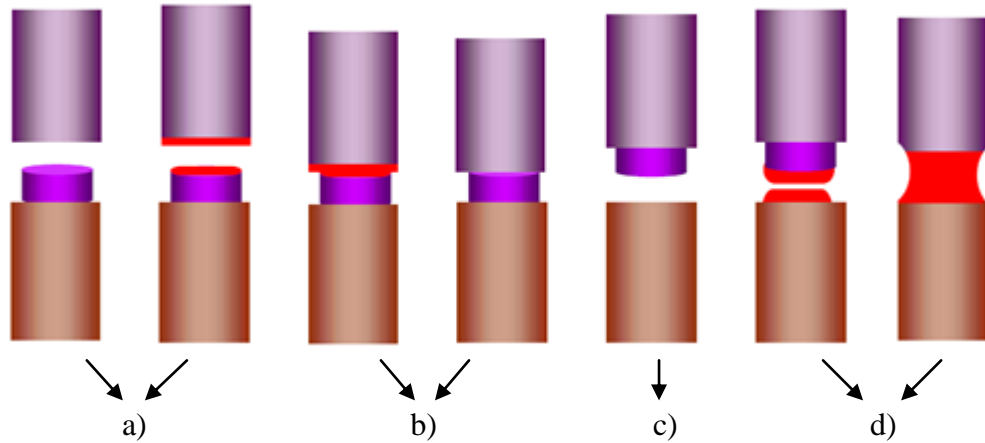
2.13.3 Travelling Solvent Floating Zone Metodu (TSFZ)

Bu yöntemde OFZ yönteminde olduğu gibi pota (crucible) kullanılmaz ve dolayısıyla OFZ metodu ile aynı avantajlara sahiptir. HT_c süperiletkenlerin tek kristallerinin büyütülmesinde yoğun olarak kullanılan bir yöntemdir [58, 59]. Genellikle istenmeyen eriyik (peritektik bileşen) oluştuğu zaman kullanılır. İstenmeyen bu bileşen bir gezgin çözücü (traveling solvent) aracılığı ile eritilebilir (Şekil 2.37).



Şekil 2.37. Travelling solvent floating zone metodunun şematik gösterimi [57]

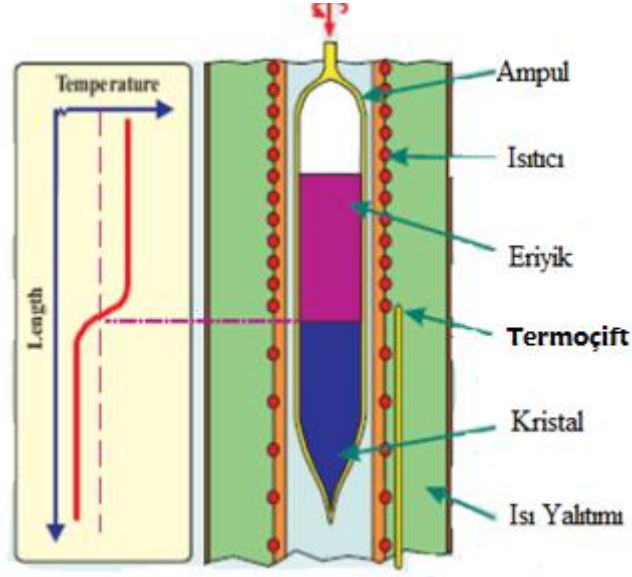
Bu işlem gerçekleştirilirken ilk olarak çözücü hazırlanır ve daha sonra çekirdek çubuğunun üzerine yerleştirilir (Şekil 2.38). Bütün bu işlemler gerçekleştiikten sonra malzeme çubuğunun tabanı ve çözücü tabletin ucu eritilerek (Şekil 2.38.a) döndürmeden birbirine temas etmesi sağlanır (Şekil 2.38.b). Üçüncü aşamada ise (Şekil 2.38.c) çekirdek çubuğu ve çözücü tablet karşılıklı olarak döndürülmektedir. Son aşamada (Şekil 2.39.d) kararlı ve homojen bir sıcaklık dağılımının sağlanmasına ihtiyaç duyulur ve bu koşul ancak 4 ayna görüntülü bir fırın aracılığı ile sağlanabilir ve sonuç olarak kristal bu bölgede büyümeye başlar.



Şekil 2.38. Çözücü tabletin adım adım kullanımı [57]

2.13.4 Bridgman Metodu (BM)

Tek kristal malzeme üretmek için yoğun şekilde kullanılan bir tekniktir. Bu yöntemde konik bir uca sahip silindir şeklindeki bir ampul için de bulunan polikristal malzeme erime noktasının yukarısına kadar ısıtılır. Aynı zamanda eriyiğin bulunduğu bölge homojenliği sağlamak amacıyla döndürülür. Daha sonra eriyik çekirdek, kristal yerleştirilen konik uca doğru yani daha soğuk bölgeye doğru kaydırılır (Şekil 2.39) ve bu esnada konik uçta tek kristal malzeme büyümeye başlar.



Şekil 2.39. Bridgman metodunun şematik temsili [60]

2.14 SÜPERİLETKEN WHİSKERLAR ÜZERİNE YAPILAN ÇALIŞMALAR

Bi-bazlı HT_c sistemlerde whisker oluşumunun keşfedilmesinden sonra bu tip kristaller üzerine önemli çalışmalar yapılmıştır. Özellikle bu malzemelerin tek kristal özellik göstermesi ve mikro/nano boyutta üretilebilmesi ilgiyi daha da artırmıştır.

Üretilen malzemelerin endüstriye ve/veya teknolojiye uyarlanabilmesi mükemmel kristal özellikler ve fiziksel/kimyasal özellikler göstermelerinin gerektirmektedir. Aynı zamanda, bu malzemeler titreşime dayanıklı esnek ve güzel mekanik özellikler sergileyen materyaller olmalıdır.

Bi-2212 whisker' ların yukarıdaki gereksinimleri fazlasıyla yerine getirmesi de gösterilen ilgide önemli ayrıntı olarak ortaya çıkmıştır. Son yıllarda Bi-2212 sisteminin doğal (intrinsic) Josephson etkisi göstermesi whisker' lar üzerine yapılan araştırmalara ivme kazandırmıştır. Bu nedenle Bi-2212 whisker' lar üzerine yapılan çalışmalara bir göz atmakta fayda vardır:

I.Matsubara ve arkadaşları oksijen gaz akış oranının Bi-2212 whisker büyümesi üzerine etkisini incelediler [61]. 80 saatlik ısı işlem süresince gaz akışı hızı 0 ile 2000

ml/dk arasında deęiştirildi. Artan akış hızı ile whisker uzunluęunun azaldığı gözlemlendi ve en uzun whisker 50 ml/dk'lık akış hızında 11.5 mm olarak elde edildi. Akış hızı 2000 ml/dk ya çıktığında ise whisker uzunluęunun 5.6 mm'ye düřtüęü ve belirli bir noktada doyuma ulařtıęı bulundu. Ancak bu deęerin (whisker'ların uzunluęu) 1000 ml/dk'lık akış oranı için, 150 ml/dk'lık oranın yaklaşık yarısı kadar olduęu bulunmuřtur. Dięer taraftan 860 °C'de 500 saat süresince 150 ml/dk'lık bir oksijen atmosferinde 14 mm uzunluęunda whisker üretilmiřtir. Bu whisker yaklaşık 1 mm olan eřit parçalara ayrıldı ve her bir örneęin T_c deęeri ayrı ayrı ölçölmüřtür. İlave olarak tabandan bařlayarak büyüme boyunca deęişim izlenmiř ve uç kısmın T_c deęerinin 3 K azaldığı gözlemlenmiřtir. Yapılan EDX analizlerinde ise uç kısım hariç whisker'ın kompozisyonunda bir homojenlik gözlemlenmiř ve uç kısımlarda Bi, Sr oranının azaldığı belirlenmiřtir. Ancak bu deęişim kısa whisker'lar için gözlemlenmemiřtir. Uç kısımdaki T_c deęerindeki azalmanın uç kısmın kompozisyonundaki deęişimden kaynaklandığı sonucuna varılmıřtır.

Y. Takono ve arkadaşları cam-seramik metodu ile hazırlanmış (Bi-3224) sisteminde whisker büyümesini incelemiřlerdir [62]. Whisker'ların Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift faza sahip olduęu ancak Bi-2223 fazının oranının %1'den az olduęu belirlenmiřtir. Elde edilen whisker'lar MgO altlık üzerinde çapraz bir řekilde üst üste konularak cross-whisker üretilmiřtir. I-V ölçömlerinde 20 mV'luk bir voltaj atlaması ve beraberinde histerisis gözlemlenmiřtir. J_c deęeri ise 1400 A/cm² olarak rapor edilmiřtir.

S. Kisheda ve arkadaşları yine cam-seramik metodu ile hazırlanmış BiSrCaCuAl_{0.75}O_x sisteminde üretilen whisker'ların süperiletken özelliklerini incelemiřlerdir [63]. 240 saat süresince 880 °C'de oksijen atmosferinde yapılan ısıl işlem sonucunda elde edilen whisker'ların Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift faza sahip olduęu görölmüřtür. Bi-2223 fazının T_c deęeri 108 K iken 2 K ve Bi-2212 için T_c 76 K civarında elde edilmiřtir. Sonuç olarak az miktarda da olsa bir Bi-2223 ara büyümesinin olduęu ve bu büyümenin elektrotlar arasında bir filament oluřturmadığı belirlenmiřtir. Ayrıca direnç ölçüm sonuçlarından ısıl işlem süresi arttıkça Bi-2223 fazının azaldığı rapor edilmiřtir.

T. Hatano ve arkadaşları $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_x$ sisteminde whisker büyümesini incelemişlerdir [64]. Üretilen cam malzemeler 830-860 °C' ler arasında 1-5 saat ısıtılma tabii tutulmuştur. Oluşan whisker' ların büyüme yönünün c-ekseni boyunca olduğu belirlenmiştir. R-T analizlerinde whisker' lar için Bi-2223 fazının % 1 den daha az olduğu belirtilmiştir. Diğer taraftan 0.2 ile 1 bar oksijen basıncı altında gerçekleştirilen büyütmelemlerde 0.7 barlık basıncın Bi-2212 whisker büyümesinde en uygun ortam olduğu gözlenmiş ve hava sızdırmayan ortamda büyütülen whiskerlerin oldukça düz ve homojen olduğu bulunmuştur. Bu durumun aksine gaz atmosferinde büyüyen whisker' ların daha kalın ve düzensiz şekillere sahip olduğu bulunmuş ve whisker yoğunluğunun gaz akışı altında daha fazla olduğu rapor edilmiştir.

H. Uemoto ve arkadaşları $\text{BiSrCaCu}_2\text{Al}_{0.75}\text{O}_x$ sisteminde whisker' ların oluşumunu incelemişlerdir [65] . Cam malzemeler 0-180 ml/dk arasında bir oksijen gaz akışı ile 875 °C de 24 saat den 120 saate kadar ısıtılma maruz bırakılmıştır. Oksijensiz ortamda whisker büyümesi meydana gelmez iken artan oksijen hızıyla büyüme hızının da arttığı ve optimum büyümenin 80 ml/dk' lık akış hızında olduğu bulunmuştur. Diğer taraftan oksijen akış hızını 120 ml/dk' da sıcaklığı ise sabit 875 °C' de tutarak ısıtılma zamanı değiştirilmiş ve 0 dan 40 saate kadar sürenin değiştirilmesi ile üretilen whisker' ların elektriksel özellikleri incelenmiştir, Tablo 2. T_c değeri, 120 ml/dk' lık oksijen akışında 84 K olarak belirlenmiştir. Sonuç olarak T_c değerinin O_2 ye bağlı olduğu rapor edilmiştir.

Tablo 2. H. Uemoto ve arkadaşlarının elde ettiği optimum whisker büyüme şartları [65]

O_2 Gaz Akışı (ml/dk)	Büyüme Oranı (mm/saat)	T_c (K)
40	0,06	-
80	0.10	74.5
120	0.11	84
180	0.09	70

K. Inomato ve arkadaşları katı hal reaksiyon yöntemi ile Te dope edilmiş Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde whisker' lar elde etmişlerdir [66]. Yapılan R-T analizinde çift faz gözlenmiştir. Oksijensiz ortamda taşıyıcı yoğunluğunun azaldığı belirlenmiştir. Hazırlanan Josephson eklemelerinde R_N eklem direnci arttıkça J_c ' nin azaldığı bulunmuştur. Ayrıca c-eksenindeki artışın J_c değerinin azalmasına sebep olduğu belirlenmiştir. Bu artışın aynı zamanda R_N eklem direncini artıracak ve R_N değerindeki artış lineer iken, J_c değerindeki azalışın eksponansiyel olduğu rapor edilmiştir.

M. Tange ve arkadaşları $Bi_{2.2}Sr_{1.8}CaCu_2O_x$ başlangıç kompozisyonu ile traveling solvent-floating zone metodunu kullanarak whisker' lar üretmişlerdir [67]. Elde edilen whisker' ların R-T ölçümlerinde Bi-2212 fazına ait tek geçiş gözlenmiştir. Farklı büyüklükteki iki whisker üzerinden alınan ölçümlerde $T_{c(0)}$ sırasıyla 80 ve 85 K olarak rapor edilmiştir.

M. Mizutani ve arkadaşları (Al_2O_3 -seeded glassy quenched platelet) ASGQP metodu kullanılarak $BiSrCaCu_2Al_{0.75}O_x$ sisteminde whisker' lar elde etmiştir [68]. Üretilen whisker' larda oksijen akışının büyüme hızını ve T_c değerini etkilemediği fakat J_c değerini etkilediği belirlenmiştir. J_c değeri 44 K sıcaklıkta 0 T' da 2×10^5 A/cm² olarak hesaplanmıştır.

N. Hoshi ve arkadaşları Al ve Ag katkılarının whisker oluşumu üzerindeki etkilerini araştırmak amacı ile $Bi_1Sr_1Ca_1Cu_2Al_xO_8$ ve $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3Ag_xO_8$ kompozisyonlarını hazırlamışlardır [69]. Whisker' lar katı hal reaksiyon yöntemi ile büyütülmüştür. Elde edilen whisker' ların SEM analizlerinde Al katkılı materyal üzerinde üretilen whisker' ların uzunluğunun 1cm civarında olduğu gözlenirken Ag katkılı bileşikte bu değer yaklaşık 700 μ m olarak belirlenmiştir. Ayrıca yapılan EDX analizlerinde ana matrix de Al ve Ag elementleri gözlenirken whisker' lar üzerinde bu elementlere rastlanmamıştır. Al katkılı bileşikten elde edilen whisker' ların T_c değeri 80 K' in altında olduğu rapor edilmiştir. Bununla birlikte, Ag katkılı sistemde whisker boyutları direnç ölçümü alınmayacak kadar küçük olduğundan bu sistemde herhangi bir T_c değeri elde edilmemiştir.

H. Uemoto ve arkadaşları ASGQP metodu ile hazırlanmış $BiSrCaCu_2Al_{0.75}O_x$ sisteminde whisker büyümesini ve süperiletken özelliklerini incelemişlerdir [70]. SEM analizlerinden elde edilen whiskerların Al_2O_3 serpilmeden elde edilen whiskerlar' dan

çok daha büyük olduğu bulunmuştur. Whisker' ların (Al_2O_3) çekirdeklenme merkezleri üzerinden büyüdüğü gözlenmiştir. Whisker' ların R-T ölçümlerinde Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift faza sahip olduğu ve T_c değerlerinin sırasıyla 78 ve 110 K olduğu rapor edilmiştir.

S. Kishida ve arkadaşları ASGQP metodu ile hazırlanmış $BiSrCaCu_2Al_{0.75}O_x$ başlangıç kompozisyonunu kullanılarak whisker' lar üretmişlerdir [71]. Büyüme oranının oksijen gaz akışına bağlı olduğunu gözlenmiştir. R-T analizlerinde whisker' ların Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift faza sahip olduğu ve T_c değerlerinin sırasıyla 78 ve 109 K olduğu belirlenmiştir. 0-20 ml/dk arasındaki oksijen akışında T_c değerlerinin oksijen akışından bağımsız olduğu ancak hava atmosferinde büyüyen whisker' ların T_c değerlerinin 58 K olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak T_c değerinin oksijenin kısmi basıncından etkilendiği rapor edilmiştir.

M. Tange ve arkadaşları katı-hal reaksiyon metodu ile hazırlanmış $Bi_{2.2}Sr_{1.8}CaCu_2O_x$ sisteminde whisker' lar büyümüşlerdir [72]. Elde edilen whisker' ların $T_{c(0)}$ değeri 81.5 K olarak bulunmuş ve Bi-2212 fazına ait tek fazlı bir süperiletken geçiş gözlenmiştir. Elde edilen whisker' ların bulk (hacimsel) bir tek kristal kadar nitelikli olduğu rapor edilmiştir.

M. Tange ve arkadaşları $Bi_{2+x}Sr_{2-x}CaCu_2O_y$ ($x = 0, 0.05, 0.1$) sisteminden alan kontrol metodu ile whisker' lar üretmişlerdir [73]. Bu metodun amacının kontrol edilen alan üzerinde CuO ve Bi_2O_3 buharlaştırılarak o bölgenin kısmi erime sıcaklığını düşürmek olduğu açıklanmıştır. Whisker' ların bu alanlarda yoğun olarak büyüdüğü gözlenmiştir. $x = 0.05$ sisteminde elde edilen whisker' lar önce yarıiletken davranış göstermiş fakat daha sonra katılama oranı $x = 0.1$ olduğunda süperiletken davranış elde edilmiştir. Whisker' ların T_c değeri 85.5 K olarak bulunmuştur. Alan kontrolsüz üretim için ise T_c ' nin 88 K olduğu görülmüştür.

M. Okabe ve arkadaşları cam seramik yöntemi ile üretilmiş $BiSrCaCu_2O_x$ sisteminden whisker' lar elde etmişlerdir [74]. Ani soğutma esnasında çekirdeklenme merkezleri oluşturması amacıyla levha üzerine Al_2O_3 tozları serpiştirilmiştir. Elde edilen cam tabakalar 100 ml/dk oksijen atmosferinde 850 °C' den 880 °C' ye kadar 24 saat den 144 saate kadar ısı işleme tabi tutulmuştur. Whisker' ların büyüme oranının 50 saatlik bir süreçte doyuma ulaştığı belirtilmiştir. Ayrıca serpiştirilen Al_2O_3 toz

yoğunluğunun kısmen de olsa whisker uzunluğunu etkilediği görülmüştür. Al_2O_3 oranı % 74 değerinin üstünde olduğunda whisker' ların uzunluklarının doyuma ulaştığı bulunmuştur. Diğer yandan % 64 lük bir yoğunlukta daha kısa whisker büyümesinin olduğu görülmüştür. Optimum whisker büyütme sıcaklığının 870-875 °C olduğu belirlenmiştir. Whisker' ların Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift fazlı geçiş gösterdiği bulunmuştur. T_c değeri 85 K ve J_c , 44 K de 0 T manyetik alan altında 2×10^5 A/cm² olarak rapor edilmiştir.

S.-Y. Oh ve arkadaşları katı-hal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmış $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_{2.5}Te_{0.5}O_x$ sisteminde whisker büyümesini incelemişlerdir [75]. XRD analizleri 300 ml/dk lık oksijen akış hızı altında üretilen whisker' ların 150 ml/dk lık hızda üretilene göre daha iyi bir kristalleşme sergilediğini ortaya koymuştur. Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere sırasıyla 75 K ve 106 K' de çift fazlı süperiletken geçiş gözlenmiştir. Ancak XRD analizlerinde Bi-2223 fazına rastlanmamıştır. Bu sonuçlar Bi-2223 fazının yapı içerisinde çok az miktarda olduğunu bir göstergesi olarak belirtilmiştir. Ayrıca bu durumun yapı içerisinde küçük bir dislokasyon olarak düşünülebileceği de belirtilmiştir. Üst üste çapraz koyularak hazırlanan çapraz eklem (cross junction) üzerinde alınan I-V ölçümlerinde her bir voltaj aralığı (gap) değeri 20 mV olarak elde edilmiştir. Bu düzenli aralıkların akım yolunun c eksenine paralel olduğu anlamına geleceği belirtilmiştir. Sonuç olarak çoklu dallanmış I-V verilerinin doğal Josephson eklemine varlığını ortaya koyduğu rapor edilmiştir.

K. I. Takahasahi ve arkadaşları cam-seramik metodu ile Bi-2212 whisker' lar üretmişlerdir [76]. R-T ölçümlerinde Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere sırasıyla 80 K ve 105 K' de çift fazlı süperiletken geçiş gözlenmiştir. A numunesi 105 K deki geçişin daha geniş olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum A numunesindeki Bi-2223 fazının daha fazla olduğu anlamına geldiğini göstermektedir. Bununla birlikte, manyetizasyon ve XRD analizlerinde Bi-2223 fazı belirlenmemiştir. Üretilen iki whisker' ın J_c değeri $10^0 - 10^1$ değerinden çok küçük olsa da A whisker' ının J_c değerinin B whisker' ına göre daha yüksek bir J_c değeri gösterdiği rapor edilmiştir.

S. Altın ve arkadaşları Bi-2212 whisker' larının pinning özelliklerini incelemişlerdir [77]. XRD analizleri whisker' ların c-ekseni boyunca büyüdüğünü ortaya koymuştur. Maksimum pinning kuvveti değeri 10 K' de ve 5 T' lik manyetik

alan altında $3.83 \times 10^{11} \text{ N/m}^3$ olarak bulunmuştur. Ancak, pinning kuvvetinin manyetik alanın değişmesi ile değiştiği belirlenmiştir.

P. Batica ve arkadaşları $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_x$ sisteminde S_1 ve S_2 sembolleri ile kodlandıkları cam tabakalardan whisker büyümesini ve süperiletken özelliklerini incelemiştir [78]. S_1 numunesi 25 dk'lık bir zaman diliminde yüksek sıcaklıkta bekletilmiştir. Bunun sebebinin ise S_2 numunesinden daha az alüminyum (Al) safsızlığı içermesinin istenmesi olduğu belirtilmiştir. Yapılan analizlerde alüminyumun anahtar parametre olduğu ve yüksek alüminyum yoğunluğuna sahip S_2 numunesi üzerinde oluşan whisker'lerin daima daha kısa olduğu bulunmuştur. S_1 ve S_2 cam tabakalarından elde edilen whisker'lerin XRD analizleri, Bi-2212 fazının tek faz olarak oluştuğunu ortaya koymuştur. Diğer taraftan termal gradyentin etkisini araştırmak için yapılan çalışmalarda whisker'lerin hem pozitif hem de negatif gradyent yönünde büyüdüğünü göstermiştir. Daha büyük whisker'lerin termal gradyentin whisker'lerin ucuna doğru olduğu zaman oluştuğu gösterilmiştir. Sonuç olarak termal gradyentin bir anahtar parametre olduğu ancak tek başına uzun whisker'ler oluşması için yeterli olmadığı, büyüme boyunca peletin kütle kazancı kaybı, reaksiyonun gerçekleştiği yerin hacmi, malzemenin miktarı, cam peletlerin pozisyonu, gaz akışı, ısıtma ve soğutma hızı gibi diğer dış parametrelerin göz önüne alınması gerektiği belirtilmiştir. R-T ölçümleri ise whisker'lerin 110 K'de Bi-2223 ve 80 K'de Bi-2212 olmak üzere çift faza sahip olduğunu ortaya koymuştur.

S. Altin ve arkadaşları cam-seramik metodu ile Bi-2212 süperiletken whisker'ler üretmişlerdir [79]. XRD ve SEM analizlerinde whisker'lerin büyüme yönünün c-ekseni olduğu olduğu belirlenmiştir. ab-düzleminde alınan direnç ölçümlerinde T_c değerinin 94.8 K olduğu belirlenmiştir. C-ekseni boyunca R-T ise oda sıcaklığından T_c ye kadar bir yarı iletken davranış olduğunu ortaya koymuştur. T_c 'nin 92.3 K olduğu bulunmuştur. $S(T)$ ' değeri pozitif olarak elde edilmiş ve bu durum baskın yük taşıyıcılarının holler olduğunu göstermiştir.

3. MATARYEL VE YÖNTEM

3.1 Numunelerin Hazırlanması

Başlangıç kompozisyonu $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ olacak şekilde yüksek saflıkta (%99.99) Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 ve CuO tozları uygun oranlarda tartıldı ve bir agad havanında 2-3 saat boyunca iyice karıştırıldı. Daha sonra karışım bir α -aluminyum oksit (Al_2O_3) potada yüksek sıcaklık eritme fırınında 1150°C de 3 saat içinde eritildi. Eriyik soğuk bir bakır plaka üzerine döküldü ve bir diğer soğuk bakır plaka ile hızlı bir şekilde bastırıldı. Böylece siyah, parlak ve yaklaşık 1.5 mm kalınlığında cam tabakalar elde edildi. Elde edilen cam plakalar DTA analizleri göz önünde bulundurularak bir α - Al_2O_3 içinde 840°C de 120 saat ısıl işleme tabi tutuldu. Ana matris üzerinde yaklaşık olarak $20\ \mu\text{m}$ genişliğinde ve 0.8 cm uzunluğunda whisker' lar oluştuğu görüldü.

3.2 Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

DTA analizi bir numune ile bir referans numunenin ideal koşullar altında ısıtılması ve soğutulması sırasında numune ile referans numune arasındaki sıcaklık farkının kaydedilmesiyle elde edilir. Referans numune ile bağlantılı olarak numunenin soğurduğu ve dışarıya verdiği ısısal değişimler tespit edilir. Elde edilen bu sıcaklık farkı zamana veya sıcaklığa karşı grafiğe aktarılır. Bu analiz neticesinde elde edilen sonuçlar ile amorf bir malzemenin kristalleşme esnasındaki faz geçiş sıcaklıkları belirlenebilir. DTA ölçümleri dört farklı ısıtma hızında (5, 10, 20 ve $30^\circ\text{C}/\text{dk}$) oda sıcaklığı ile 1000°C arasında ve oksijen ortamında izotermal olmayan kinetik teoriye dayalı olarak gerçekleştirildi. DTA ölçümleri için Pyris Diamod DTA sistemi kullanıldı. Ölçümler süresince 25 mgr toz örnekler kullanıldı.

Kristalleşme için aktivasyon enerjisi Kissinger metodu kullanılarak,

$$\frac{d\ln(\alpha/T_x^2)}{d(1/T_x)} = -\frac{E_a}{R} \quad (3.2.1)$$

eşitliği ile hesaplandı [80]. Burada α ısıtma oranı, T_x ilk kristalleşme sıcaklığı, E_a ilk kristalleşme aktivasyon enerjisi ve R ideal gaz sabitidir.

3.3 Termogravimetrik Analiz (TGA)

Bir malzemedeki buharlaşma, ayrışma, oksidasyon gibi süreçlerden kaynaklanan kütle kaybını veya kazancını sıcaklığın fonksiyonu olarak kaydeden analitik bir tekniktir. Analiz esnasında test numunesi bir alüminyum oksit kap içerisine yerleştirilmektedir. Sistem dengeye getirildikten sonra daha önceden belirlenen termal koşullara göre ısıtılmaktadır ve ısınmanın başlamasıyla beraber meydana gelen ağırlık değişim sinyalleri bilgisayara gönderilir. Sonuç olarak sıcaklık-kütle değişim grafiği çizilmektedir. TG ölçümleri oksijen atmosferinde 10 °C/dk ısıtma hızında 30 ile 1000 °C arasında gerçekleştirildi örnekteki kütle kazancı sıcaklığın fonksiyonu olarak kayıt edildi.

3.4 X-Işını Kırınımı (XRD)

Gerek üretilen cam (amorf) malzemenin gerekse whisker' ların yapısal analizleri XRD ile gerçekleştirildi. Analiz için Rigaku RadB x-ışını kırınım ($\lambda = 1.5405\text{Å}$ dalga boyunda CuK_α ışınımı) sistemi kullanıldı. Ölçümler $2\theta = 3^\circ$ ile 70° arasında $3^\circ/\text{dk}$ tarama hızında alındı.

3.5 Elektriksel Direnç Ölçümleri (R-T)

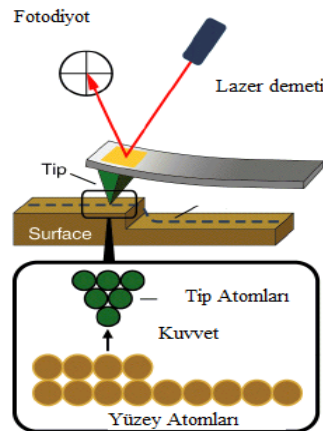
Numunenin sıcaklıkla direncinin değişimi (R-T) bilgisayar kontrollü kapalı devre helyum soğutmalı AC Bridge sistemi adapte edilmiş Leybold LT 10 cryostat sistemi kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler sırasında $10\mu\text{A}$ ve 17.77 Hz frekans kullanılmıştır. Ölçümler 20-290 K arasında alınmıştır ve ölçüm esnasında numune üzerine kontaklar dört nokta kontak yöntemi kullanılarak gümüş boya ile yapılmıştır. Ayrıca hata oranını en aza indirebilmek için kontak noktalarının aynı doğru üzerinde olmasına ve noktalar arası mesafenin olabildiğince yakın olmasına dikkat edilmiştir.

3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-ışını (EDX) Analizi

Üretilen whisker' ların yüzey morfolojisi ve elementel analizleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı x-ışını (EDX) spektrometresi kullanılarak incelendi. SEM mikrografları 20 kV da çalışan RÖNTEC enerji ayırıştırıcı X-ışını spektroskop (EDX) ' a sahip olan LEO EVO-40XVP model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak alındı. Kompozisyonel (elementel) analizler Bruker 125 eV detektöre sahip Quantax marka EDX ile gerçekleştirildi.

3.7 Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi

Bu metot numune yüzeyi hakkında üç boyutlu görüntü elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Bu metotta bir uç (tip) numune yüzeyi ile temas halinde olacak şekilde konumlandırılmakta ve bu tip yardımıyla numune yüzeyi sistematik olarak taranmaktadır. Tarama esnasında uç, yüzey üzerinde bir değişime rastlarsa ideal konumundan sapmakta ve şekil 3.1 de görüldüğü gibi ucun arkasına odaklanan bir lazer demeti bu yükselti farkını fotodiyota (üzerine düşen ışığın şiddeti ile iletkenliği değişen bir yarıiletken devre elemanı) göndermektedir. Elde edilen veriler bir software yardımıyla yüzey görüntüsü olarak çizdirilmektedir. Ölçümler esnasında AFM analizleri Q-SCOPE Series SPM-AFM, Ambios Technology sistem tarafından yapıldı.



Şekil 3.1. Atomik Kuvvet Mikroskobunun (AFM) temsili çalışma prensibi [81]

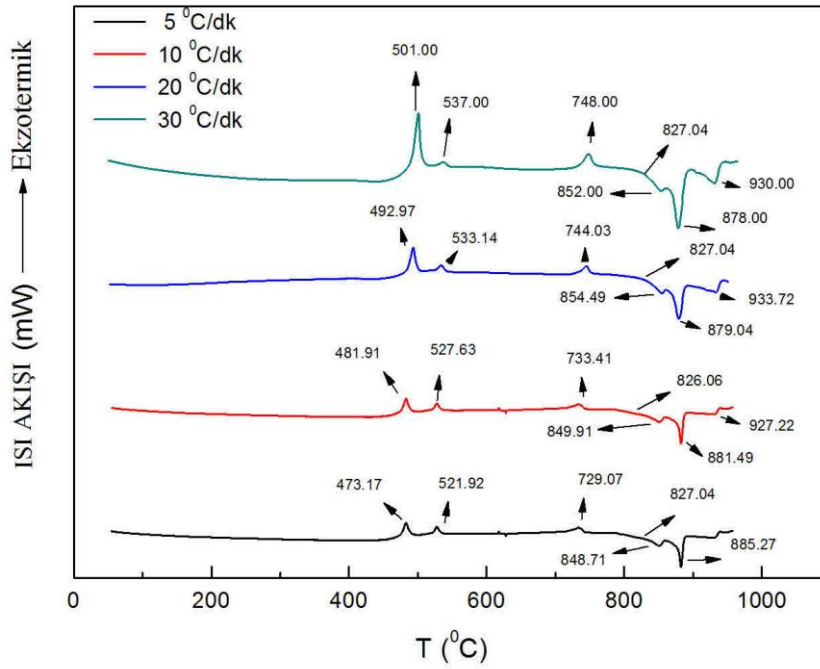
3.8 Nano-çentme Cihazı (Nanoindenter)

Bir nano çentici ile ince film gibi çok küçük boyutlardaki malzemelerin mekaniksel özellikleri ölçülebilmektedir. Çentme boyunca uygulanan yük ile beraber çentici ucundaki yerdeğiştirme, bir kapasitif sensör yardımı ile algılanarak software aracılığıyla sayısal veriye dönüştürülür (P-H eğrisi). Bu cihazda 0,1 mN dan 200 mN' a kadar yük uygulanabilmektedir. Ölçümler esnasında mekaniksel özellikler Berkovich çenticiye sahip Nanoindenter NH-2,(CETR Laboratory) ölçüm sistemi tarafından belirlendi.

4. TARTIŞMA ve BULGULAR

4.1 DTA Sonuçları

Şekil 4.1 de cam formatında hazırlanmış Bi-3223 sistemine ait DTA desenleri gösterilmektedir. Elde edilen DTA verileri ise tablo 3 de görülmektedir.



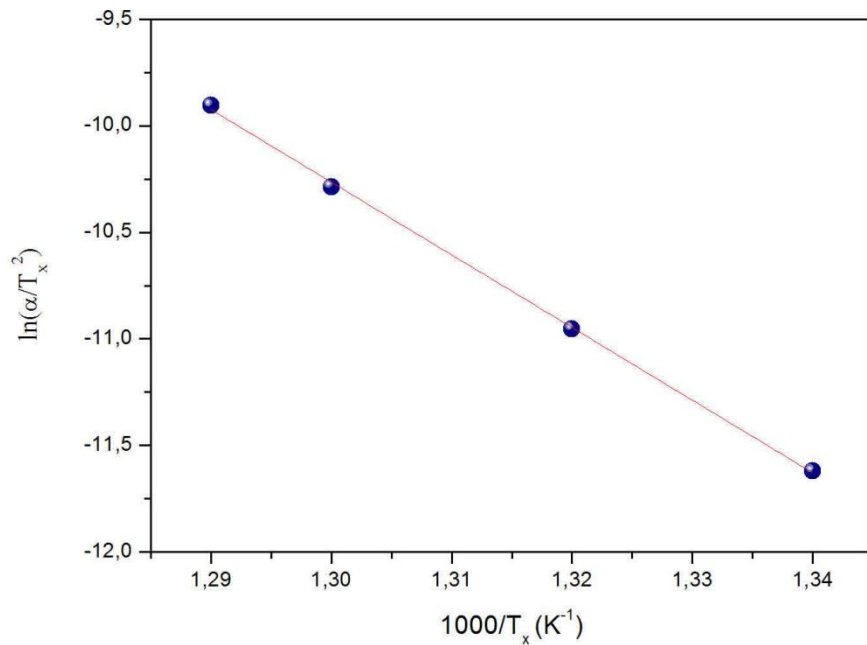
Şekil 4.1. Bi₃Sr₂Ca₂Cu₃O_x kompozisyonuna ait farklı ısıtma hızlarındaki (5, 10, 20,30 °C/dk) DTA grafiği

Cam örnekte ilk kristalleşme sıcaklığı, Tx₁, ısıtma hızına bağlı olarak 473 ile 501 °C arasında elde edilmiştir. Bu sıcaklık çekirdeklenmenin üzerinde oluşan ilk kristalleşmenin başladığı sıcaklığa denk gelmektedir. Sistemde düşük sıcaklık safsızlık fazlarının ısıtma hızına bağlı olarak 522 ile 537 °C arasındaki sıcaklıklarda, Tx₂, oluştuğu belirlenmiştir. Sistemde 729 ile 748 °C arasında üçüncü bir ekzotermik aktivite elde edilmiştir. Bu sıcaklık bölgesi Bi-2212 fazının oluşmaya başladığı sıcaklık bölgesine karşılık gelmektedir.

Örneklere iki tane endotermik aktivite elde edilmiştir. Birincisi 849 ile 854 °C ler arasında, T_{pm} , ve ikincisi ise 878 ile 885 °C arasındadır, T_m . Birinci endotermik aktivite örneklerin kısmi erimesine karşılık gelirken ikinci endotermik aktivite tamamen decompose olduğu sıcaklık bölgesine karşılık gelmektedir.

Genel olarak T_{x1} sıcaklığı ısıtma hızının artması ile yüksek sıcaklık bölgesine kaymıştır. T_{x1} deki artış materyaldeki çekirdeklenme oranı ile ilişkilidir. Isıtma hızı yüksek olduğunda materyal çekirdeklenme için gerekli sıcaklık bölgesinde olması gerektiğinden daha kısa kalır. Bu durumda yeterince çekirdeklenme ve dolayısıyla kristal oluşamaz. Bununla birlikte ısıtma hızı düşük olduğunda materyal çekirdeklenme için gerekli sıcaklık bölgesinde çok uzun süre kalacağından bu durum yapıda istenmeyen safsızlık fazlarının oluşmasına götürür [80].

Kissinger metodu ile hesaplanan $\ln(\alpha/T_x^2)$ ye karşı $1000/T_x$ grafiği şekil 4.2 de verilmiştir. Eşitlik 3.2.1 kullanılarak yapılan hesaplamalarda kristalleşme için aktivasyon enerjisi 283.57 kJ/mol olarak bulunmuştur.



Şekil 4.2. Bi-3223 kompozisyonu için Kissinger metoduna göre $\ln(\alpha/T_x^2)$ ' nin $1000/T_x$ 'e karşı grafiği

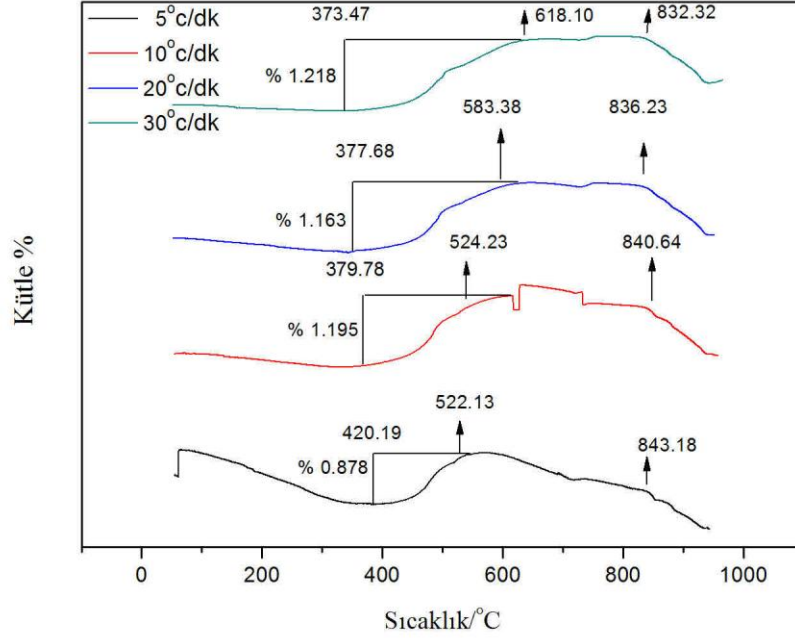
Elde edilen bu aktivasyon enerjisi deęerinin literatürde hesaplanan Bi-3223' e ($E_a = 340$ kJ/mol) göre [79] daha düşük olduęu belirlenmiştir. Bu durum numunenin kristalleşmeye karşı daha az kararlı olduęunu gösterir.

Tablo 3. Hazırlanan numunenin DTA verileri

Isıtma hızı α , (°C/dk)	T_{x_1} (°C)	T_{x_2} (°C)	T_{x_3} (°C)	T_{pm} (°C)	T_m (°C)
5	473.17	521.92	729.07	848.71	885.27
10	481.91	527.63	733.41	849.91	881.49
20	492.97	533.14	744.03	854.49	879.04
30	501.00	537.00	748.00	852.00	878.00

4.2 TG Analiz Sonuçları

Şekil 4.3 Bi-3223 sisteminin TG desenlerini göstermektedir. Farklı ısıtma hızlarındaki TG desenleri hemen hemen aynı türden davranış sergilemiştir. Isıtma hızına baęlı olarak kütle artışı 373 ile 420 °C arasında başlamış ve 522 ile 619 °C arasında sona ermiştir. Kütle artışı örneklerdeki oksidasyonun bir sonucudur. Sistemde 832 ile 843 °C arasında ise kütle kaybı olduęu belirlenmiştir. Kütle kaybının 820 °C den sonra başlayan erimeden kaynaklanan (bakınız DTA sonuçları) buharlaşmanın sonucu olduęu belirlenmiştir [82].

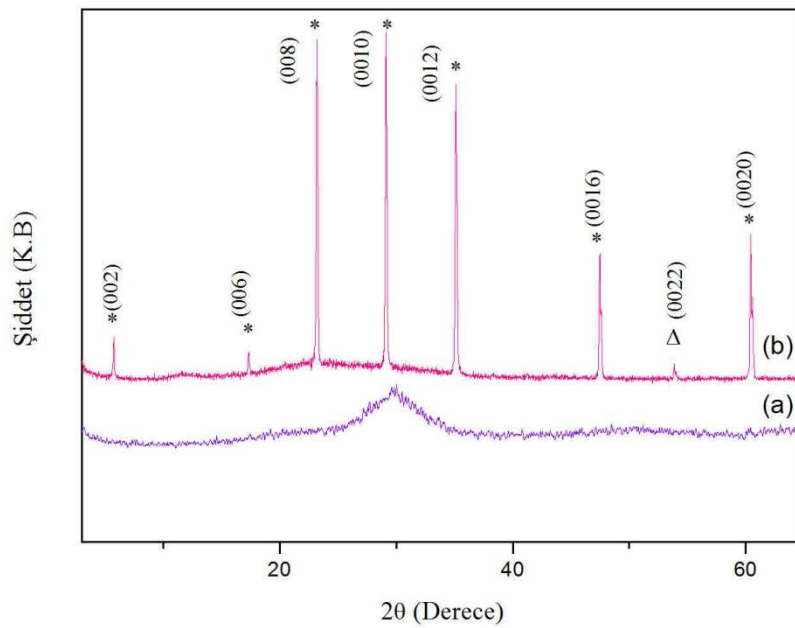


Şekil 4.3. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ kompozisyonuna ait farklı ısıtma hızlarındaki (5, 10, 20,30 °C/dk) TG grafikleri

4.3 XRD Analiz Sonuçları

$\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonuna sahip cam tabakalar (Şekil 4.4.a bu tabakalara ait XRD analizini göstermek üzere) üzerinde 847 °C de 120 saat boyunca ısıtılma maruz bırakılarak elde edilen whisker'ların XRD desenleri şekil 4.4.b de görülmektedir. Analiz esnasında tek bir whisker kullanıldı ve bu whisker saçılma yönüne paralel yönde konulduğu için sadece (00l) düzlemleri gözlemlenmiştir. Whisker'ların hiçbir safsızlık olmaksızın Bi-2212 fazından oluştuğu belirlenmiştir. Ancak, 2θ ~ 55° civarında gözlenen pik yapıda Bi-2223 fazının da oluştuğunu ortaya koymuştur. Sistemde c- eksenine doğrultusunda keskin (00l) piklerinin olması whisker'ların büyüme yönünün c- eksenine boyunca olduğunu göstermektedir. Pik şiddetlerine dayalı bir model yardımıyla yapı içerisindeki Bi-2223 fazının yaklaşık olarak % 1.5 oranında oluştuğu belirlendi [83]. Bi-2212'ye göre Bi-2223 fazının sistemde çok küçük oranda olması Bi-2223'ün elektrotlar arasında sürekli bir filament oluşturmadığını göstermektedir [63].

Bütün bu durumlar göz önünde bulundurulduğunda Bi-2212 fazı üzerinde çok az miktarda da olsa Bi-2223 ara büyümesi meydana geldiği belirlenmiştir. Ayrıca, bazı araştırmacılar Bi-2223 fazının düşük oranından dolayı bu fazın dislokasyon gibi küçük bir kusur olarak da düşünülebileceğini bildirmişlerdir [75]. Diğer yandan, yapılan hesaplamalar sonucunda kristal yapı parametrelerinin $a = b = 5,4144 \text{ \AA}$ ve $c = 30,60859 \text{ \AA}$ olduğu ve yapının tetragonal simetri gösterdiği bulunmuştur.



Şekil 4.4. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen a) cam materyalin b) whisker' in XRD grafiği

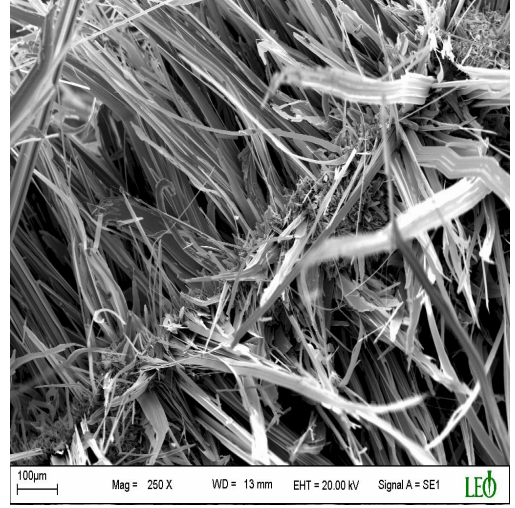
4.4 SEM-EDX Analiz Sonuçları

847 °C de 120 saat boyunca yapılan ısıl işlem sonrasında çok sayıda whisker' in cam materyal yüzeyi üzerinde büyüdüğü gözlemlendi (Şekil 4.5.a-c). Büyüyen bu whisker' ların boylarının ve genişliklerinin yaklaşık 0.8 cm ve 20 μm ' lik bir maksimum değere ulaştığı görüldü. Şekil 4.5.d. deki SEM görüntüsü whisker' ların son derece düz bir yüzey morfolojisine sahip olduğunu yani herhangi bir safsızlık içermediğini ve ayrıca büyüme yönünde tane sınırlarının oluşmadığını ortaya koymuştur

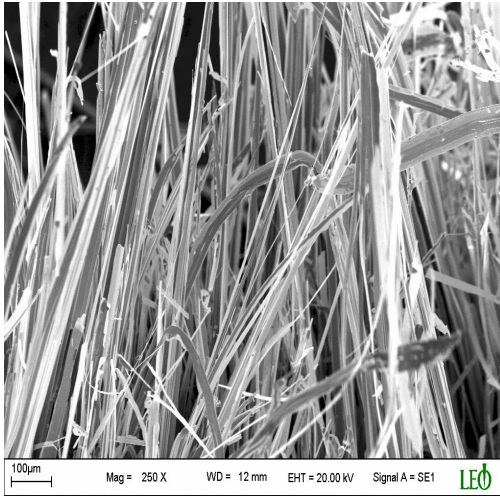
[84]. Bu bakımdan üretilen whisker' ların, sertlik ölçümlerinde kullanılacak olan nano-çentme testi için ideal bir numune olduğu belirlenmiştir.



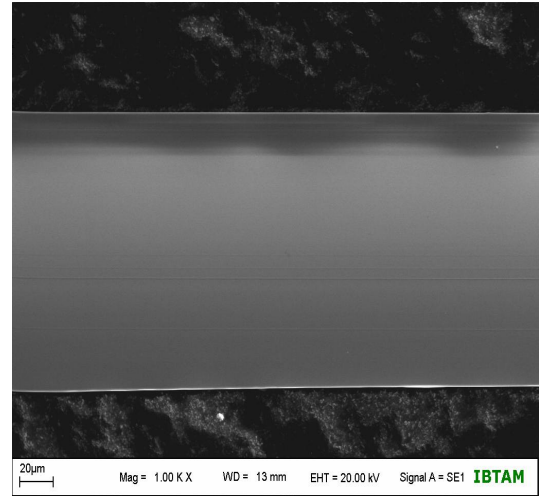
a)



b)



c)

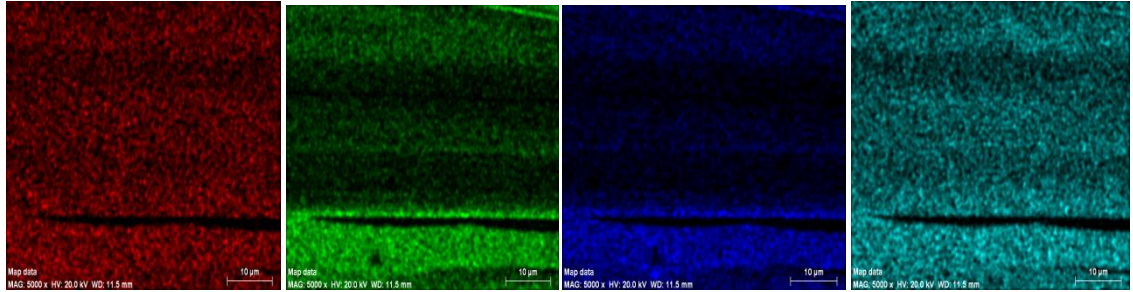
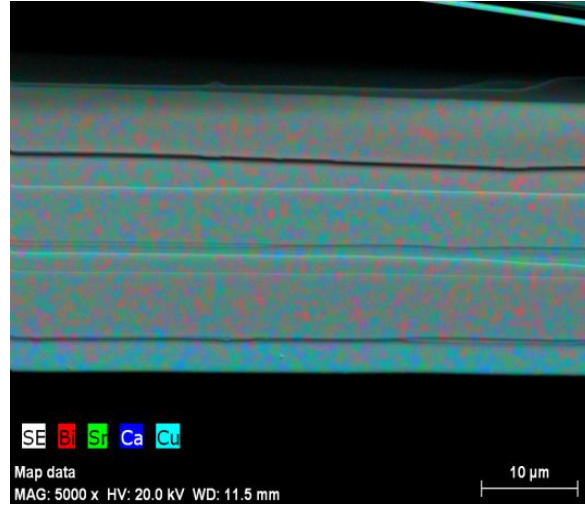


d)

Şekil 4.5. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' lara ait SEM görüntüleri a) 100 büyütme b) 250 büyütme c) 250 büyütme d) 1000 büyütme

Bi-2212 whisker' ın nokta haritalama analizi şekil 4.6' da verilmektedir. whiskerin bu yüzey haritalamasında Bi, Sr, Ca ve Cu' ın homojen bir elementel dağılım

gösterdiği görülmektedir. bu durum üretilen whisker' ların tek kristal özellik gösterdiğini ortaya koymaktadır.



Bi

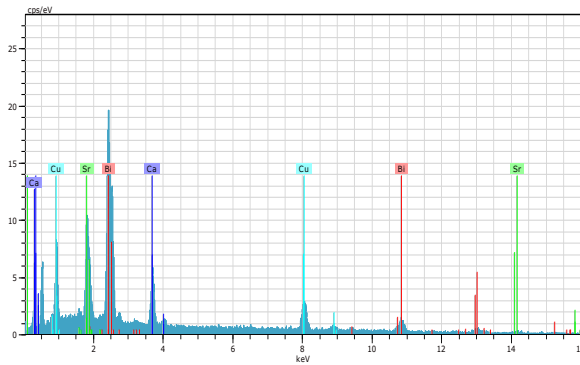
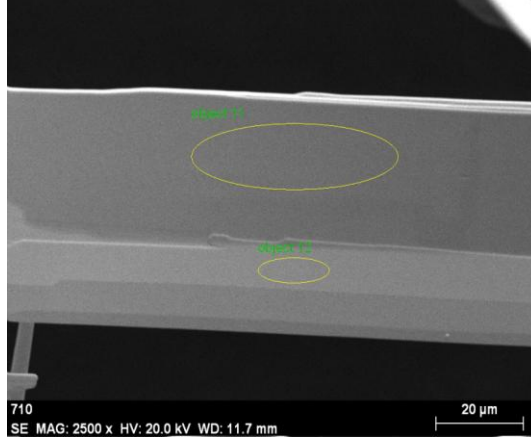
Sr

Ca

Cu

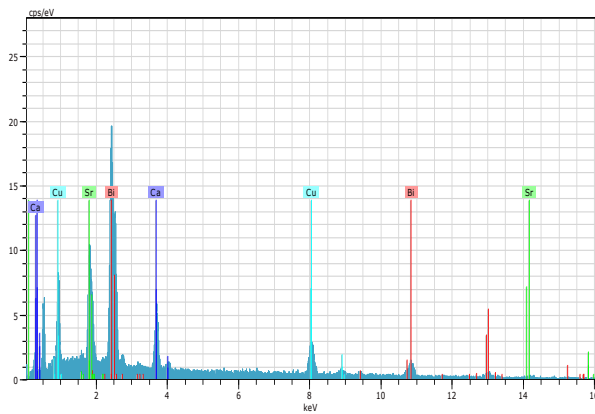
Şekil 4.6. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait nokta haritalama analizi.

EDX analizi ve normalize edilmiş atomik konsantrasyonu Şekil 4.7' de verilmektedir. Whisker üzerinde yapılan EDX analizi yapı içerisinde Bi-2212 fazının baskın faz olduğunu göstermektedir. Bu sonuç R-T ve X-ışını analizleriyle uyum içerisindedir.



Element	Atomik Ağırlık %
---------	------------------

Ca	20.09
Cu	26.78
Sr	20.80
Bi	32.33



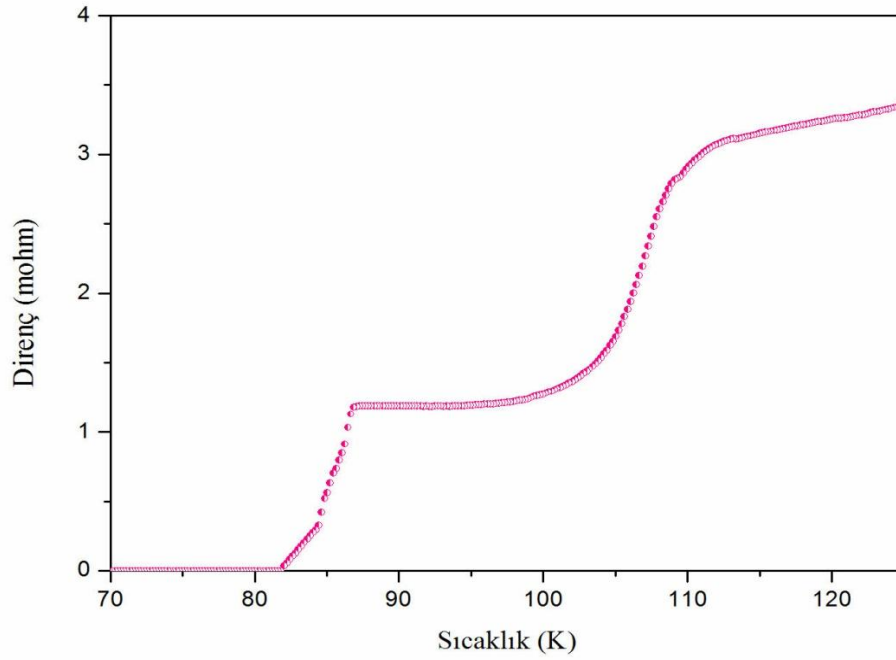
Element	Atomik Ağırlık %
---------	------------------

Ca	20.45
Cu	27.63
Sr	17.85
Bi	34.06

Şekil 4.7. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait EDX analizi

4.5 Elektriksel Direnç (R-T) Analizi Sonuçları

Şekil 4.8 üretilen bir whisker'ın direncinin sıcaklığa bağlı olarak değişimini göstermektedir. Bu ölçüm esnasında 300 μA 'lık bir akım değeri kullanılmıştır. Whisker'ın oda sıcaklığından T_c 'ye kadar metalik davranış sergilediği gözlemlendi. T_c 'den itibaren sıcaklık daha da düşürüldüğünde çift fazlı geçiş gözlemlendi. 107 K'de Bi-2223 fazı ve 86 K'de Bi-2212 fazlarının olduğu belirlendi. T_0 ise 82 K olarak elde edildi. Bu sonuç XRD verilerini desteklemektedir. Benzer sonuçlara literatürde rastlanmıştır [62, 64, 66, 74].



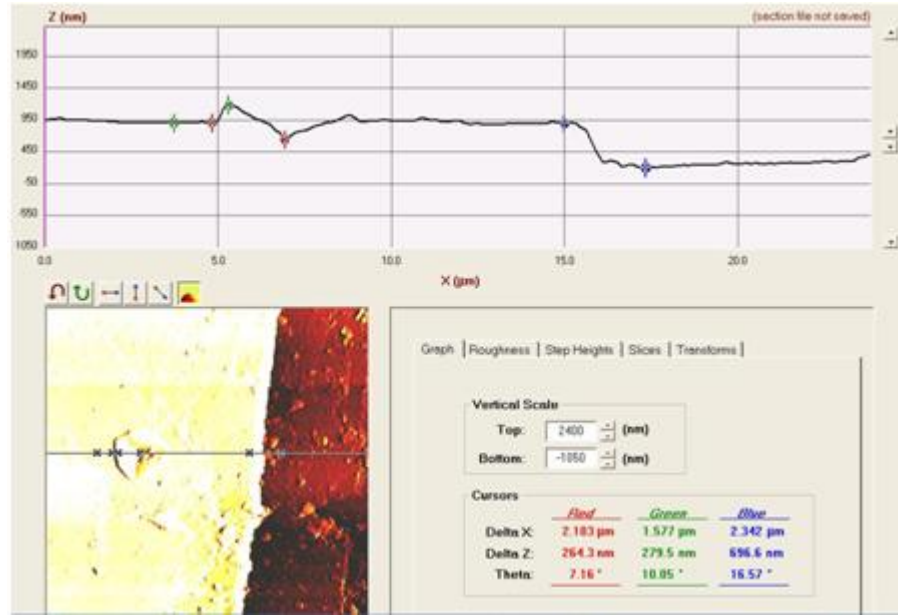
Şekil 4.8. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whisker' a ait R-T grafiği

4.6 Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) Analiz Sonuçları

Derinlik duyarlı çentme testlerinde malzemelerin sertlik, elastik modülü, sürünme (creep) gibi pek çok mekaniksel özelliği yük-yerdeğiştirme (p-h) eğrisi

analizinden dolayı olarak hesaplanmaktadır. Ancak, bölüm 2.11.13 de bahsedildiği gibi bazı malzemelerde, sahip olduğu karaktere bağlı olarak yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) davranışları gözlemlenmektedir. p-h eğrisi üzerinden yapılan analizlerde bu davranışların ihmal edilmesinden dolayı malzemelerin sertlik değerlerinde hatalar meydana gelmektedir [44, 46-48]. Bundan dolayı numunemiz üzerindeki yığılma (pile-up) davranışının miktarını belirlemeye ihtiyaç duyarız. Bu nedenle yüzey analizinde kullanılan yüksek çözünürlüklü (1 – 5 nanometreye) AFM cihazlarının kullanımına ihtiyaç duyulmuştur.

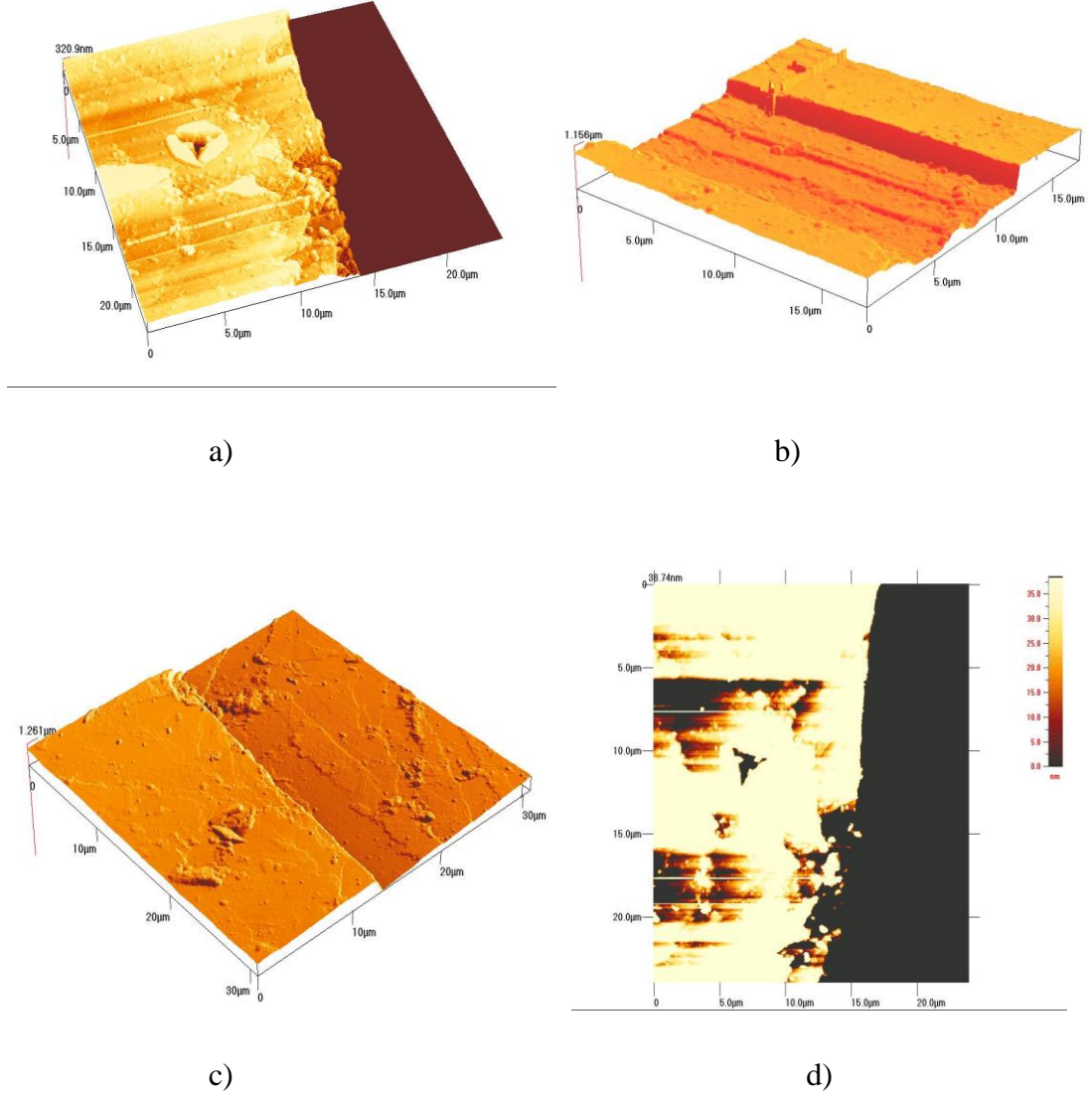
Şekil 4.9’ da Berkovich uçla oluşturulan numunemize ait AFM analiz sonuçları verilmektedir.



Şekil 4.9. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonundan üretilen whisker’ a ait AFM analiz sonuçları.

Şekil 4.9’ da görüldüğü gibi numunemiz üzerinde yığılma (pile-up) davranışı gözlenmektedir. Literatür de verildiği gibi h_c/h oranı 1 den büyükse yığılma (pile-up), 1 den küçükse çökme (sink-in) davranışlarının gözlemlendiği bilinmektedir [23] ve yapılan hesaplamalarda bu oran bizim numunemiz için yaklaşık 2.05 civarındadır. Bu sonuçtan yola çıkarak numunemiz üzerinde yüksek miktarda bir yığılma (pile-up) davranışının gözlemlendiğini söyleyebiliriz. Burada h_c değeri z eksenindeki yığılmada dahil maksimum

yükseklik, h ise yığılma davranışının dahil edilmediği maksimum yükseklik değeri olarak alınmaktadır.

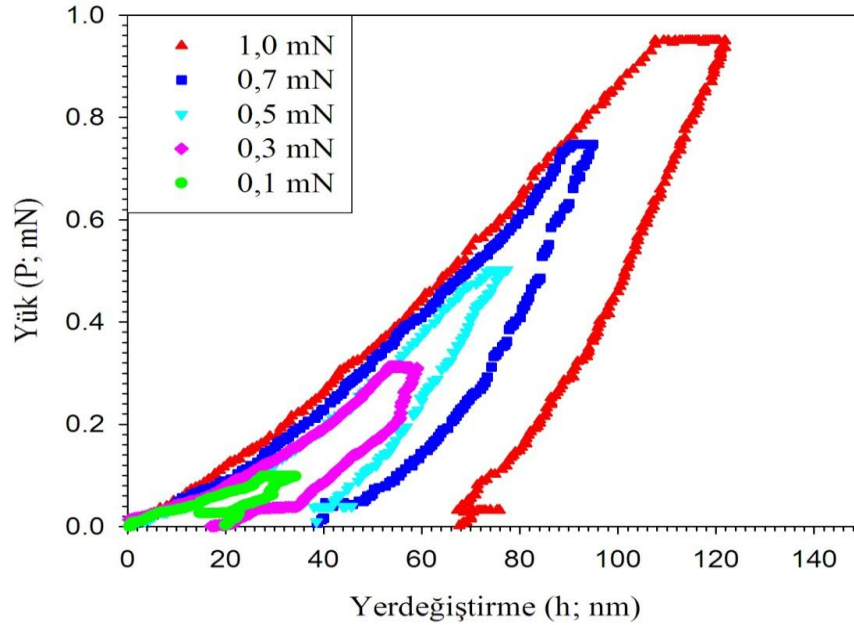


Şekil 4.10. $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonundan üretilen whiskerlar' a ait farklı açılardan alınmış AFM görüntüleri.

Şekil 4.10. a-d' de ise yaklaşık 1mN yük altında whisker' lar üzerinde elde edilen izlerin yüzey görüntüleri yüksekliğin fonksiyonu olarak verilmektedir. Bu görüntülerde de yığılma davranışı açık bir şekilde görülmektedir.

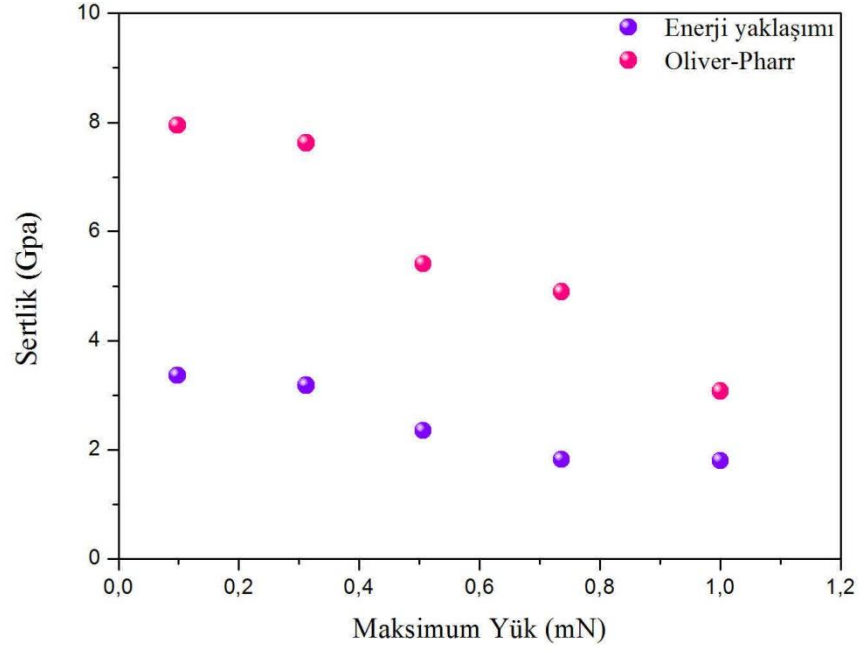
4.7 Derinlik Duyarlı Çentme Analizi

Şekil 4.11 farklı yükler altında (0.1 den 1 mN' a kadar) whisker üzerinden alınan yük-yerdeğiştirme (p-h) eğrisini göstermektedir. Bu aralık whisker' ın kalınlığının mikron boyutunda olmasından dolayı seçilmiştir ve yapılan testler esnasında bu yük aralığının üzerine çıktığında yapının bozulduğu gözlemlenmiştir. Sürünme (creep) davranışı maksimum bir sabit yük altında yerdeğiştirmenin zamana bağlı değişimi olarak bilinmektedir. Bu davranış materyali karakteristiğine bağlıdır ve deneylerimizde sürünme (creep) davranışının artan yük ile arttığı açıkça görülmektedir. p-h eğrisinden de görüldüğü gibi numune üzerinde büyük oranda plastik deformasyon oluşurken, elastik geri kazanımın oranının düşük olduğu gözlemlenmiştir. Diğer yandan sertlik değeri materyalin doğal bir özelliği olarak kabul edildiği için çentici yükünün büyüklüğü ile değişmemelidir. Ancak bir çok araştırmacı özellikle alçak yüklerde materyalin sertliğinin çentici yükünün büyüklüğüne bağlı olduğunu göstermiştir [85-87]. Bu tip davranış çentik boyut etkisi (ÇBE) (indentation size effect) olarak adlandırılmaktadır.



Şekil 4.11 $\text{Bi}_3\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ başlangıç kompozisyonu kullanılarak elde edilen whiskerlere ait Yük-Yerdeğiştirme eğrileri.

Whisker için farklı yükler altında Oliver-Pharr metodu ve enerji yaklaşım ile hesaplanan sertlik değerleri şekil 4.12. de görülmektedir. Bu şekil bizim numunemiz üzerinde belirgin bir şekilde ÇBE davranışı olduğunu göstermektedir.



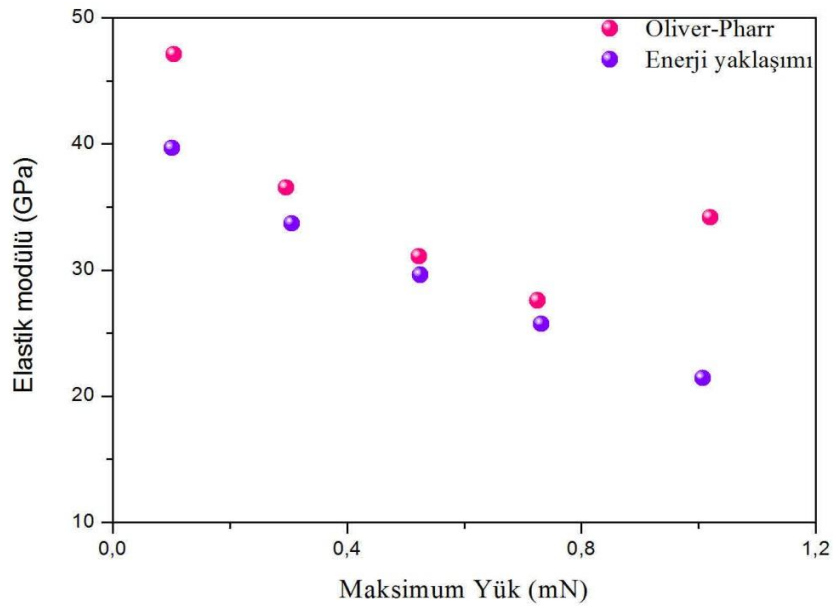
Şekil 4.12 Sertliğin Maksimum yük ile değişimi

Ayrıca farklı yükler altında Oliver-Pharr metodu ve enerji yaklaşımı ile hesaplanan elastik modülü değerleri de şekil 4.13' de verilmektedir. Elastik modülü değeri de sertlik sonuçlarında olduğu gibi benzer bir yük bağımlı davranış göstermektedir. Sonuç olarak maksimum yük arttığı zaman elastik modülü azalmaktadır.

Nanoçentme testinde yük yerdeğiştirme eğrisinden sertliği ölçmek için kullanılan Oliver-Pharr metodu kontak alanı hesaplamasında yığılma (pile-up) davranışını göze almadığı için sertlik değeri olduğundan fazla hesaplanmıştır [44, 46, 47, 48].

Yığılma (Pile-up) davranışının görüldüğü numunelerde daha doğru bir sertlik değeri ölçmek için enerji yaklaşımını ele alacak olursak bu yaklaşım çentme boyunca

yapılan işlemler belirlenir ve burada enerji yükleme-boşalma eğrilerinin integraline dayandırılmaktadır [49]. Numunemiz için her iki metotla hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri tablo 4 ve şekil 4.12-13’de verilmektedir. Elde edilen bu sonuçlardan da görüldüğü gibi numunemiz için enerji yaklaşımı ile hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri beklenildiği gibi Oliver-Pharr metoduna göre daha düşük bulunmuştur.



Şekil 4.13. Elastik modülünün Maksimum yük ile değişimi

Tablo 4. Oliver-Pharr metodu ve Enerji yaklaşımı ile hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri

Maksimum Yük (mN)	H_{OP} (GPa)	H_{Wt}	E_{OP} (GPa)	E_{Wt} (GPa)
0.105	7.94	3.38	47.10	39.66
0.306	7.62	3.18	36.53	33.71
0.525	5.40	2.35	30.61	29.62
0.732	4.89	1.82	27.59	25.73
1,007	3.07	1.80	34.18	21.42

Burada H_{OP} ve E_{OP} sırasıyla oliver-pharr metodu ile hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleri ve H_{Wt} , E_{Wt} ise enerji yaklaşımı (toplam işten hesaplanan) ile hesaplanan sertlik ve elastik modülü değerleridir. Bu sonuçları literatürde ki diğer süperiletken malzemelerle kıyaslama açısından M. Yılmazlar ve arkadaşlarının [88] bulk Bi-2223 üzerine yaptığı çalışmaya bakılacak olunursa, sertlik ve elastik modülü değerlerini 0.245 N' luk yük altında sırasıyla 0.458 GPa ve 37,53 GPa olarak bulunduğu görülmüştür. Diğer taraftan N. Güçlü ve arkadaşlarının [86] MgB_2 üzerine yaptığı çalışmaya bakacak olursak 100 mN yük altında sertliği yaklaşık 3.8 GPa elastik modülünü ise 54 GPa olarak hesapladığı görülmektedir. Bu sonuçlardan da görülür ki özellikle Bi-2223 için uygulanan yük değeri bizim uyguladığımız yük değerinin çok üstündedir. Bu durumda sonuçlar çentik boyut etkisi (ÇBE) davranışı göz önüne alınarak kıyaslanırsa bizim elde ettiğimiz sertlik ve elastikiyet katsayısı değerlerinin düşük olduğunu yani whisker' ların daha esnek bir yapıya sahip olduğunu bu durumda teknolojik uygulamalar bakımından avantaj sağlayacağını söyleyebiliriz.

5. SONUÇ

Bu çalışmada cam seramik metodu ile Bi-temelli süperiletken whisker' lar üretilmiştir. XRD ve R-T ölçümleri whisker' ların 86 K de Bi-2212 ve Bi-2223 olmak üzere çift faza sahip olduğu gösterdi. Bu durum Bi-2212 fazı üzerinde çok az miktarda da olsa Bi-2223 ara büyümesi meydana geldiğini göstermektedir. Diğer taraftan, whiskerların büyüme yönü c-ekseni olarak belirlendi. Nokta haritalamasında Bi, Sr, Ca ve Cu' ın yapı içerisinde homojen bir elementel dağılım gösterdiği ortaya çıkarıldı. EDX analizinde Bi-2212 fazının baskın olduğu gözlemlendi. Kissinger metodu ile hesaplanan aktivasyon enerjisinin literatüre göre daha düşük olduğu görüldü. Buda numunemizin kristalleşmeye karşı daha az kararlı olduğunu gösterdi. Whiskerlar üzerinde yapılan AKM analizleri ise yüksek oranda yığılma (pile-up) davranışının varlığını gösterdi. Sertlik ve elastik modülü değerleri, Oliver-Pharr ve Enerji yaklaşımı olmak üzere iki metotla hesaplandı. Yığılma (pile-up) davranışından kaynaklanan hatayı bertaraf ettiği için enerji yaklaşımının daha doğru sonuç verdiği kanaatine varıldı. Ayrıca sonuçların büyük ölçüde maksimum yük bağımlılığı (indentation size effect) sergilediği bulunuldu.

6. REFERANSLAR

- [1] I. Matsubara, H. Kageyama, H. Tanigawa, T. Ogura, H. Yamashita, T. Kawai, **Jpn. J. Appl. Phys.**, 28(1989), L1121
- [2] A. Mourachkine, *Room-temperature superconductivity*, **Cambridge International Science Publishing**, United Kingdom (2004) 17-69
- [3] http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b8/Lattice_mott.JPG&imgrefurl
- [4] A. K. Saxena, *High-temperature superconductors*, **Springer Verlag Heidelberg Dordrecht**, New York (2010) 123-210
- [5] P.W. Anderson, *The resonating valence bond state in La_2CuO_4 and superconductivity*, **Science**, 235 (1987) 1196-1198
- [6] M.E. Yakinci PhD thesis, *Thick Film glass- ceramic superconductor fabrication*, University of Warwick, 1992
- [7] M. A. Aksan, Doktora Tezi, *Bi bazlı HT_c süperiletkenlerde fiziksel özellikler ile birlikte termoelektrik Güç ve termal iletkenlik karakteristiklerinin incelenmesi*, 2003
- [8] C.P. Poole, T. Datta, H. Farach, *Cooper oxide superconductor*, **Wiley**, New York (1989)
- [9] J.M. Tarascon, Y. Le Page, L. H. Greene, B.G. Bagley, D.M. Barboux, G. W. Hull, W.R. McKinnon, M. Giroud, *Preparation, structure, and properties of superconducting compound series $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ with $n = 1, 2$ and 3* **Phys. Rev B**, 38 (1988) 2504
- [10] C. P. Poole Jr, H. A. Farach, R. J. Creswick, R. Prozorov, *Superconductivity*, **Elsevier** London UK, (2007) 231-272
- [11] S. N. Putilin, E. V. Antipov, O. Chmaissem, M. Marezio, *Superconductivity at 94 K in $HgBa_2CuO_{4+\delta}$* , **Nature** 362 (1993) 226
- [12] S. N. Putilin, E. V. Antipov, M. Marezio, *Superconductivity above 120 K in $HgBa_2CaCu_2O_{6+\delta}$* , **Physica C** 212, (1993) 266
- [13] Z. Z. Sheng, A. M. Hermann, *Superconductivity in the rare-earth-free $Tl_\delta-Ba_\delta-Cu_\delta-O$ system above liquid-nitrogen temperature*, **Nature** 332 (1988) 55-58
- [14] Z. Z. Sheng, A. M. Hermann, *Bulk superconductivity at 120 K in the $Tl-Ca-Ba-Cu-O$ system*, **Nature** 332 (1988) 138
- [15] S. S. P. Parkin, V. Y. Lee, E. M. Engler, A. I. Nazzal, T. C. Huang, G. Gorman, R. Savoy, R. Beyers, *Bulk superconductivity at 125 K in $Tl_2Ca_2Ba_2Cu_3O_x$* , **Phys. Rev. Lett.** 60, (1988) 2539–2542
- [16] A. C. Fischer-Cripps, *Introduction to Contact Mechanics*, **Springer**, New South Wales, Australia (2007) 1-14.
- [17] K. Onaran, *Malzeme bilimi*, **Bilim Teknik Yayinevi**, İstanbul (2000)
- [18] D. Tabor, *The hardness of solids*, **Rev. Phys. Tech.**, 1 (1970) 145-179
- [19] R. Smith, G. Sandland, *Some notes on the use of a diamond pyramid for hardness testing*, **J. Iron Steel Inst.** 111 (1925) 285
- [20] A. C. Fischer-Cripps. *Nanoindentation. First ed. Mechanical Engineering Series*, ed. F. F. Ling, **Springer-Verlag**, New York, (2004)
- [21] J. Grunswieg, *Calculations and measurements of wedge indentations*, **J. Mech. Phys. Solids** 2 (1954) 81-86
- [22] K.L. Johnson, *The correlation of indentation experiments*, **J. Mech. Phys. Solids**, 18 (1970) 115-126
- [23] Y. T. Cheng, C. M. Cheng. *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements*, **Mater. Sci. Eng. R** 44 (2004) 91–149

- [24] B.W. Mott, *Micro-indentation Hardness Testing*, **Butterworths**, London 1956.
- [25] D. Tabor, *Hardness of Metals*, **Clarendon Press**, Oxford 1951.
- [26] A. L. Norbury, T. Samuel, *The Recovery and sinking-In or piling-up of material in the Brinell Test, and the effects of these factors on the correlation of the Brinell with certain other hardness tests*, **J. Iron Steel Inst.** 117 (1928) 673–687
- [27] S. Bec, A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges, J. L. Loubet, *Improvements in the indentation method with a surface force apparatus*, **Philos. Mag. A.** 74 (1996) 1061–1072
- [28] S. Mandal, S. Kose, A. Frank, A.A. Elmustafa, *A numerical study on pile-up in Nanoindentation creep*, **IJSURFSE**, 2 (2008) 41–51
- [29] W. C. Oliver, G. M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, **J. Mater. Res.** 7 (1992) 1564-1583
- [30] M. A. G. Maneiro, J. Rodriguez, *Pile-up effect on nanoindentation tests with spherical–conical tips*, **Scripta Mater.**, 52 (2005) 593–598
- [31] A. Bolshakov, G. M. Pharr, *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*, **J. Mater. Res.**, 13 (1998) 1049-1058
- [32] A.A. Elmustafa, D.S. Stone, *Indentation size effect in polycrystalline F.C.C. metals*, **Acta Mater.** 50 (2002) 3641–3650
- [33] **D.M. Turley, L.E. Samuels**, *The nature of mechanically polished surfaces of copper*, *Metallography* 14 (1981) 275-294.
- [34] J.B. Pethica, D. Tabor, *Contact of characterised metal surfaces at very low loads: Deformation and adhesion*, **Surf. Sci.** 89 (1979) 182-190.
- [35] H. Li, A. Ghosh, Y.H. Han, R.C. Bradt, *The frictional component of the indentation size effect in low load microhardness testing*, **J. Mater. Res.** 8 (1993) 1028-1032
- [36] K.W. McElhaney, J.J. Vlassak, W.D. Nix, *Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments*, **J. Mater. Res.** 13 (1998) 1300-1306
- [37] W. D. Nix, H. J Gao. *Indentation size effect in crystalline materials: a low for strain gradient plasticity*, **J. Mech. Phys. Solids**, 46 (1998) 411-425
- [38] K. Durst, B. Backes, M. Goken, *Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone*, **Scripta Mater.**, 52 (2005) 1093–1097
- [39] N.A. Fleck, M.F. Ashby, J.W. Hutchinson, *The role of geometrically necessary dislocations in giving material strengthening*, **Scripta Mater.**, 48 (2003) 179–183
- [40] P. Grau, D. Lorenz, A. Zeckzer, *Fundamentals of dislocation nucleation at nanoindentation*, **Radiat Eff. Defect Solid.**, 157 (2002) 863-869
- [41] V. R. Thalladi, A. Schwartz, J. N. Phend, J. W. Hutchinson, G. M. Whitesides, *Simulation of indentation fracture in crystalline materials using mesoscale self-assembly*, **J. Am. Chem. Soc.** 124 (2002) 9912-9917
- [42] V. Domnich, Y. Gogotsi, *Phase transformations in silicon under contact loading*, **Rev. Adv. Mater.Sci.** 3 (2002) 1-36
- [43] I. N. Sneddon, *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*, **Int. J. Engng Sci.** 3 (1965) 47-57
- [44] D. Beegan, S. Chowdhury, M.T. Laugier, *Work of indentation methods for determining copper film hardness*, **Surf. Coat. Tech.**, 192 (2005) 57– 63

- [45] T. Y. Tsui, W. C. Oliver, G. M. Pharr, *Nanoindentation of soft films on hard substrates: the importance of pile-up*, **Mater. Res. Soc. Symp. Proc.** 436 (1997), 207–212.
- [46] W.J. Poole, M. Ashby, N. A. Fleck, *Micro-hardness of annealed and work-hardened copper polycrystals*, **Scripta Mater.**, 34 (1996) 559–564
- [47] G.M. Pharr, *Measurement of mechanical properties by ultra-lowload indentation*, **Mater. Sci. Eng. A** 253 (1998) 151–159
- [48] R. Saha, W.D. Nix, *Soft films on hard substrates — nanoindentation of tungsten films on sapphire substrates*, **Mater. Sci. Eng. A.**, 319–321 (2001) 898–901
- [49] N. A. Stiwell, D. Tabor, *Elastic recovery of conical indentations*, **Proc. Phys. Soc.** 2 (1961) 169–180
- [50] J. R. Tuck, A.M. Korsunsky, S. J. Bull, R. I. Davidson, *On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation experiments in coated systems*, **Surf. Coat. Tech.** 137 (2001) 217–224
- [51] J.S. Szmyd, K. Suzuki, *Numerical analysis of transport phenomena in Y–Ba–Cu–O melt during growth of superconducting crystal Y123 by Czochralski method*, **Physica C** 392–396 (2003) 446–452
- [52] http://en.wikipedia.org/wiki/Czochralski_process
- [53] <http://www.bbc.co.uk/dna/h2g2/A912151>
- [54] <http://www.top-alternative-energy-sources.com/Czochralski-process.html>
- [55] K. Lal, *Synthesis, crystal growth and characterization*, **Elsevier Science Publishing Company**, New York, (1982)
- [56] K. W. Yeh, C. T. Ke, T. W. Huang, T. K. Chen, Y. L. Huang, P. M. Wu ve M. K. Wu, *Superconducting FeSe_{1-x}Te_x Single Crystals Grown by Optical Zone-Melting Technique*, **Cryst. Growth Des.**, 9 (2009) 4847–4851, DOI: 10.1021/cg900675e
- [57] <http://www.crystalsys.co.jp/technicalinfo/image/fzmethod.pdf>
- [58] B. Liang, A. Maljuk, C. T. Lin, *Growth of large superconducting Bi_{2+x}Sr_{2-y}CuO_{6+δ} single crystals by travelling solvent floating zone method*, **Physica C** 361 (2001) 156–164
- [59] I. Tanaka, T. Iwamoto, A. T. M. N. Islam, S. Watauchi, *Growth of Bi-2212 single crystals by the travelling solvent zone melting method*, **Supercond. Sci. Technol.** 15 (2002) 458–461
- [60] Z. Liu, A. Stavrinadis, *Growth of Bulk Single Crystal and its Application to SiC*, **Physics of Advanced Materials Winter School** England (2008)
- [61] I. Matsubara, R. Funahashi, K. Ueno, H. Ishikawa, *Preparation of long Bi-2212 whiskers and their superconducting properties*, **Mater. Res. Bull.**, 35 (2000) 441–447
- [62] Y. Takano, T. Hatano, A. Ishii, A. Fukuyo, Y. Sato, S. Arisawa, K. Togano, *Fabrication of Bi2212 cross-whiskers junction*, **Physica C** 362 (2001) 261–264
- [63] S. Kishida, T. Hirao, S.-J. Kim, T. Yamashita, *Growth of Bi₂Sr₂Ca_{n-1}Cu_nO_y superconducting whiskers*, **Physica C** 362 (2001) 195–199
- [64] T. Hatano, Y. Takano, A. Ishii, A. Fukuyo, S. Arisawa, K. Togano, *Synthesis of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} whiskers without oxygen stream*, **Physica C** 362 (2001) 296–300
- [65] H. Uemoto, H. Tanaka, T. Hirao, S. Kishida, S.-J. Kim, T. Yamashita, *Bi-based superconducting whiskers grown at various O₂ gas flow rates*, **Physica C** 378–381 (2002) 303–305

- [66] K. Inomato, T. Kawae, S.-J. Kim, K. Nakajima, T. Yamashita, M. Nagao, H. Maeda, *Carrier density control of Bi-2212 whiskers*, **Physica C** 372–376 (2002) 335–338
- [67] M. Tange, T. Amano, S. Nishizaki, R. Yoshizaki, *Superconducting properties of Bi-2212 whiskers*, **Physica C** 392–396 (2003) 428–431
- [68] M. Mizutani, H. Uemoto, M. Okabe, S. Kishida, *Effect of atmospheres on characterization of Bi-based superconducting whiskers*, **Physica C** 392–396 (2003) 508–511
- [69] N. Hoshi, S. Kambe, O. Ishii, M. Mukaida, *Growth mechanism of Bi2212 whisker from bulk precursor*, **Physica C** 392–396 (2003) 62–65
- [70] H. Uemoto, M. Mizutani, S. Kishida, T. Yamashita, *Growth mechanism of Bi-based superconducting whiskers*, **Physica C** 392–396 (2003) 512–515,
- [71] S. Kishida, M. Mizutani, M. Okabe, H. Imao, *Growth mechanism of Bi-based whiskers in a method of Al₂O₃-seeded quenched glassy platelets*, **Physica C** 408–410 (2004) 874–875
- [72] M. Tange, T. Amano, S. Nishizaki, R. Yoshizaki, *Synthesis and properties of high quality Bi-2212 whiskers*, **Physica C** 408–410 (2004) 872–873
- [73] M. Tange, M. Yokoshima, Y. Arao, H. Ikeda, R. Yoshizaki, *Area-controlled growth of Bi-2212 whiskers from Bi_{2+x}Sr_{2-x}CaCu₂O_y pellets*, **Physica C** 426–431 (2005) 563–567
- [74] M. Okabe, S. Kishida, *Effect of Al₂O₃ seeding on growth of Bi-based whiskers in glassy quenched platelet method*, **Physica C** 426–431 (2005) 579–582
- [75] S.-Y. Oh, S.-J. Kim, G.-S. Kim, M. Nagao, T. Hatano, *Growth of superconducting Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+d}(Bi-2212) single crystal whiskers and the characteristics*, **Physica C** 445–448 (2006) 459–461
- [76] K. -I. Takahasahi, S. Awaji, P. Badica, K. Watanabe, K. Togano, *Influence of intergrowth Bi2223 phase on the E–J properties of Bi₂Sr₂CaCu₂O_δ whiskers*, **Physica C** 460–462 (2007) 823–824
- [77] S. Altın, M. A. Aksan, Y. Balçı, M E Yakıncı, *Pinning Properties of Bi-2212 Single Crystal Whiskers*, **Journal of Physics: Conference Series** 153 (2009) 012004
- [78] P. Badica, K. Togano, H. Kumakura, *A modified airtight two-crucible method for growth of Bi-2212 whiskers from glassy pellets*, **Supercond. Sci. Technol.** 17 (2004) 891–898
- [79] S. Altın, M.A. Aksan, M.E. Yakıncı, Y. Balçı, *The single crystal superconducting Bi-2212 whiskers fabrication and their thermal transport properties*, **J. Alloy Compd.**, 502 (2010) 16–23
- [80] M. A. Aksan, M. E. Yakıncı, Y. Balçı, *Thermal analysis study of Bi₂Sr₂Ca₂Cu_{3-x}Er_xO_{10+d} glass–ceramic System*, **J. Therm. Anal. Cal.**, 81 (2005) 417–423
- [81] <http://nano.tm.agilent.com/blog/wp-content>
- [82] Y. Balçı, M. Ceylan, M.E. Yakıncı, *An investigation on the activation energy and the enthalpy of the primary crystallization of glass–ceramic Bi-rich BSCCO HTc superconductors*, **Mater. Sci. Eng. B**,86 (2001) 83–91
- [83] C. Terzioglu, Mustafa Yilmazlar, Ozgur Ozturk, Ekrem Yanmaz, *Structural and physical properties of Sm-doped Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca_{2-x}Sm_xCu₃O_y superconductors*, **Physica C** 423 (2005) 119–126

- [84] S. Altin, M.A. Aksan, Y. Balci, M.E. Yakinci, *Transport properties under magnetic field and $J_c(H)$ peak effect on single-crystal Bi-2212 whiskers*, **J. Supercond. Nov. Magn.** 22 (2009) 775–784
- [85] O. Uzun, N. Güçlü, U. Kölemen, O. Şahin, *Analysis of data on indentation load against penetration depth for bulk MgB_2 crystal using indentation work and Oliver–Pharr approaches*, **Mater. Chem. Phys.** 112 (2008) 5–10
- [86] N. Güçlü, O. Uzun, U. Kölemen, *Depth-sensing indentation study of superconducting MgB_2 wire*, **Mater. Charact.**, 57 (2006) 166–170
- [87] O. Uzun, U. Kölemen, S. Çelebi, N. Güçlü, *Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique*, **J. Eur. Ceram. Soc.** 25 (2005) 969–977
- [88] M. Yilmazlar, O. Ozturk, O. Gorur, I. Belenli, C. Terzioglu, *Role of diffusion annealing time on the mechanical properties of bulk Bi-2223 superconductors diffusion-doped with Au*, **Supercond. Sci. Tech.**, 20 (2007) 365–371

ÖZGEÇMİŞ

1. GENEL

ADI SOYADI	: Olcay KIZILASLAN	
YAZIŞMA ADRESİ	: İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi MALATYA / TÜRKİYE 44300	
DOĞUM TARİHİ / YERİ	: 01-01-1987 / Hekimhan – MALATYA	
TELEFON :	FAKS :	E-POSTA:
5064293140	-	olcaykizilaslan@gmail.com

2. EĞİTİM

FAKÜLTE/ENS TİTÜ	DERECE (*)	OKUL	ÖĞRENİM ALANI	YILI
	Lise	Malatya Lisesi	-	2000-2003
Fen/edebiyat fakültesi	lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi	Fizik	2004-2008
Fen bilimleri enstitüsü	Yüksek lisans	İnönü üniverstesi	Fizik	-

3. MESLEKİ FALİYETLER

ADI	DÜZENLEYEN KURUM/KURULUŞ	SÜRE	TARİH
4.Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu	Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü-TRABZON	10-13 Ağustos	2009
Süperiletkenlik Kış Okulu	Tübitak ANTALYA/SİDE	24 Ocak-1 Şubat	2009

Rietveld Analysis and Textures Summer-School	Orta Doğu Teknik Üniversitesi / ANKARA	6-17 Temmuz	2009
International Student Workshop on Condensed Matter and Materials Physics	ANTALYA	27-31 Aralık	2009
International Spring School and Educational Courses	ANTALYA	20-25 Nisan	2010
International Conference on Superconductivity and Magnetism	ANTALYA	25-30 Nisan	2010

4. Ulusal ve Uluslararası Kongrelerde Sunulan Bildiriler

Yazar (Lar)	Bildiri Başlığı	Kongre Adı, Tarihi
M.ÖZABACI, O.KIZILASLAN, M.E. YAKINCI	MgB ₂ Thick film fabricated on SrTiO ₃ substrate by spray pyrolysis method	4.Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu/ 2009
O. KIZILASLAN, M.A. AKSAN and M.E. YAKINCI	A model for nucleation-crystallization in the glass-ceramic Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _{10+δ} superconducting system	International Conference on Superconductivity and Magnetism / 2010