

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YBCO(123), KALIN FİLMLEİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Esen ORTAKOĞLU

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

MALATYA

2012

Tezin Başlığı :YBCO(123), Kalın filmlerin üretimi ve karakterizasyonu

Tezi Hazırlayan : Esen ORTAKOĞLU

Sınav Tarihi : 26/01/2012

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

Sınav Jürisi Üyeleri

Prof. Dr. M. Eyyuphan YAKINCI

İnönü Üniversitesi

.....

Doç. Dr. Yakup BALCI

İnönü Üniversitesi

.....

Doç. Dr. M.Ali AKSAN

İnönü Üniversitesi

.....

İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Onayı:

.....

Prof. Dr. Asım KÜNKÜL

Enstitü Müdürü

ONUR SÖZÜ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduđum “YBCO(123), Kalın filmlerin üretimi ve karakterizasyonu” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığını ve yararlandığım bütün kaynakların, hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuđunu belirtir, bunu onurumla dođrularım.

Esen ORTAKOĐLU

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

YBCO(123), KALIN FİLMLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Esen ORTAKOĞLU

İnönü Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Ana Bilim Dalı

75+ix sayfa

2012

Danışman: Doç. Dr. Yakup BALCI

Bu çalışmada, Ultrasonik Sprey Piroliz (USP) tekniği kullanılarak MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine YBa₂Cu₃O_{7-x} (123) filmleri üretildi. Basit ve düşük maliyetli olmasının yanı sıra film kompozisyonunun tam olarak kontrol etme imkanı verdiği için bu teknik kullanıldı. Bu teknikle elde edilen filmlerin karakterizasyonu XRD, SEM-EDX, M-H, M-T ölçümleri ile gerçekleştirildi. En iyi mikroyapısal özellik MgO altlığı üzerindeki filmde elde edildi. MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerindeki filmlerin T_c değerleri sırasıyla 86 K ile 87 K' de bulundu. MgO film üzerine 5 K sıcaklığında 0 T manyetik alan altındaki J_c değeri yaklaşık olarak 4.4x10⁵ A/cm² olarak bulundu.

Anahtar kelimeler: Süperiletkenlik, YBa₂Cu₃O_{7-x} (123) sistemi, Ultrasonik spre piroliz, YBCO (123) film özellikleri

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

YBCO(123), THICK FILMS PRODUCTION AND CHARACTERIZATION

Esen ORTAKOĞLU

Inonu University

Graduate School of Naturel and Applied Sciences

Department of Physics

75+ix pages

2012

Supervisor: Doç. Dr. Yakup BALCI

In this work, we have fabricated $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (123) films on MgO and SrTiO_3 substrates by ultrasonic spray pyrolysis (USP) technique. USP technique was used given its simple and low-cost as well as gives the opportunity of controlling the film composition precisely without an extensive labor. Characterization of the films were performed with XRD, SEM-EDX, R-T, M-H and M-T measurements. Best microstructural formation was obtained for the film on the MgO substrate. The T_c values of the films on MgO and SrTiO_3 substrates were found to be 86 K and 87 K, respectively. J_c value for the film MgO substrate was found as approximately $4.4 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ at 5 K under 0 T magnetic field.

Keywords: Superconductivity, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (123) system, Ultrasonic spray pyrolysis, YBCO (123) film features.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması İnönü Üniversitesi Rektörlüğü Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetimi 2010/101 nolu proje kapsamında yapılmış olup bu projenin maddi imkânları kullanılmıştır. Projemize maddi olarak destekte bulunan Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi' ne,

Lisans ve Yüksek Lisans ders aşamasından itibaren tez aşamasının bitimine kadar deneysel çalışmalarım boyunca her zaman bana yol gösteren, her türlü yardımı sağlayan ve büyük bir sabırla beni yönlendiren tez danışmanım Sayın Doç. Dr. Yakup BALCI' ya,

Lisans ve Yüksek Lisans eğitimimde bana yardımcı olan ve bilgi birikimini, deneyimlerini bizlerle paylaşan ve önderlik eden Sayın Prof. Dr. M. Eyyüphan YAKINCI' ya,

Çalışmalarım boyunca yardımımı ve desteğini esirgemeyen, bilgi birikimini bizimle paylaşmaya her an hazır olan ve rehberlik eden Sayın Doç. Dr. M. Ali AKSAN' a,

Deneysel aletlerin kullanımında, deneysel ölçümlerin sonucunda elde edilen verilerin yorumlanmasında bilgi birikimini esirgemeyen ve manevi olarak her zaman yanımda olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Serdar ALTIN' a,

XRD ölçümlerin alınmasında ve yorumlanmasında yardımı olan ve manevi desteğini esirgemeyen Sayın Uzman Emine ALTIN' a,

SEM-EDX ölçümleri alan, tecrübelerini bizimle paylaşan ve analiz hakkındaki bilgilerinden faydalandığım Sayın Uzman Murat ÖZABACI' ya,

R-T ölçümleri alımında bana yardım eden Lisans ve Yüksek Lisans boyunca arkadaşım olan ve her zaman Sinem TÜRKÖĞLU' na,

PPMS cihazından manyetik alan altındaki ölçümleri almamda yardımcı olan ve her zaman bilgilerini bizimle paylaşan Arş. Görevlisi Sayın Olcay KIZILASLAN' a,

Yüksek Lisans ders döneminden itibaren yanımda olan ve her türlü desteğini esirgemeyen İnönü Üniversitesi Fizik Bölümü Süperiletkenlik Grubu arkadaşlarıma,

Lisans ve Yüksek Lisans eğitimim boyunca bana maddi manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen ve moral kaynağım olan ailem Sevgili Annem Emel ORTAKOĞLU, Kız kardeşlerim Gül ORTAKOĞLU ve Zeynep ORTAKOĞLU' na sonsuz

TEŞEKKÜR EDERİM.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	
ABSTRACT	
TEŞEKKÜR	
İÇİNDEKİLER	
ŞEKİLLER DİZİNİ	
TABLolar DİZİNİ	
SEMBOLLER	
1. GİRİŞ.....	1
2. SÜPERİLETKENLİK.....	4
2.1. Süperiletkenlikteki fiziksel parametreler.....	4
2.1.1. Kritik Sıcaklık, Kritik Manyetik Alan, Kritik Akım Yoğunluğu.....	4
2.1.2. Meissner Etkisi.....	6
2.1.3. İzotop Etkisi.....	6
2.1.4. Koherens (Uyum) Uzunluğu.....	7
2.1.5. Sızma Derinliği.....	8
2.1.6. I. ve II. Tip Süperiletkenler.....	9
2.2. Süperiletkenlik Teorileri.....	10
2.2.1. BCS Teorisi.....	10
2.3. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	11
2.3.1. YBCO Süperiletken Sistemi.....	13
Perovskite Yapı.....	13
YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x} Bileşiğinin Yapısı.....	13
2.3.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletken Kullanım Alanları.....	16
2.4. İnce Film Kaplama Teknikleri.....	17
2.5. Ultrasonik Sprey Piroliz (USP) Yöntemi.....	21
2.5.1. Ultrasonik Sprey Piroliz Yönteminin Çalışma Prensibi.....	22
2.5.2. Damlacık Oluşum Mekanizması.....	25
2.5.3. Partikül Oluşum Mekanizması.....	26
2.5.4. Ultrasonik Sprey Piroliz Yönteminin Avantajları.....	27
2.6. Ultrasonik Sprey Piroliz Yöntemi ile Yapılan Çalışmalar.....	27
3. Materyal ve Yöntem.....	32
3.1. Numunelerin Hazırlanması.....	32
3.2. X-Işını Kırınım Analizi (XRD).....	32
3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDAX Analizi.....	33
3.4. Direnç-Sıcaklık (R-T) Ölçümü.....	33
3.5. Manyetik Ölçümler (M-T, M-H, Kritik Akım Yoğunlukları).....	34
4. Deneysel Ölçüm Sonuçları.....	35
4.1. X-Işınları Analizleri (XRD).....	35
4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDAX Sonuçları.....	37
4.3. Elektriksel Direnç (R-T) Ölçüm Sonuçları.....	47

4.4.	Manyetik Ölçüm Sonuçları.....	49
4.4.1.	M-T Ölçüm Sonuçları.....	49
4.4.2.	M-H Ölçüm Sonuçları.....	52
4.4.3.	Kritik Akım Yoğunluk Hesaplamaları.....	57
5.	Sonuç Yorum.....	67
6.	Kaynaklar.....	69
	Özgeçmiş.....	75

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi.....	3
Şekil 2.1.	Sıcaklığın kritik manyetik alan ile değişimi.....	4
Şekil 2.2.	Meissner etkisi (a) $T > T_c$ ya da $H > H_c$ ise normal iletken (b) $T < T_c$ ve $H < H_c$ ise malzeme süperiletkendir.....	6
Şekil 2.3.	Bir süperiletkenin yüzeyi içinden manyetik alanın sızması.....	8
Şekil 2.4.	I. ve II. Tip süperiletkenlerde manyetik alana karşı manyetizasyon gösterimi.....	9
Şekil 2.5.	Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi (a) I. Tip (b) II. Tip süperiletkenler.....	10
Şekil 2.6.	Kristal örgüde hareket eden Cooper çiftlerinin şematik gösterimi.....	11
Şekil 2.7.	Perovskite yapı ABX_3	13
Şekil 2.8.	YBCO Bileşiğinin Tetragonal ve Ortorombik yapıları.....	15
Şekil 2.9.	Ultrasonik Sprey Pirolizinin genel şeması.....	22
Şekil 2.10.	Ultrasonik sprej pirolizde damlacığın ayrılma mekanizması.....	23
Şekil 2.11.	Yüksek basıncın sıvı damlacıkları üzerine etkisi.....	24
Şekil 2.12.	Yüksek ve Düşük frekans altında kapiller dalganın oluşum şekli.....	24
Şekil 4.1.	MgO altlık üzerine üretilen filmlerin XRD kırınım deseni.....	36
Şekil 4.2.	SrTiO ₃ altlık üzerine üretilen filmlerin XRD kırınım deseni.....	37
Şekil 4.3.	1000 °C sıcaklıkta 15 dak. Bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	38
Şekil 4.4.	1030 °C sıcaklıkta 30 dak. Bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	39
Şekil 4.5.	1000 °C sıcaklıkta 2 saat bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	39
Şekil 4.6.	1000 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	39
Şekil 4.7.	MgO-1 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	40
Şekil 4.8.	MgO-2 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	40
Şekil 4.9.	MgO-3 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	41
Şekil 4.10.	MgO-4 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	41
Şekil 4.11.	1000 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO ₃ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	42
Şekil 4.12.	1030 °C sıcaklıkta 15 dak. bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO ₃ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	43
Şekil 4.13.	1000 °C sıcaklıkta 2 saat bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO ₃ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	43
Şekil 4.14.	1000 °C sıcaklıkta 15 dak. bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO ₃ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.....	44
Şekil 4.15.	SrTiO ₃ -1 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	45
Şekil 4.16.	SrTiO ₃ -2 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	45

Şekil 4.17.	SrTiO ₃ -3 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	46
Şekil 4.18.	SrTiO ₃ -4 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.....	46
Şekil 4.19.	MgO altlığı üzerine kaplanan filmlerin direnç-sıcaklık eğrileri.....	47
Şekil 4.20.	SrTiO ₃ altlığı üzerine kaplanan filmlerin direnç-sıcaklık eğrileri.....	48
Şekil 4.21.	MgO altlığı üzerine kaplanan filmlerin manyetik moment-sıcaklık (M-T) eğrileri.....	50
Şekil 4.22.	SrTiO ₃ altlığı üzerine kaplanan filmlerin manyetik moment-sıcaklık (M-T) eğrileri.....	51
Şekil 4.23.	1000 °C 15 dak. bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	53
Şekil 4.24.	1030 °C 30 dak. bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	53
Şekil 4.25.	1000 °C 2 saat bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	54
Şekil 4.26.	1000 °C 30 dak. bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	55
Şekil 4.27.	1000 °C 2 saat bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	56
Şekil 4.28.	1000 °C 15 dak. bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen manyetizasyon eğrisi.....	56
Şekil 4.29.	1000 °C 15 dak. bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	59
Şekil 4.30.	1030 °C 30 dak. bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	59
Şekil 4.31.	1000 °C 2 saat bekleme süreli MgO altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	62
Şekil 4.32.	1000 °C 30 dak. bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	63
Şekil 4.33.	1000 °C 2 saat bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	64
Şekil 4.34.	1000 °C 15 dak. bekleme süreli SrTiO ₃ altlığı üzerine elde edilen eğrinin kritik akım yoğunluğu.....	65

TABLO DİZİNİ

Tablo 2.1.	Bazı süperiletkenlerin kritik alan ve sıcaklıkları.....	5
Tablo 2.2.	İzotop etkisi ($T_c \cdot M^a = \text{sabit}$).....	7
Tablo 2.3.	Bazı elementel süperiletkenler için kritik sıcaklık T_c , sızma derinliği $\lambda(0)$, gerçek koherens uzunluk ζ_0 ve kritik manyetik alan H_c değerleri.....	9
Tablo 2.4.	Bilinen bazı süperiletkenlerin geçiş sıcaklıkları.....	12
Tablo 4.1.	MgO ve SrTiO ₃ altlıkları üzerine yapılan kaplamaların Direnç-Sıcaklık eğrilerinden elde edilen kritik sıcaklık değerleri.....	49
Tablo 4.2.	MgO ve SrTiO ₃ altlıkları üzerine yapılan kaplamaların M-T eğrilerinden elde edilen kritik sıcaklık değerleri.....	52
Tablo 4.3.	MgO-1 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	58
Tablo 4.4.	MgO-2 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	60
Tablo 4.5.	MgO-3 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	61
Tablo 4.6.	STiO ₃ -1 numunesinin 5 K sıcaklığında 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	63
Tablo 4.7.	STiO ₃ -3 numunesinin 5K sıcaklığında 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	64
Tablo 4.8.	STiO ₃ -4 numunesinin 5K sıcaklığında 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değeri.....	65

SEMBOLLER

n_s	Elektron Yoğunluğu
n_n	Normal Elektron Yoğunluğu
M	İzotop Kütlesi
T	Sıcaklık
T_c	Kritik Sıcaklık
H_c	Kritik Manyetik Alan
J_c	Kritik Akım Yoğunluğu
λ	Sızma Derinliği
ζ	Koherens Uzunluk
$H_c(0)$	Mutlak Sıfırda Kritik Manyetik Alan
ΔM	Manyetizasyon Farkı
d	Tanecik Büyüklüğü
a	Malzemenin Uzun Kenarı
b	Malzemenin Kısa Kenarı
B_a	Uygulanan Manyetik Alan
B_o	İlk Manyetik Alan
H	Manyetik Alan
α	İzotop etki sabiti
V_F	Fermi Hızı
ζ_o	Öz Koherens Uzunluğu
l	Elektronun Serbest Yolu
x	Bir Manyetik Alanın Malzeme içerisinde alabileceği yol
κ	Ginzburg Landau Parametresi
$-M$	Negatif Manyetizasyon
H_{c1}	Alt Kritik Manyetik Alan
H_{c2}	Üst Kritik Manyetik Alan
ρ	Sıvının Yoğunluğu
σ	Yüzey Gerilimi
f	Frekans
k	Dalga Vektörü
u	Akış Hızı
w	Açısal Frekans
D_p	Damlacık Boyutu
d_p	Toz Parçacığının Çapı
ρ_p	Toz Yoğunluğu
M_p	Moleküler Tozun Kütlesi
C_{pr}	Başlangıç Çözelti Konsantrasyonu
M_{pr}	Başlangıç Molekülün Kütlesi
d_d	Formüllerden Gelen Sabit
ΔT_c	Geçiş Sıcaklıkları Arasındaki Fark
M_+	Manyetik Alanın Pozitif Değeri
M_-	Manyetik Alanın Negatif Değeri
$T_{baş.}$	Başlangıç Geçiş Sıcaklığı
$T_{bitiş}$	Sıfırdaki Geçiş Sıcaklığı

1.GİRİŞ

Süperiletkenlik olayı 1911 yılında Hollandalı Fizikçi H. Kamerlingh Onnes tarafından cıvanın dc direncinin 4.2 K' de aniden sıfıra düştüğünü bulması sonucu keşfedildi [1]. 1933 yılında, W. Meissner ve R. Ochsenfeld süperiletkenliğin en temel özelliğinden biri olan mükemmel diamanyetizmayı keşfettiler [2] ve manyetik akının zayıf dış manyetik alanda kritik sıcaklığın altında soğutulduğunda numune içinden dışarılandığını buldular.

C.J. Gorter ve H.B.G Casimir 1934' de süperiletkenlik durumunda, “ normal” ve “süperiletken” olmak üzere iki bileşen olduğunu düşünerek bir süperiletkenlik teorisini ortaya attılar [3]. Bu teorinin temelinde, bir süperiletken içerisindeki elektronlar ve normal elektronların toplamı şeklinde bulunmaktadır. Süperiletken elektronların yoğunluğu n_s , normal elektronların yoğunluğu n_n şeklindedir ve toplam elektron yoğunluğu; $n = n_s + n_n$ şeklinde gösterilmektedir. Süperelektronların yoğunluğu sıcaklığın artması ile azalır ve $T = T_c$ sıcaklığında sıfır olur. Diğer bir yandan mutlak sıfıra yaklaştıkça süperelektronların yoğunluğu artarken normal elektronların yoğunluğu azalmaktadır.

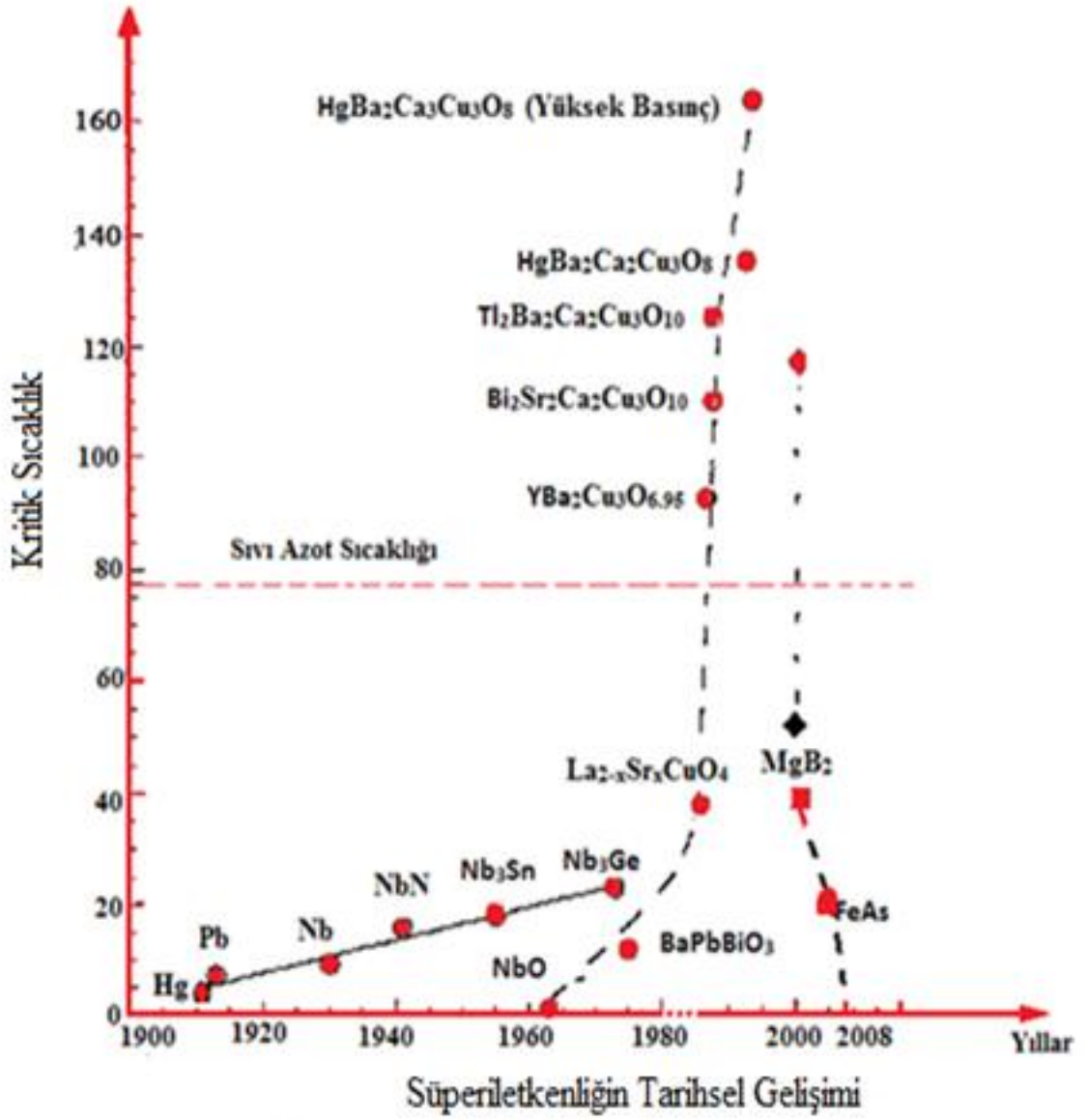
Süperiletkenlerdeki girdaplar (vortexler) L.V Shubnikov ve arkadaşları tarafından 1937' de keşfedildi [4]. Diğer yandan II. tip süperiletkenler için iki tane kritik manyetik alanın varlığını ve Shubnikov fazı ya da karışık durum (mixed state) olarak da bilinen yeni süperiletkenlik durumunu keşfettiler. Süperiletkenliği etkileyen faktörlerden biri olan izotop etkisi 1950' de E. Maxwell ve C.A. Reynolds tarafından bulundu. Bu bilim adamları cıvanın farklı süperiletken izotoplarını çalışılması ile kritik sıcaklık (T_c) ve izotop kütlesi (M) arasındaki ilişkiyi gösteren $T_c \cdot M^{1/2}$ bağıntısını buldular [5, 6]. Daha sonra 1950' de V. Ginzburg ve L. Landau tarafından Ginzburg-Landau Teorisi ortaya atılmıştır [7]. Teori, L. Landau tarafından geliştirilen ikinci-durum faz geçişinin genel teorisini kullanmaktadır. Bu teoride elde edilen denklemler oldukça önemlidir ve geçerlilikleri daha sonra mikroskobik teori tarafından ispatlanmıştır. Ginzburg-Landau teorisi süperiletkenlik fiziğini anlamada önemli bir rol oynamıştır.

Ginzburg-Landau teorisi kullanılarak A.A. Abrikosov teorik olarak vortexleri buldu ve bu sayede Shubnikov fazı vortexlerle periyodik örgüyü oluşturan durumu deneysel olarak açıkladı [8]. Metallerdeki süperiletkenliğin mikroskobik teorisi J. Bardeen, L. Cooper ve R. Schrieffer tarafından 1957 yılında ortaya atıldı. Bu teori BCS teorisi olarak bilinmektedir [9].

Kuantum-Mekaniksel olarak iki süperiletken arasında bulunan yalıtkan bir tabakadan Cooper çiftleri tünelleme yoluyla geçebilmektedir. Bu olay 1962 yılında B.D. Josephson tarafından teorik bir şekilde ortaya konmuştur [10]. Süperiletkenliğe olan ilgi 1986 yılında, J.G. Bednorz ve K.A. Müller tarafından yüksek sıcaklık süperiletkenlerde bakır oksitli bileşiklerin keşfi ile yenilendi [11]. 1987 yılında M.K. Wu ve P.W. Chu tarafından 93 K' de Y-Ba-Cu-O (YBCO) süperiletken bileşiği keşfedildi [12]. 1988 yılında Bi ve Tl-bazlı bakırlı süperiletkenlerin kritik sıcaklıkları sırasıyla $T_c = 110$ K ve $T_c = 125$ K olarak keşfedildi. 1993 yılında Hg-bazlı bakır oksit bileşiğinin en yüksek kritik sıcaklığının $T_c = 135$ K olduğu bulundu [12].

Yeni süperiletkenlerin keşfi ve araştırılması aktif bir şekilde 2001' e kadar devam etti. 2001 yılında Akimitsu ve arkadaşları tarafından MgB_2 bileşiğinin 39 K' de süperiletken olduğu keşfedildi [13]. MgB_2 , AlB_2 gibi bileşikler hegzagonal yapıya sahiptirler [14,15] ve bu yapı tipindeki süperiletkenlerde geniş araştırmalara yol açmıştır [16].

2008 Şubat ayında Fe-tabanlı yüksek-sıcaklık süperiletken ailesi keşfedildi. Hideo Hosono ve meslektaşları, Tokyo'nun Teknoloji Enstitüsü' nde Lantanyum oksit demir arsenik florür ($LaO_{1-x}F_xFeAs$) bileşiğini buldular [17,18]. Bu bileşiğin 26 K' de süperiletken özellik gösterdiği keşfedilmiştir ve $LaO_{1-x}F_xFeAs$ bileşiğinde Lantanyum yerine Samaryum konulmasıyla geçiş sıcaklığının 55 K' de süperiletken özellik gösterdiği bulunmuştur [19]. Süperiletken malzemelerin ortaya çıkmasından günümüze kadar olan tarihsel gelişimi Şekil1.1' de verilmiştir.



Şekil 1.1. Süperiletken malzemelerin tarihsel gelişimi [20].

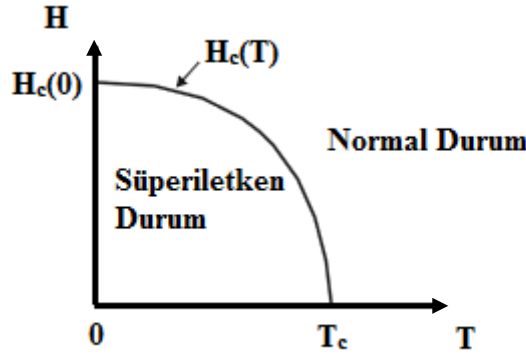
2. SÜPERİLETKENLİK

2.1. Süperiletkenlikteki Fiziksel Parametreler

Süperiletkenlik durumu her malzeme için farklı temel özellikler göstermektedir. Süperiletkenliğin önemli üç temel fiziksel özelliği bulunmaktadır. Bunlar; kritik sıcaklık (T_c), kritik manyetik Alan (H_c) ve kritik akım yoğunluğu (J_c)' dir. Bunlardan herhangi birinin eksikliğinde süperiletkenlik bozulmaktadır. Bunun yanında I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler, Sızma derinliği (λ), Koherenz uzunluk (ζ), Meissner etkisi ve İzotop etkisi de önemli parametrelerdendir.

2.1.1. Kritik Sıcaklık (T_c), Kritik Manyetik Alan (H_c), Kritik Akım Yoğunluğu (J_c)

Kamerlingh Onnes' in ilk deney örneği Şekil 2.1' de özetlenmiştir. T_c değerinin altında numune süperiletken, üstündeki noktalarda süperiletken değildir. Süperiletkenlikte, süperiletken olmayan direnç durumu normal durum olarak adlandırılır.



Şekil 2.1. Sıcaklığın kritik manyetik alan ile değişimi [21].

Süperiletken bölgeden normal bölgeyi ayıran eğri parabolik olan kapalı eğridir. Kritik manyetik alan ile kritik sıcaklık arasındaki bağıntı;

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (2.1)$$

şeklinde verilir [22].

Sıcaklık ekseninde T_c ' yi kesen yer kritik sıcaklık, alan ekseninin H_c ' yi kestiği yer ise kritik alan olarak adlandırılır. Araştırmalarının ilk safhalarında bulunan bazı süperiletkenlerin kritik alan ve kritik sıcaklık değerleri Tablo 2.1' de verilmiştir [21].

Tablo 2.1. Bazı süperiletkenlerin kritik alan ve sıcaklıkları [22,12]

Süperiletken	Kritik Sıcaklık (K)	Kritik Alan (mT)	Keşif Yılı
In	3.41	28.7	-
Sn	3.72	30.9	1913
Hg	4.15	41.2	1911
Ta	4.48	82.9	1928
Pb	7.18	80.4	1913
Al	1.1	10	1933
Tl	2.4	20	-
Cd	0.56	3	-

Süperiletkenlik olayını etkileyen bir diğer kritik parametre kritik akım değeridir. Kritik akım yoğunluğu süperiletken bir malzemenin süperiletken özelliğini bozulmadan taşıyabileceği maksimum akım değeridir ve J_c ile temin edilir. Süperiletken bir malzeme için kritik akım yoğunluğu değeri yarı deneysel olarak Bean formülü ile hesaplanabilmektedir.

$$J_c = \frac{30(\Delta M)}{d} \quad (2.2)$$

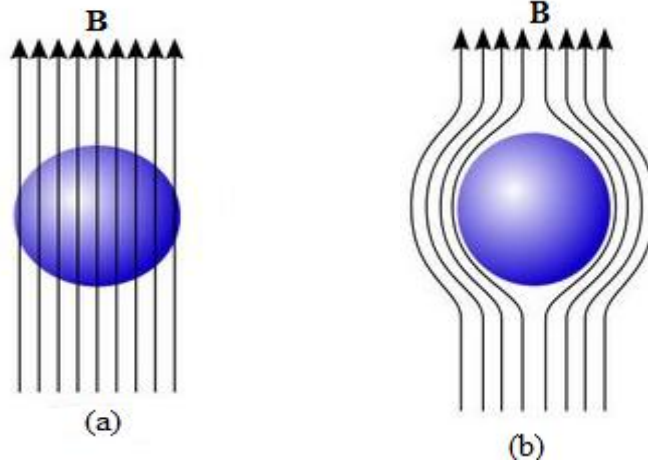
$$J_c = \frac{20(\Delta M)}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (2.3)$$

$$J_c = \frac{1}{1 + \left(\frac{B_a}{B_0}\right)^{1/3}} \quad (2.4)$$

Malzemede tanecik büyüklüğüne göre hesaplama yapıldığında Denklem (2.2), malzemenin hacmi (boyutları) göz önüne alındığında Denklem (2.3) ve ultra ince film hesabı yapıldığında da Denklem (2.4) kullanılır. Bu denklemlerdeki kritik akım yoğunluğu J_c , manyetizasyon farkı ΔM , tanecik büyüklüğü d , a ve b numunenin sırasıyla uzun ve kısa kenar boyutları, uygulanan manyetik alan B_a , ilk manyetik alan ise B_0 şeklinde ifade edilmektedir.

2.1.2. Meissner Etkisi

Kamerlingh Onnes' in süperiletkenliği keşfetmesinden sonra, süperiletkenlik araştırmaları yaklaşık yirmi yıl boyunca düşük manyetik alanlarda devam etmiştir. Üzerinde çalışılan süperiletken malzemelerin kritik geçiş sıcaklık değerleri ve kritik manyetik alan değerleri Tablo 2.1' de gösterildiği gibidir. Daha sonra Meissner ve Ochsenfeld 1933 yılında süperiletkenlerin uygulanan manyetik alanı içlerinden dışladığını keşfettiler. Bir malzeme süperiletken durumdayken soğutulursa ve daha sonra dış bir manyetik alana maruz bırakılırsa bu alan kritik değere ulaşınca kadar malzemenin içine sızamayacaktır. Buna ek olarak, eğer manyetik alan önce uygulanıp daha sonra sıcaklık azaltılırsa sıcaklık kritik değerin altına düştüğünde bu örnek süperiletken duruma geldiğinden dolayı içerdeki alanı dışlayacağını buldular. Kısaca süperiletkenlik sadece iyi iletken değil; ayrıca mükemmel bir diamanyetizma' dır. Bu olay Meissner etkisi olarak bilinmektedir [22]. Meissner etkisinin malzeme içerisindeki normal durum ve süperiletken durum davranışı Şekil 2.2' de verildiği gibidir.



Şekil 2.2. Meissner etkisi (a) $T > T_c$ ya da $H > H_c$ ise normal iletken (b) $T < T_c$ ve $H < H_c$ ise malzeme süperiletkendir [21].

2.1.3. İzotop Etkisi

Süperiletkenlik olayının anlaşılması ilk olarak izotop etkisinin keşfiyle başlamıştır. Civa elementinin farklı izotopları üzerinde yapılan çalışmalarda kritik sıcaklık değerinin izotop kütlesi ile arasında bir ilişki olduğu ortaya çıkmıştır ve bu iki değer arasındaki ilişkinin $T_c \cdot M^{\alpha} = \text{sabit}$ şeklinde olduğu bulunmuştur. Düşük sıcaklıktaki

bir süperiletken için α parametresi 0.5 değerine yakın bir değere sahip olmaktadır. Tablo 2.2' de bazı elementlerin izotop sabitleri verilmiştir [23].

Tablo2.2. İzotop etkisi ($T_c.M^\alpha = \text{sabit}$).

Element	α
Mg	0.5
Sn	0.46
Re	0.4
Mo	0.33
Os	0.21
Ru	0.(±0.05)

2.1.4. Koherens (Uyum) Uzunluğu

Süperiletkenlik teorisinin temelini oluşturan ve ξ şeklinde gösterilen Koherens uzunluk kavramı Ginzburg-Landau tarafından ortaya atılmıştır. Bir süperiletkente uyum uzunluğu Cooper çiftlerinin bir arada bulunabileceği mesafe olarak tanımlanabilmektedir. BCS teorisine göre uyum uzunluğu ve enerji aralığı arasındaki ilişki Denklem 2.5' de gösterildiği gibidir;

$$\zeta_0 = \frac{\hbar V_F}{\pi \Delta(0)} \quad (2.5)$$

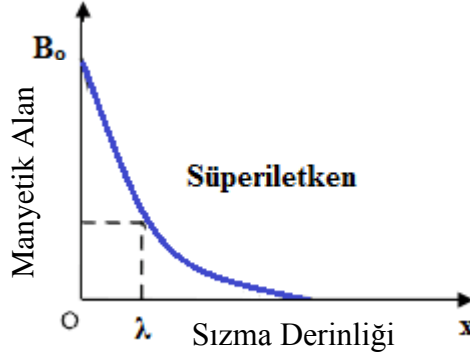
Burada V_F fermi hızı, ξ ise sıcaklıktan bağımsız iç uyum uzunluğudur. Ginzburg-Landau teorisine göre uyum uzunluğu ile iç uyum uzunluğu arasındaki ilişki ise denklem 2.6 ile verilmiştir.

$$\frac{1}{\zeta} = \frac{1}{\zeta_0} + \frac{1}{l} \quad (2.6)$$

Burada l elektronun serbest yoludur. Bir bakır çiftinin uzaydaki hareketinde elektronları birbirine bağlayan maksimum uzaklık koherens uzunluk olarak bilinmektedir ve (ζ_0) ile gösterilmektedir [21].

2.1.5. Sızma Derinliği

Bir süperiletken malzemeye manyetik alan uygulandığında perdeleme akımları içerde dolanan akıyı yok edip bu yüzey tabakası içinden akmaktadır. Sonuçta, akı yoğunluğu metal sınırında aniden sıfıra düşmemektedir. Fakat perdeleme akımları bölge içinden azalarak geçmektedir. Bu nedenle akımın aktığı derinlik sızma derinliği olarak adlandırılmaktadır. Uygulanan manyetik alanın oluşması akımın sızma derinliğini verir. Süperiletkenlikte mükemmel diamanyetizmadan bahsedilmesine rağmen, aslında manyetik akı çok az da olsa sızmaktadır. Akı yoğunluğu şekil 2.3' te gösterildiği gibi yüzeyden itibaren azalmaktadır [24].



Şekil 2.3. Bir süperiletkenin yüzeyi içinden manyetik alanın sızması [24].

B(0); metalin yüzeyindeki akı yoğunluğudur. Dış manyetik alanın akı yoğunluğu metal içinde λ uzaklığında sabit kalırsa süperiletken içindeki akı miktarı aynı olacaktır. Bir numunede manyetik akı yoğunluğu sızma derinliğinden daha büyüktür. Bir metal içine sızma exponansiyel olarak azalır.

Bununla birlikte uygulanan alanın B(0) akı yoğunluğunun metal içinde bir λ uzunluğu sabit kalmakta ve daha sonra aniden sıfıra düşmektedir. Bu durum Denklem 2.7' de gösterildiği gibidir;

$$B(x) = B(0)e^{\frac{-x}{\lambda}} \quad (2.7)$$

Tablo 2.3' te bazı elementlerin süperiletken özelliklerini belirleyen parametrelerin değerleri verilmiştir.

Tablo 2.3: Bazı elementel süperiletkenler için kritik sıcaklık T_c , sızma derinliği $\lambda(0)$, gerçek koherens uzunluk ζ_0 ve kritik manyetik alan H_c değerleri [12].

<i>Element</i>	T_c (K)	$\lambda(0)$	$\zeta_0(\text{Å})$	H_c (T)
Al	1.1	500	16000	0.01
Pb	7.2	390	830	0.08
Sn	3.7	510	2300	0.03
In	3.4	640	4400	0.03
Tl	2.4	920	-	0.02
Cd	0.56	1300	7600	0.003

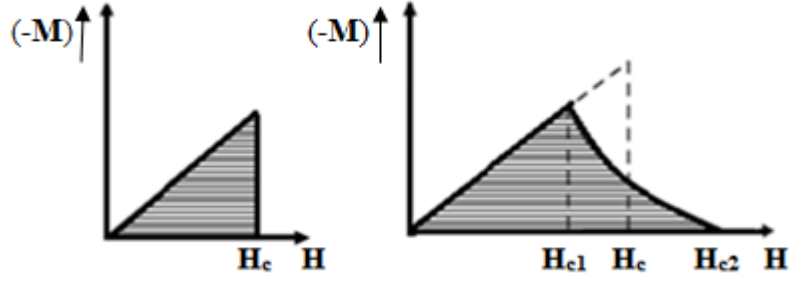
2.1.6. I.ve II. Tip Süperiletkenler

Süperiletken malzemeler manyetik alan altındaki davranışlarına göre iki gruba ayrılırlar. I. tip süperiletkenlerde bir tane kritik manyetik alan değeri vardır. Bu kritik manyetik alan değerine kadar süperiletken malzeme uygulanan alanı tamamen dışarlar bu kritik değer aşıldığı zaman uygulanan alan malzeme içerisine nüfuz eder ve süperiletkenlik bozularak malzeme normal duruma döner. II. tip süperiletken malzemelerde ise kritik manyetik alan değeri, alt kritik manyetik alan (H_{c1}) ve üst kritik manyetik alan (H_{c2}) olmak üzere iki değere sahiptir. Uygulanan manyetik alan alt kritik manyetik alan değerini (H_{c1}) aştığı zaman malzeme içerisine nüfuz etmeye başlar ve malzeme içerisinde hem normal durum hem de süperiletken durum bulunmaktadır. Bu bölgeye karışık durum (mixed state) adı verilir. Uygulanan alan değeri üst kritik manyetik alan değerine kadar artarak malzeme içerisine nüfuz etmeye devam eder ve alan değeri üst kritik alan değerini (H_{c2}) aştığı zaman malzemedeki süperiletkenlik ortadan kalkarak malzeme tamamen normal duruma döner [23].

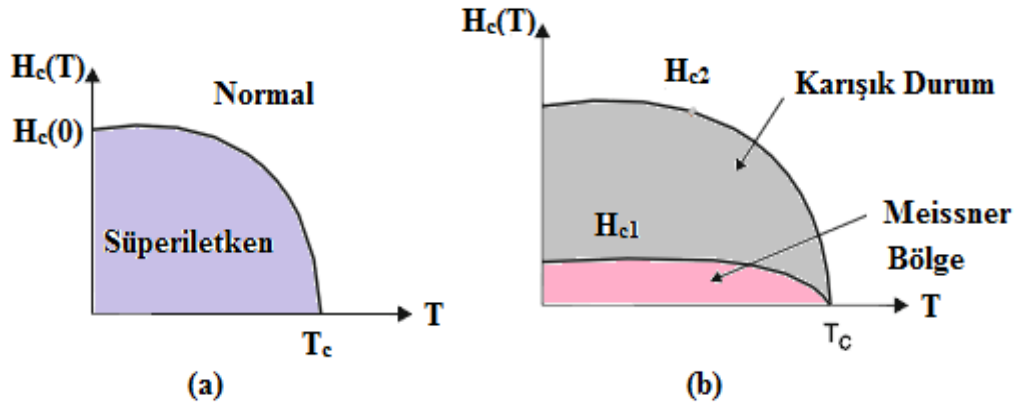
Bunlara ek olarak süperiletken malzemelerin I. tip ya da II. tip süperiletken olup olmadıkları Ginzburg-Landau parametresi ile de belirlenebilmektedir. Bu parametre;

$$\kappa = \frac{\lambda}{\zeta} \quad (2.8)$$

şeklinde ifade edilmektedir. Burada λ ; sızma derinliği ve ζ ; koherens uzunluğudur. $\kappa \ll \frac{1}{\sqrt{2}}$ ise (yani $\lambda \ll \zeta$) malzeme I.tip süperiletkendir ve $\kappa \gg \frac{1}{\sqrt{2}}$ ise (yani $\lambda \gg \zeta$) malzeme II. tip süperiletkenliğe sahiptir. Bu durum Şekil 2.4 ve 2.5 ile gösterilmiştir.



Şekil 2.4. I. ve II. Tip süperiletkenlerde manyetik alana karşı manyetizasyon gösterimi.



Şekil 2.5. (a) I. tip (b) II. tip süperiletkenler için Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi.

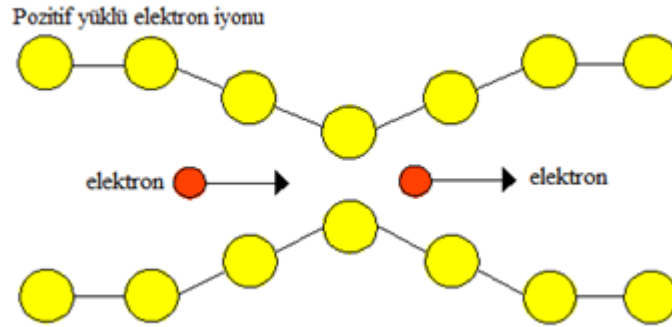
2.2. Süperiletkenlik Teorileri

2.2.1. BCS Teorisi (Mikroskobik Süperiletkenlik Teorisi)

Süperiletkenlik olayının teorik olarak anlaşılması süperiletkenliğin keşfinden 50 yıl sonra gerçekleşmiştir. Süperiletkenliğin mikroskobik teorisi olarak bilinen BCS Teorisi, 1957 yılında Bardeen, Cooper ve Schrieffer tarafından ortaya atılmıştır [25]. Bu teori materyaldeki süperiletkenlik davranışlarını karakterize eden bazı önemli parametrelerin açıklanmasında da oldukça iyi derecede başarılar elde etmiştir. Daha sonra, 1957 yılında, Bardeen, Cooper ve Schrieffer mikroskobik teoriyi açıklamaya başladılar [24]. BCS teorisi, süperiletkenliği mutlak sıfıra yakın değerlerde olan elementleri ve basit alaşımları (I.Tip süperiletkenler) açıklamakla birlikte yüksek sıcaklık süperiletkenlerini açıklamakta yetersiz kalmaktadır.

BCS teorisine göre; negatif yüklü bir elektron, süperiletkendeki pozitif yüklü iyonun yanından geçerken iyonlar içeri doğru büzülür. Bu ise elektronun etrafında fonon taneciklerinin bir araya gelerek pozitif bir alan oluşturmasına neden olur. Elektron o bölgeyi terk etmeden ve iyon tekrar normal konumuna dönmeden önce ikinci bir elektron o bölgeye çekilir. Böylelikle birbirini itmesi gereken iki elektron birbirine bağlanır.

Süperiletkenlerde öndeki elektronun oluşturduğu pozitif alan hemen arkasındaki elektronu kendine çeker, bu ise tüm elektronların pozitif yüklü iyonların titreşimiyle eş-titreşime (rezonans) girerek tek bir çizgi üzerinde dizilir ve direncin kırılmasını sağlar. Şekil 2.6' da Cooper çiftlerinin kristal bir örgü içerisinde geçerken izlediği yol gösterilmektedir [26].



Şekil 2.6. Kristal örgüde hareket eden Cooper çiftlerinin şematik gösterimi.

2.3. Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Oksitli süperiletkenler 1986 yılı sonlarında Bednorz ve Müller tarafından keşfedilmiştir [27]. Bu malzemeler 90 ile 125 K aralığında geçiş sıcaklığına sahiptirler. Bednorz ve Müller eksik perovskite yapıları $\text{La}_{2-x}\text{Ba}_x\text{CuO}_4$ ($T_c \sim 35$ K) gibi oksitli yüksek sıcaklık süperiletkenini keşfettiler. Daha sonra, Paul Chu ve meslektaşları [28] T_c değeri 90 K olan ve genel formülü $\text{LnBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ($\text{Ln}=\text{Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm}$ ve Yb) olan ve 123 olarak adlandırılan oksitli bileşiği keşfettiler. Sıvı azot (N_2) sıcaklığı üzerindeki bu süperiletken malzemenin keşfi yüksek T_c 'li ve oksitli bileşikler olan yeni bir sınıfın yoğun bir şekilde araştırılmasını arttırdı ve hızlandırdı.

Daha sonra 1988 yılında bu oksitli bileşiklerin üyesi olan Bi-Sr-Ca-Cu-O ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sistemleri 60 ve 125 K arasındaki süperiletkenlik serisi bulundu [29,30]. La, Y, Bi, Tl ve Hg-tabanlı bakır oksit ailesinde süperiletken akım taşıyıcıları elektron ya da hole çiftleridir. Bunun aksini yüksek sıcaklık süperiletkenlerde Takura ve arkadaşları (1989) keşfetti, taşıyıcılar elektron çiftleridir. Tablo 2.4’ de bazı süperiletken malzemelerin geçiş sıcaklıkları verilmiştir.

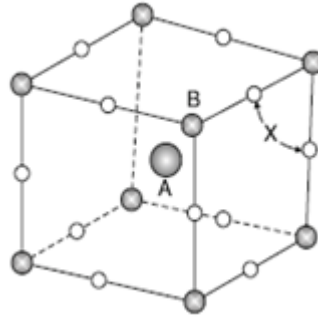
Tablo 2.4. Bilinen bazı süperiletkenlerin geçiş sıcaklıkları [31].

Geçiş sıcaklığı (K)	Materyal (malzeme)	Sınıf
133	$\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$	Bakır oksit süperiletkenleri
110	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (BSCCO)	
90	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (YBCO)	
77	Sıvı azotun kaynama noktası	
55	SmFeAs (O, F)	Demir(Fe)-tabanlı süperiletkenler
41	CeFeAs (O, F)	
26	LaFeAs (O, F)	
20	Sıvı hidrojenin kaynama noktası	
39,2	MgB_2	Metalik düşük sıcaklık süperiletkenleri
18	Nb_3Sn	
10	NbTi	
9,2	Nb	
4,2	Hg	

2.3.1. Y-Ba-Cu-O (YBCO) Süperiletken Sistemi

Perovskite Yapı

Perovskite' ler belirli atomik düzene sahip olan seramiklerdir. En iyi şekilleri genelleştirilmiş ABX_3 formülü olarak tanımlanan ideal formdaki üç farklı kimyasal elementin (A, B ve X) 1:1:3 oranında verilen kübik yapıdan oluşmaktadır. A ve B atomları metalik katyonlar (pozitif) ve X atomları ise metalik olmayan anyonlar (negatif) dir. İki çeşit metalden büyüğü olan A katyonu her bir küpün merkezinde B katyonu ise küpün sekiz köşesinde bulunur ve X anyonu ise küpün on iki kenarının ortasında bulunur. Perovskite yapı Şekil 2.7' de gösterilmiştir [32].



Şekil.2.7. Perovskite yapı ABX_3 [32].

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Bileşiğinin Yapısı

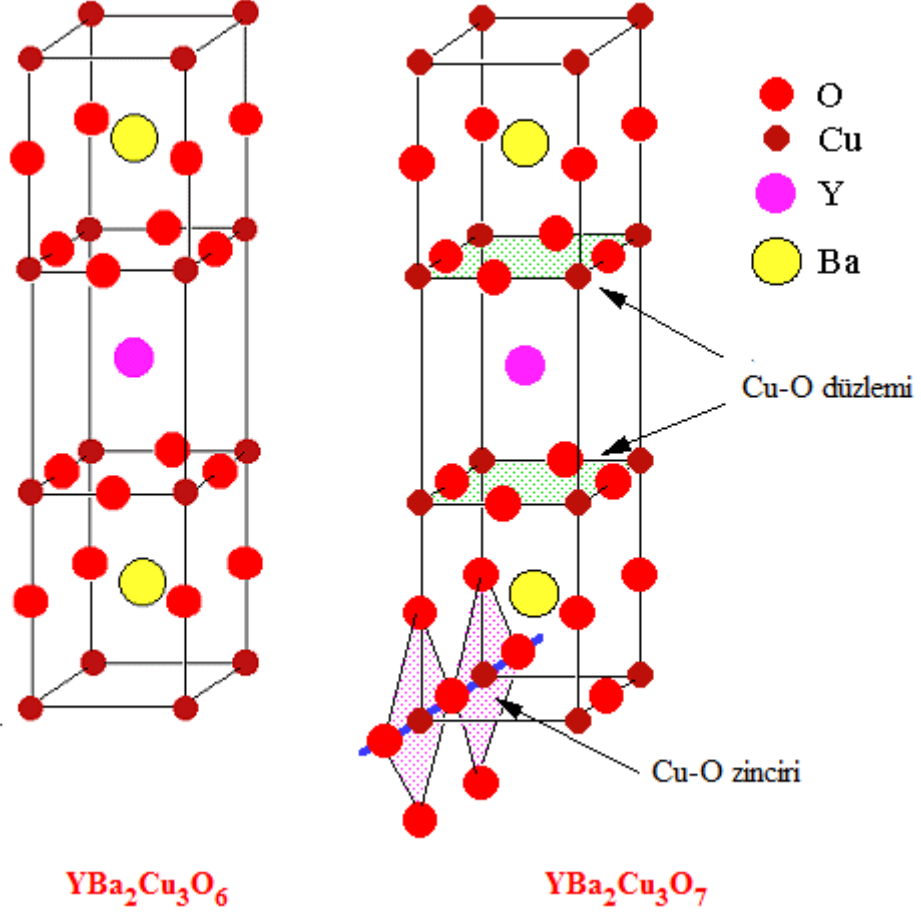
Kritik sıcaklığı sıvı-azot sıcaklığının 77 K üzerinde ($T_c > 77$ K) bulunan ilk süperiletken bileşik " $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ " dir. Üç farklı elementten oluşan $YBa_2Cu_3O_7$ bileşiğinin birleşme oranları sırasıyla yitrium 1, baryum 2 ve bakır 3' tür. Kısaca bu malzeme "123" olarak adlandırılır. $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğindeki "x" değeri oksijen eksikliğini gösteren bir parametredir. Bu bileşiğin kristal yapısı, oksijen miktarına bağlıdır [33]. $YBa_2Cu_3O_7$ ' nin birim hücresi üç tane basit kübik (pseudocubic) olan perovskite birim hücreden oluşur. Her bir perovskite birim hücresinin merkezinde Y ya da Ba atomları bulunur; ortadaki bir Y atomunun altında ve üstündeki birim hücrelerde Ba atomları yer alır. Böylece Y ve Ba atomları c-ekseni boyunca [Ba-Y-Ba] şeklinde dizilir. Birim hücrenin tüm köşelerinde Cu atomu bulunur ve bunun Cu(1) ve Cu(2) olmak üzere iki farklı düzeni vardır bunları oksijen takip eder. Oksijen için dört

kristallografik bölge vardır; O(1), O(2), O(3), O(4) 'tür [34]. Y ve Ba' un oksijen ile çoklu bağları farklıdır. Perovskite birim hücrenin üçlü olması 9 oksijene yol açar, oysaki $YBa_2Cu_3O_7$ bileşiği 7 oksijen atomuna sahiptir bundan dolayı oksijen eksikliğinden kaynaklı perovskite yapı oluşmaktadır. Yapıda farklı tabakaların dizilimi (CuO) (BaO) (CuO₂) (Y) (CuO₂) (BaO) (CuO)' dir.

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ birim hücrelerinin temel özelliklerinden biri iki CuO₂ tabakasının olmasıdır. Y atomunun konumu iki CuO₂ tabakasının arasında boşlukta yer almaktadır. CuO₂ iletim tabakaları arasındaki bölgeler Ba ve oksijen atomlarına bağlanan bakır iyonlarını içerir. Yük depolama tabakaları olarak görev yaparlar. Bakırların iki rolü vardır. Her birim hücredeki iki Cu atomu iletim tabakası içerisinde yer alır ve CuO₂ düzlemi süperiletkenlikte rol oynar. Üçüncü bakır atomu CuO₂ düzleminde yük miktarını kontrol eden ve bu sayede elektron iletimini ve süperiletkenlik için taşıyıcıları sağlayan yük taşıma tabakasının lineer zincirinde yer almaktadır. Bu bileşikteki Cu-O zincirleri süperiletkenlikte önemli bir rol oynadığı bilinmektedir. $x \approx 0.5$ ' de yapı ortorombik olduğunda $T_c \sim 92$ K olmaktadır. Süperiletkenlik $x \approx 0.6$ ' da kaybolmakta, YBCO'da yapısal geçiş ortorombik yapıdan tetragonal yapıya doğru oluşmaktadır [35].

Yüksek sıcaklık süperiletken fazı $YBa_2Cu_3O_7$ formunda bir ortorombik yapı olup Pmmm uzay grubuna sahiptir. Yapıdaki dörtlü bileşik oranları yaklaşık 1:2:3:7 şeklinde olabilmektedir [36]. Ortorombik yani süperiletken olan fazın örgü parametreleri $a=3.8591$ Å, $b=3.9195$ Å, $c=11.8431$ Å ve $V=179.137$ Å³ şeklindedir [37].

Uygun sıcaklık işlemi uygulanmasıyla elde edilen düşük oksijen konsantrasyonunda yapı tetragonal yapı olarak bilinir. Bu fazın ideal yapısı O(1) bölgesindeki zincirden oksijen iyonunun uzaklaştırılmasıyla ortorombik Pmmm yapısından farklı olan $YBa_2Cu_3O_6$ bileşiği şeklinde tanımlanabilir. Sonuçta yapı P4mmm uzay grubuna sahip olup birim hücre parametreleri $a=b=3.9018$ Å, $c=11.9403$ Å ve $V=181.781$ Å³ tür [37]. Bundan dolayı O(1) iyonunun kaybolması sonucu içyapı parametrelerinin görünümünde az da olsa değişikliğe neden olmaktadır. Şekil 2.8' de YBCO bileşiğinin tetragonal ve ortorombik yapıdaki oksijen atomlarının dizilişleri gösterilmektedir.



Şekil 2.8. YBCO Bileşiğinin Tetragonal ve Ortorombik yapıları [38].

Yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin kristal yapıları genellikle karışıktır. En iyi yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerden biri olan YBCO' nun diğer seramik süperiletkenlere göre avantajları;

- 1- T_c değeri 77 K üzerinde olan ve kararlı dört elementli bileşiktir.
- 2- Toksik elementler ve uçucu bileşikler içermemektedir.
- 3- Tek fazlı YBCO malzemesi hazırlamak kolaydır.
- 4- Diğer yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerden daha az anizotropiktir, yüksek manyetik alanlarda yüksek akım yoğunluğu taşır.

2.3.2. Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzemelerin Kullanım Alanları

1986 yılında yüksek sıcaklık süperiletkenlerin keşfinden beri HTS malzemelerin tel uygulamaları çok fazla gelişmiştir. Uygulama alanları yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin birkaç ailesinde bulunmaktadır. Hg ya da Tl bileşikler sırasıyla 134 K ve 125 K yüksek T_c değerlerine sahiptir. Çevresel açıdan bakılırsa BSCCO ve YBCO süperiletkenleri sırasıyla 110 K ve 92 K' de yaklaşık T_c değerlerinin elde edilmesinden dolayı gelişim ona odaklanmıştır. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerine genel bakış özellikle güç uygulamalarında görülmektedir [39]. Bunlar HTS' ler için ekonomi açısından oldukça yararlıdır. Pek çok HTS uygulamaları ya da ilk örnekleri başarıyla test edildiği bulunmuştur.

Süperiletkenlik uygulamaları tıpta, bilimde, güç sistemlerinde, mühendislikte, taşımacılık ve elektronik gibi pek çok alanda kullanıldığı bulunmuştur. Süperiletkenliğin en önemli uygulamalarından biri MRI magnetler (mıknatıs), NMR magnetler, hızlandırıcı magnetler gibi süperiletken magnetlerdir.

Süperiletken bulk (katı) uygulamaları: YBCO bulk süperiletkeni yaklaşık 1000 °C üstündeki sıcaklığa çıkartılıp ardından yavaşça soğutulduğundaki yarı-erime halinin kullanımı artmıştır. Bulk malzeme yapı olarak tek kristale benzemektedir ve 10^5 A/cm² den daha da büyük kritik akım değeri sıvı-azot sıcaklığında elde edilmektedir [40].

Güç uygulamaları: Süperiletkenlikteki bu uygulamalar elektrik güç sistemindeki olası etkileri iki gruba ayırmaktadır [41]. Birincisi süperiletkenlerde iletkenliğe karşı gelen değişimlere örnek olan kablolar, motorlar, jeneratörler ve transformatörleri içermektedir. İkincisi ise sıradan materyallerin kullanıldığı sınırlı kapasiteye sahip iletkenlerin kullanıldığı teknolojiyi içermektedir.

Magnet uygulamaları: HTS' ler için diğer bir uygulama alanı magnetlerdir. Buradaki amaç yüksek sıcaklık olmadan fakat düşük sıcaklık süperiletkenlerin sınırında yüksek manyetik alan seviyelerinin araştırılmasıdır. Kullanımının olduğu bölgeler;

- 1-NMR için yüksek alan magnetler
- 2- MRI için yüksek alandaki yaygın yüksek dalgalı magnetler
- 3- Hızlandırıcılar için yüksek alan magnetler

MRI sistemlerinde ilk olarak sürekli mıknatıslar kullanıldı. İlk süperiletken MRI sistemi, Oxford Instruments Ltd. tarafından 1979 yılında yapıldı. Bununla birlikte yüksek manyetik alan elde etmek için süperiletken mıknatıslar kullanıldı. Örneğin

ticarete bir süperiletken manyetik uygulama alanı genellikle düşük sıcaklık alaşımı olan NbTi süperiletken kullanım yeri tıbbi manyetik rezonans görüntüleme (MRI)' dir. NbTi kullanımında maximum manyetik alan değeri 8T' da olmuştur. 8T üzerindeki manyetik alan üretimi için intermetalik süperiletken olan Nb₃Sn kullanılmaktadır. Nükleer manyetik rezonans (NMR) sistemi MRI sistemiyle aynı prensibe sahiptir fakat materyal analizlerinin temelinde kullanılmaktadır. Yüksek manyetik alanda yüksek çözme gücüne ihtiyaç vardır. 1GHz üzerinde NMR yapıldığında 23 T' dan daha fazla çok yüksek alana ihtiyaç vardır ama Nb₃Sn ile yüksek alanda üretim yapmak zordur. Bundan dolayı kullanım için süperiletken magnet BSCCO tel geliştirilmiştir [42].

Railway Japan Şirketi ve Sumitomo elektrik endüstrisi Bi-2223 süperiletken bandı kullanılarak maglev treni için bir magnet yapmıştır. Bu magnet verilen değerlere göre 1m uzunluğunda ve 50 cm yüksekliğinde yirmi krep şeklinde halka içermekte ve yarış pisti şeklindedir. Bu magnetin merkezinde 2.5 T' lık manyetik alan üretilmiş ve 20K sıcaklığında çalıştırılmıştır. Magnet trenin 500 km/h hızında olduğu bulunmuştur.

SQUID (Süperiletken Quantum İnterference Devices) şeklinde tanımlanır. SQUID kullanımı süperiletkenlikte yaygın olarak kullanılan bir sensördür. SQUID sisteminde düşük sıcaklık süperiletkeni Nb kullanılarak yapı ve karakteristiği bilinir. Manyetik alanın algılanması ve ölçülmesinde kullanılan yüksek duyarlılık gösteren bir cihazdır. SQUID' lerin kullanım alanları; tıbbi teşhis. Jeolojik tahminler, ölçüm aletleri gibi temel fizik konularını kaplayacak şekilde uygulama alanlarına sahiptir [43]. SQUID sensörlerle insan kalbi ve aktivitelerinin "invivo" yöntemiyle ilk kez 1970 yılında düşük sıcaklık süperiletkeni (LTS) ile gerçekleştirilmiştir [44]. Bunlara ek olarak endüstriyel alanda, magnetler, sensörler, manyetik ayırma ve dönüştürücülerde kullanılmaktadır.

2.4. İnce Film Kaplama Teknikleri

Yüksek sıcaklık ince filmlerle ilgili ilk çalışma 1987 yılında yapılmıştır [45]. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerin gelecekteki pek çok mikro elektronik uygulamaları için yüksek kritik akım yoğunluğu, geniş bölge kaplanması ve düşük maliyet imkânından dolayı ince film kullanımı gerekmektedir [46]. Kaplama tekniklerinin bilimsel çalışmalarda ve sanayi uygulamalarındaki önemi hızla artmaktadır. Bunun yanı sıra ince filmlerdeki J_c değerinin katı (bulk) malzemelere göre daha büyük olduğu bulunduğu için kaplama teknikleri geliştirilmiştir [47].

İnce film kaplama teknikleri genel olarak iki grupta bulunur. Birincisi; fiziksel buhar kaplama (PVD) ve ikincisi; kimyasal buhar kaplama (CVD) şeklinde sınıflandırılabilir. YBCO ince film kaplamalarında yaygın olarak kullanılan kaplama teknikleri; Elektron ışın (Beam) buharlaştırma, Moleküler Beam epitaksi (MBE), Püskürtme (Sputtering) , Pulsed Lazer kaplama (PLD), metal organik kimyasal buhar kaplama (MO-CVD), sprey piroliz teknikleridir.

Fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemi hedef üzerine buharlaştırma, süblimleşme ya da iyonik çarpma gibi bir katıdan atomların geçişini kolaylaştıran fiziksel yöntem tekniğidir [48]. Buharlaştırma tekniği ince film kaplama tekniklerinden en eskisi olmasına rağmen termal buharlaştırma ve vakum buharlaştırma endüstride metal ve metal alaşımları kaplamaları laboratuarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [49, 50]. Bu yöntemde izlenmesi gereken adımlar aşağıdaki gibidir:

- a) Buhar, bir kaynak malzemeden kaynatılarak ya da süblimleştirilerek uzaklaştırılır.
- b) Buhar, kaynaktan altlığa nüfuz eder.
- c) Buhar altlık yüzeyinde bir katı film olarak yoğunlaştırılır.

Elektron Işın (Beam) Buharlaştırma; Bu teknik 5-10 Kev aralığındaki enerji ile elektron ışınlar üretilen termiyonik bir şekilde kullanımı içerir, manyetik bir şekilde soğuk su tutucusuna yerleştirilen elementel, metalik, alaşım ya da oksit hedefler üzerine odaklanır ve yönlendirilir. Kompleks seramik kompozisyonlu bileşikler farklı erime noktalarına sahiptirler ve buhar basıncı bu metot ile benzer şekilde buharlaşmaz böyle durumlarda, simetrik olmayan filmlerin kaplanması başarılmıştır. YBCO yüksek sıcaklık süperiletken filmlerin kaplanması Y-Ba-Cu-O materyallerin tek fazlı hedef üzerine buharlaştırıldığı görülmüştür [51]. Burada karşılaşılan en büyük problem hedef sıcaklığıyla ayrıştırılan CuO, BaO ve Y₂O₃ gibi orijinal ve sabit oksitlerdir.

Moleküler beam epitaksi (MBE); bu yöntem yüksek bir vakum altında çalışmaktadır. Tek kristal epitaksiyel film büyüme için kolaylıkla kontrol edilebilen fakat karmaşık bir yöntemdir [52, 53]. Bu metot epitaksiyel bileşiğin yarı iletken ince filmlerin kaplanmasında kullanılır. Kwo ve arkadaşları seramik süper iletken filmlerin hazırlanması için bu tekniği kullanmışlardır [54]. Filmler, kimyasal reaksiyon, epitaksi ve artan tepkenlerin yeniden buharlaştırılması için uygun sıcaklıkta tutulan altlık üzerine kaynak hücrelerinden filmin elementel ve moleküler bileşikleri tek kristal altlık üzerinde şekillendirilmiştir. En yaygın biçimde çalışılan malzemeler silikon-galyum

yarıiletken bileşenlerin epitaksiyel tabakalarıdır. MBE' nin avantajı, silikon için 400 °C ile 800 °C [55] , aralığında ve galyum arsenik için 500 °C ve 600 °C [56] gibi düşük sıcaklık aralığında çalışma olanağı sağlamasıdır. MBE' deki film büyütmenin güçlü yöneliminden dolayı kritik akım değeri püskürtme ve buharlaştırma yöntemleri ile karşılaştırıldığında daha yüksektir. YBCO süperiletken filmlerde yüksek geçiş sıcaklığı SrTiO₃ ve MgO altlıkları üzerinde elde edilirken Si altlığı üzerinde görülmemiştir. Analitik malzeme ile birleştirilmiş olan birçok üretim sistemleri günümüzde bulunmaktadır [53]. Ürün miktarı, karmaşık işlem prosedürü ve pahalı malzemeler kullanımından dolayı bu teknik günümüzde fazla kullanılmamaktadır.

Püskürtme (Sputtering); Bilinen en basit film hazırlama yöntemidir. Bombardıman iyonlarından yüzey atomlarına momentum transferi ile elektrot yüzeyinden yüzey atomlarının atılmasıyla gerçekleşen bir yöntemdir [57, 58]. Bu tanımdan püskürtmenin aşındırma yöntemi olduğu açıktır, aslında yüzey temizlemek ve numuneyi tanımlamak için kullanılmaktadır. Çünkü püskürtme buharlaştırma kaplamalarına benzer film kaplama metodu olarak kullanılsa da elektrot malzemenin buharı ile üretilir. Bu yöntem aslında fırlatılan atom ile hedef atomları arasındaki elastik çarpışmayı içerir. Fırlatılan atom, bilinen soygaz iyonu (Ar⁺) püskürtme hedefine doğru hızlandırılır. Yüksek sıcaklık filmlerin büyütülmesinde kullanılan ince film kaplama tekniklerinden en önemlilerinden bir tanesi bu tekniktir. İlk olarak süperiletken ince filmlerin püskürtülmesi ile Sr-La-Cu-O malzemesi üretilmiştir, fakat pek çok çalışmada YBCO malzemeleri kullanılmaktadır [59]. Tüm püskürtme teknikleri günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Pulsed Laser Deposition (Atımlı lazer Kaplama-PLD); yüksek kaliteli YBCO ince filmlerin hazırlanması için etkili bir tekniktir. Yüksek sıcaklık süper iletken malzemelerin pulsed lazerle ilk uygulamaları Bellcore-Rutgers grubu tarafından 1987 yılında yapılmıştır. Bu kaplama yöntemi, kimyasal bileşiklerin kontrol edilmesiyle alaşım ya da bileşiklerin kaplanması için kullanılan bir yöntemdir. Lazer kaplamada KrF excimer lazer gibi yüksek güç pulsed lazer quartz cam içinden kaynak malzemenin hedef üzerine ışınlanmasıdır. Bir quartz merceği hedef kaynak üzerine düşen lazer kuvvetinin enerji yoğunluğunu artırmak için kullanılır. Yüzeyde oluşan atomlar numune yüzeyinde ince film oluştururlar. Günümüzde bu yöntem tekdüze kaplamaların sınırlandırılmış bölgelerine sahiptir ve mikro yapıdaki damlalar ve parçacıklar hedeften dışarı atılır [60]. YBCO' nun PLD filmlerin lazerin malzemeye çarptırılmasıyla

çökelmeler oluşur. Lazerden dolayı düşük sıcaklıklarda yüksek kalitede filmler elde edilir. PLD tekniği diğer yöntemlere göre daha düşük sıcaklıklarda işlem görmektedir.

Kimyasal Buhar Kaplama (CVD); kaplanan malzeme içindeki uçucuların buharlaştırılıp ve buharlaşan gazlar termal olarak diğer gazlarla reaksiyona girdiğinde, altlıkta buhar ya da sıvı şeklinde kaplanır bu duruma kimyasal buhar kaplama denir. CVD, saf metallerin, yarı iletkenlerin ve yalıtkanların kaplanmalarında kullanılan bir tekniktir. Bu metotun avantajı, yüksek kaplama oranı, istenilen genişlikte stokiyometri kontrol imkânı, kristal yapı film morfolojisi ve yönelimi, oldukça düşük sıcaklık işlemi ve tek faz filmler büyütme olanağını sağlamaktadır. Dezavantajları, tepken gazların toksitli ve aşındırıcı olmalarına ek olarak kaplama sıcaklığı altlık yapısındaki değişim ve ara yüzeyindeki difüzyon geçirilimi yeteri kadar yüksek olmamasıdır [61, 62].

Metal-Organik Kimyasal Buhar Kaplama (MO-CVD); Organometalik bileşiklerin ya da hibritlerin çeşitli kompozisyonlarının birlikte piroliz edilmesiyle yarı iletken malzeme bileşiklerinin ince tabaka şeklinde büyümesi genellikle metal organik kimyasal buhar kaplama (MO-CVD) olarak adlandırılır. Teknolojide optoelektronik ve yüksek hız elektronik aletlerin üretiminde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Genellikle süperiletken oksit ince filmlerin kaplanması için uygun bir yöntemdir [63].

Sprey Piroliz yöntemi; basit ve ucuz bir teknik olması ayrıca vakum gerektirmeyen ortamlarda çalışmasından dolayı tercih edilmektedir. Bu yöntemle malzeme elde edilmesi kısaca şu şekilde olmaktadır, istenilen bileşiğin atomlarının oluşturduğu, eriyebilen tuzları içeren çözelti sıcak altlık üzerine püskürtülür. Her püskürtülen damla sıcak olan altlık üzerine endotermik olarak çekilen tek kristalin oluşmasını sağlar ya da üretilen bir kristalin demet şeklinde oluşmasını sağlar [64].

Tüm film kaplamalarında, kaplama yapıldıktan sonra ısıl işlem uygulanır ve meydana gelen pek çok film altlık etkileşimi bu işlem boyunca gerçekleşir. Film-altlık etkileşimi; film-altlık arasındaki reaksiyon oluşumu, örgü uyumu ve film-altlık arasındaki termal genişleme katsayı uyumu şeklinde olabilir. YBCO süperiletken malzemesinin ince film çalışmalarında kullanılan altlık çeşitleri Si, Al₂O₃, SrTiO₃, MgO ve ZrO₂ şeklinde sıralanabilir. Kaplanan ince filmlerin farklı uygulama alanlarına göre şu şekilde sıralayabiliriz; elektronik bileşenlerin üretimi özellikle mikroelektronik entegre devrelerinde, optik kaplamalar güneş pillerinde, veri depolanması için manyetik filmlerde, optik verileri depolama aletlerinde, sert yüzey kaplamalarında, cam kaplamalarında, tıbbi alanlarda ve süsleme alanlarında kaplama yapılmaktadır.

Tez kapsamında YBCO film üretimi için tercih edilen kimyasal buhar kaplama tekniklerinden biri olan Ultrasonik Sprey Piroliz yöntemi kullanılmıştır.

2.5. Ultrasonik Sprey Piroliz (USP) Yöntemi

Ultrasonik sprej piroliz yöntemi metal ve oksitli bileşiklerde mikrometre altında parçacık hazırlamak için kullanılmıştır [65]. USP yöntemi küçük boyutta parçacık sentezi ve küresel şeklinden dolayı yüksek-yoğun seramik numunelerin üretimi için bir yöntemdir [66].

Ultrasonik sprej piroliz yöntemi bir kimyasal buhar kaplama yöntemidir. Bu yöntemin endüstriyel alanda bir hayli kullanışlı olması ve kaplama sırasında vakum gerektirmeyen ortamda yapılabilirliği avantaj sağlamaktadır. USP; gaz akış oranı, gaz kompozisyonu, başlangıç çözelti konsantrasyonu ve stokiyometrisi gibi birçok parametreler gerektirir [67, 68].

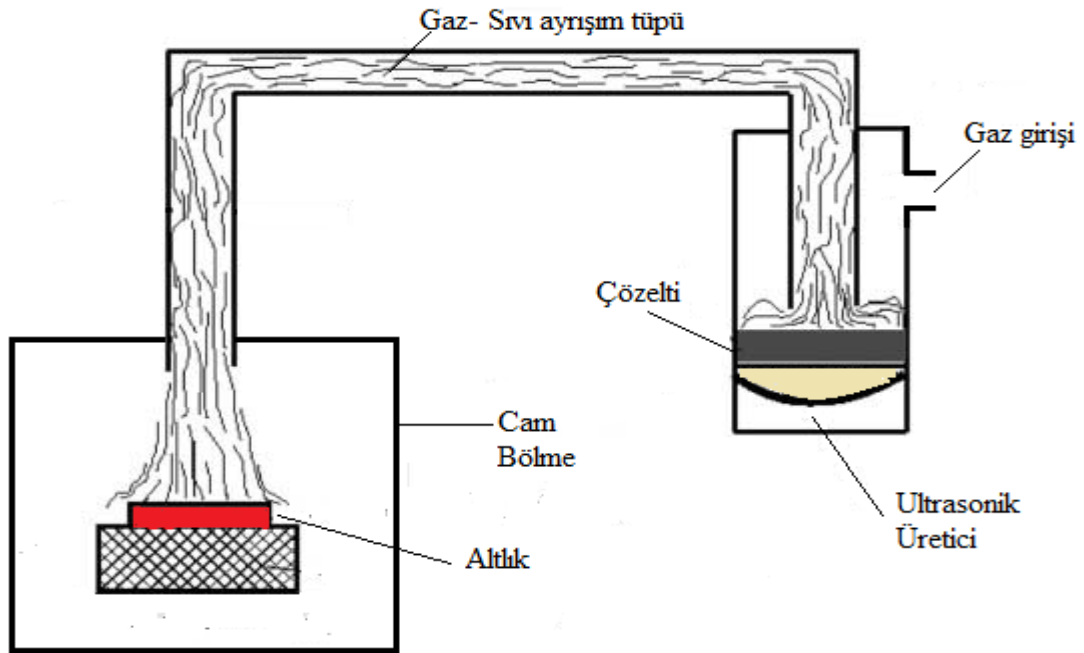
Ultrasonik sprej piroliz için belirlenen kimyasal faz kompozisyonu ile yüksek saflık, homojen seramik tozlar, mikrometre altında yapı sentezi, küçük parçacıklı boyut dağılımı ve düşük ısıtma sıcaklığına bağlı olan bir yöntemdir. Bu yöntemle üretilen aerosolların yüksek sıcaklık fırını içinde oluşturulan kolloit ya da süspansiyonu (katı-sıvı) başlangıç çözeltisinin ultrasonik atomizasyonundan oluşur. Bu yöntemin avantajı yukarıda belirtilen tüm işlemlere ek olarak her bir damlacık/parçacık aynı reaksiyon şartları altında ve daha sonra işlemde öğütme gerektirmemektedir.

Konsantrasyon, pH, başlangıç çözeltisinin homojenliği, başlangıç malzemesinin tipi ve damlacıkların sıcaklık oranı gibi işlem parametreleri kontrol edilerek morfolojisi, boyut dağılımı, homojenlik ve hazırlanan parçacıkların faz kompozisyonunu kontrol etmek mümkündür [69,70]. Ayrıca sıcaklık nano-yapı ve elde edilen piroliz parçacıklarının kristalizasyonunu da etkiler.

2.5.1. USP Yönteminin Çalışma Prensibi

Ultrasonik sprej piroliz ilk aşamada ultrasonik atomizer tarafından oluşturulan damlacık boyutu 2-4 μm arasındaki başlangıç atomizasyonu küçük parçacıkların dağılım boyutu kullanılan sistemde küreselliği oluşturmak için kullanılan etkili bir metottür. Damlacık birkaç MHz ya da 1 MHz' den daha küçük frekansta ultrasonik osilatör kullanılarak üretilir [71, 72].

Ultrasonik sprej piroliz yönteminin deney düzeneği Şekil 2.9' deki gibi kurulmuştur. Kimyasal çözelti 2.4 MHz dönüştürücü içeren ultrasonik nebulizer ile mikro boyutta damlacıklar püskürtülmüştür. Başlangıç çözeltisi giriş tarafından kap içerisine döküldü. Nebulize edilecek olan numune daha sonra yüksek kalitede filmler elde etmek için altlık üzerine kaplandı. Kaplama oranı, taşıyıcı gaz akış oranı, altlığın sıcaklığı ve başlangıç konsantrasyonu kontrol edildi. İyi kalitede film hazırlamak için altlık ile ultrasonik nebulizer arasındaki uzaklık, çözelti ve taşıyıcı gaz akışı gibi parametreler uygun hale getirildi.

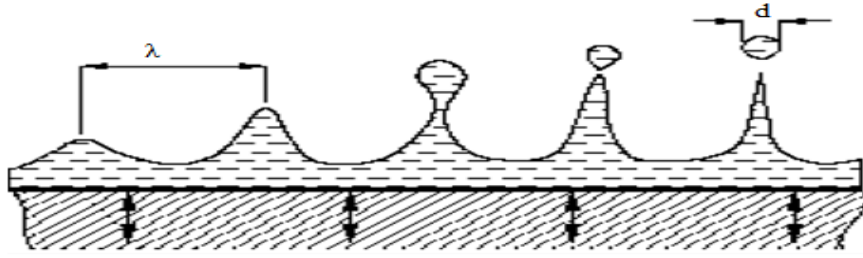


Şekil 2.9. Ultrasonik Sprey Pirolizin genel şeması.

Atomizasyon işleminde damlacık şekillenimi sıvı yüzeyinde artan dalgaların hızlı bir şekilde gelişmesine sebep olmaktadır. Bu dalgaların değişkenliğine iç sebep olarak; nozzle (ağız) titreşimi, sıvı girdabı, damlacık sıvı basıncına dış sebep olarak; çevre ile etkileşimine bağlıdır. Ultrasonik atomizasyonda dalga büyümesinin asıl

kaynağı piezoelektrik nozzle' in titreşimidir. En hızlı büyüyen yüzey dalgasının dalga boyu Sindeyihbure tarafından belirlenmiştir [73]. Ortalama damlacık çapı sabit olmayan yüzey dalgasının tepesinden ayrılan damlacıklardan oluştuğu bulunmuştur [74]. Ultrasonik titreşim filmde yüzey dalgasına sebep olmaktadır.

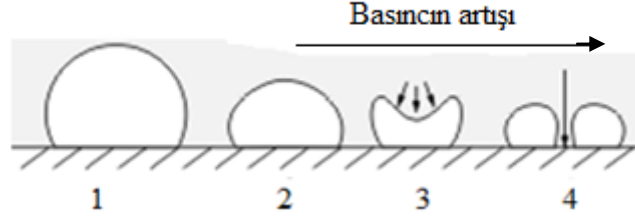
Frekans değeri ayarlı iken düzenli küresel hücreler rezonans frekansına ulaşmadan önce Sindeyihbure tarafından yüzeyde oldukları gözlemlenmiştir [73]. Rezonansa ulaştığı zaman Şekil 2.10' da damlacıklar kopana kadar genişliğin arttığı ve düzenli küresel hücrelerin aynı boyutta damlacıklar üretildiği gözlemlenmiştir.



Şekil 2.10. Ultrasonik spreylerde damlacıkların ayrılma mekanizması.

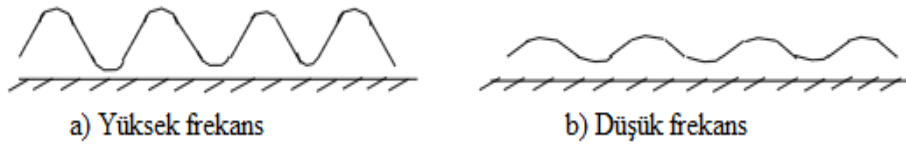
Atomizasyondan önce serbest film yüzeyinde ultrasonik frekans arttırıldığında dalga boyunun azaldığı görülmüştür. Damlacık boyunun ölçümü ortalama damlacık çapının frekans değeri arttıkça azaldığı görülmüştür [75]. Frekans değeri 20 kHz' den büyük olan titreşim yüzeydeki akışkanın damlacık şeklinde kopmasına izin verdiği zaman sıvıdan film oluşturulur. Bu olay ultrasonik atomizasyon olarak adlandırılır. Ultrasonik atomizasyon sırasında sıvının dağılma mekanizmasını açıklamak için kavitasyon ve kapiller dalga hipotezi olmak üzere iki hipotez kullanılmaktadır.

Kavitasyon hipotezi: Genellikle yüksek frekansa (16 kHz-2 MHz) ve yüksek enerji yoğunluğuna sahip sistemlerde uygulanmaktadır. Bir sıvı film ultrasonik banyoda tutulduğu zaman kavitasyon kabarcıkları oluşur. Kabarcıklar özellikle sıvının yüzeyine yakın yerlerde düzgün olmayan salınımlar yaparak yüksek yoğunlukta hidrolik bir patlama oluşturur. Bu patlamanın başlangıcında sıvı film üzerine dağılır ve damlacıkların doğrudan bölünmesine neden olur. Bu oluşum aşağıda verilen Şekil 2.11' de gösterilmiştir.



Şekil 2.11. Yüksek basıncın sıvı damlacıkları üzerine etkisi [76].

Kapiller dalga hipotezi: Taylor değişkenine dayanır [77]. Kapiller dalga bir tepe ve iki dalga arası çukurdan oluşmaktadır. Değişen salınımdan dolayı katıdan uzaklaşan sıvı kapiller dalga yüzeyinin tepesinden kopmasıyla meydana gelir. Bu yüzden damlacıklar dalga boyuyla orantılı olan tanecikler tepeden üretilir. Ses ötesi frekansın artması ile kapiller dalga boyu azalır ve bundan dolayı yüksek frekansta istenilen küresel damlacıkların üretimi sağlanır. Kapiller dalga teorisiyle desteklenen ortalama damlacık boyutu ve kapiller dalga boyu arasında bir ilişki bulunmaktadır. Lang bunların görüntülerini alarak yüzey uzaklığını ölçtü [78]. Sıvı yüzeyinde oluşan dalgalar hiçbir şekilde üst üste gelemeyeceğini bunun yanı sıra çeşitli frekanslar ve dalga boyunun kullanıldığı yüksek frekansların küçültülmesiyle dalga boyunda büyük farklılık oluştuğu bulunmuştur. Bu durum Şekil 2.12’ de a) Yüksek frekans b) Düşük frekans altındaki titreşimi göstermektedir.



Şekil 2.12. Yüksek ve Düşük frekans altında kapiller dalganın oluşum şekli.

Ses ötesi dalgasından etkilenen atomizörün pek çok çeşidi olmasına rağmen kapiller dalga atomizörlerin çoğu yaygın olarak kullanılmaktadır. Düşük frekans atomizörlerin genlik gereksinimi 3 mikrometreden fazladır, 10-100 W güç çıkışına sahiptir. Basınç kullanmaksızın düşük sıvı akışkanlığından ($20 < mPa$) iyi damlacıkların üretimine yardımcı olmaktadır. Kapiller dalganın x-ekseni boyunca hareket eden hava akış hızı (u) denklem 2.8, dalga boyu (λ) ise Denklem 2.9 ile verilmektedir [79].

u ve λ sırasıyla;

$$u = \frac{w}{k} = \sqrt{\frac{2\pi\sigma}{\lambda\rho}} \quad (2.8)$$

$$\lambda = \sqrt[3]{\frac{8\pi\sigma}{\rho f^2}} \quad (2.9)$$

Burada ρ (sıvının yoğunluğu), σ (yüzey gerilimi), f (frekans) ve k (dalga vektörü) ifade eder.

$$u = \frac{\lambda f}{2} = \sqrt{\frac{2\pi\sigma}{\lambda\rho}} \quad (2.10)$$

şeklinde bir ilişki bulunur.

Bauguslovski ve Eknadiosyants periyodik hidrolik kavitezyon bozukluğunu ve sınırlı genlikteki kapiller dalganın damlacık oluşumunu sağlamak için bu iki hipotezi birleştirdiler ve ‘birleşme teorisi’ ni ortaya attılar [80].

2.5.2. Damlacık Oluşum Mekanizması

Ultrasonik sprej pirolizde bir akustik dalga tarafından oluşan damlacıkların temelini anlamak gerekir. Teorik olarak, sıvı boruya çarptıktan sonra buhar şeklinde yayılacaktır. Borudaki titreşen kaplama şekil 2.9’ da gösterilmiştir. Propun frekansı ile filmde harmonik bir titreşim olur ve çok küçük dalgalar kapiller dalga olarak adlandırılır [81]. Ultrasonik propun genliği arttığında ve kritik değere ulaştığında filmdeki zayıf titreşim dalganın tepesinden ayrılır ve kopar. Kopma boyunca zayıf bağa sahip şekiller uzaklaşır ve ondan sonra yüzey geriliminden dolayı küçük damlacıklar oluşur.

Damlacık boyutu denklem 2.11’ de verilen Lang’ ın bağıntısı kullanılarak bulunmuştur [82]. Buna göre damlacık boyutu;

$$D_p = 0.34 \left(\frac{8\pi\sigma}{\rho f^2} \right)^{1/3} \quad (2.11)$$

ile verilir.

Buradaki D_p (damlacık boyutu, μm), σ (yüzey gerilimi, N/m), ρ (sıvının yoğunluğu, kg/m^3) ve f (frekans, kHz)' dir.

Frekansın artmasıyla kapiller dalga boyu azalır ve daha küçük damlacık boyutuna sebep olan damlacığın artış oranı yukarıdaki Denklem 2.11' den bulunur. Yüksek frekans dalga aracılığıyla oluşan damlacığın yapısı Peskin ve Raco tarafından daha sonra çalışılmıştır. Bu çalışmaların ışığında damlacık boyutu; frekansa, genliğe, sıvının bazı fiziksel özelliklerine ve film kalınlığına bağlı olduğu bulunmuştur [83].

2.5.3. Partikül Oluşum Mekanizması

Dalgalar süperpozisyon şartlarına bağlıdır, kompleks uzaysal şekle sahiptir verilen başlangıç çözeltisinin ultrasonik salımlarının yayılımı tarafından şekillenir. Ultrasonik sprej pirolizin diğer bir aşaması çözeltideki damlacığın çökmesiyle başlar. Bu yüzden tüm damlacıkların oluşturduğu çekirdeklenme, kristalizasyon ve çözgen çekirdeğinin büyümesidir. Çökme hacimsel ise son parçacık tamamen doludur; aksi takdirde, boşluk ve damlacığın yüzeyinde oluşan kabuğun kalınlığı, çözelti konsantrasyonunun dağılımına bağlıdır.

Bu işlem sonunda buharlaşma, kuruma, çökme, yeterli sıcaklıkta dehidrasyon ve sinterlemeyle verilen malzemenin partikülü üretilir. Ortalama damlacık çapının değeri aşağıdaki verilen denklem 2.12' den hesaplanabilir [84, 85].

$$d_p = d_d \left(\frac{C_{pr} \times M_p}{\rho_p \times M_{pr}} \right)^{1/3} \quad (2.12)$$

d_p ; Toz parçacığın çapı, ρ_p ; Toz yoğunluğu, M_p ; Moleküler tozun kütlesi, C_{pr} ; Başlangıç çözelti konsantrasyonu, M_{pr} ; Başlangıç molekülün kütlesi, d_d sabittir.

Bu iki oluşum mekanizmasına bakıldığında parçacık boyutunu etkileyen faktörlerin ultrasonik sprej pirolizin frekansı, başlangıç çözeltisinin konsantrasyonu ve

üretilecek son ürünün özellikleri olduğu görülmüştür. Bunun yanı sıra sıcaklığında etkisi çok büyüktür.

2.5.4. USP Yönteminin Avantajları

Başlangıç numunesinin etkisi faz geçiş sentez parametreleri, morfolojisi parçacık boyut dağılımı ve çözülmüş çökeltmenin ya da uzaklaştırılmış başlangıç numuneleri de araştırılmıştır [86, 87]. Bu sentez mekanizması ve amorf başlangıç numunesinden küresel tozların nano yapısının gelişimi için USP tekniği kullanılmıştır. Ultrasonik sprej piroliz yönteminin pekçok avantajı bulunmaktadır. Bunlardan bazıları, cihazın basit ve ucuz olması, vakumsuz ortamda çalışabilmesi ve üretim kompozisyonunun kontrol edilebilme kolaylığından dolayı son zamanlarda Y-Ba-Cu-O bileşiğinin süperiletken film elde edilmiştir. Bu yöntemle çap genişliği 10 mikrometre'den daha küçük sıvı parçacıklarının üretiminin sağlanması bu tekniği kullanışlı hale getirmiştir. Bu yöntemle istenilen stokiometriye çeşitli kompozisyonların ince ve kalın filmler şeklinde üretimi yapılmıştır [88, 89]. Ultrasonik sprej piroliz yöntemi sıradan sprej metotlarına göre pek çok avantajı vardır. Bu yöntemle istenilen damlacık boyutu ve küçük damlacık boyut dağılımı elde edilmiştir [90]. Bununla birlikte, film ve altlık kristal yapısına ek olarak film altlık etkileşmesi kaplama kalitesini etkilemektedir.

2.6. Ultrasonik Sprej Piroliz (USP) Yöntemi İle Yapılan Çalışmalar

Ultrasonik atomizasyon ile sprej elde etme tekniği medikal alanda ve ince film üretiminde kullanılmıştır. Mikro metre boyutu altında parçacıkların oluşturulması için son yirmi yıldır çalışmalar yapılmaktadır. 1971 yılında pirosol tekniği adı altında patenti alınan bu yöntem yıllardır farklı alanlarda kullanılmıştır. Özellikle ultrasonik atomizasyon tekniği yarı iletken oksit ince filmlerin üretiminde ön plana çıkmıştır. Daha sonra bu yöntemin kolaylığı ve ucuzluğundan dolayı pek çok laboratuarda farklı malzemelerin mikro boyutta toz ve ince film üretimi için kullanılmıştır [91].

2000 yılında J.L. MacManus-Driscoll ve arkadaşları [92] tarafından ultrasonik sprej piroliz (USP) yöntemi kullanılarak tek kristal ve tek kristal oksit altlıklar üzerine in-situ yöntemiyle $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinin kalın film kaplamada ve oluşturulan polikristal Ag altlık üzerine farklı yönelimlerin olmaması için kullanılmıştır. Uygun

şartlar altında büyüyen filmler $T_{c(baş)}$ 91 K ile geçiş genişliği ~ 6 K ve J_c değerleri 77 K' de $\sim 1.0 \times 10^4$ A/cm², 20 K' de $\sim 5 \times 10^5$ A/cm² olarak bulunmuştur. 900 °C' de nitratl başlangıç malzemelerinden 5 μ kalınlığındaki YBCO filmler ultrasonik sprej piroliz kullanılarak in-situ yöntemiyle kaplanmıştır.

2001 yılında A. Ferreri ve arkadaşları [93] tarafından $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinin tek kristal $LaAlO_3$ altlık üzerine in-situ yöntemiyle kalın film kaplama çalışmaları yapılmıştır. Nitratl başlangıç malzemeler yaklaşık olarak 900 °C' de sıcaklıkta sprej edilmiştir. Epitaksiyel büyütme çift taraflı kaplanmış ($< 3^\circ$), 3 μ m kalınlıklı filmler $T_{c(baş)}$ ~ 91 K $T_{c(bitiş)}$ ~ 85 K değerine ve 77 K' de 1 T alan altında J_c değerinin $> 10^4$ A/cm² 'den büyük olduğu bulunmuştur. Mikro yapıdaki film yoğun ve istenilen tane bileşimine sahiptir. Araştırmalara göre yüksek T_c değerleri elde edilmiştir ve daha sonra nitrat konsantrasyonu ve büyütme oranı arasındaki ilişki film özellikleri çalışılarak iletken üretimi için ölçülebilir değerlerin sınırları araştırılmıştır.

2002 yılında A. Ferreri ve arkadaşları [94] yaklaşık dört yıl önce son derece iyi sıralanmış $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ iletkeninin kaplanması için USP ile in-situ yöntemiyle uygulanabilirliği kanıtlanmıştır. Çalışmada son derece iyi yoğunlaştırılan başlangıç çözeltili ile kaplanması bu iletkenlerin gelecekteki gelişimini ortaya koymuştur. İki taraflı kaplanmış ~ 1 μ m kalınlığındaki YBCO filmler nitratl başlangıç çözeltilisinden $SrTiO_3$ tek kristal üzerine in-situ yöntemi ile kaplanmıştır. Konsantrasyonun artması filmlerdeki mikro yapının düzenlenmesine sebep olmaktadır. Gaz akış oranının kontrolü kristal büyüme kontrolünde etkili bir yoldur ve 77 K' de 0 T alan altında J_c değerinin 5×10^5 A/cm² olduğu bulunmuştur.

2002 yılında S. Phok ve arkadaşları [95] yaptıkları çalışmada gelecekte kullanılacak Tl- ve (Hg, Re)-1223 filmler kısmen USP yöntemini kullanarak hazırlamışlardır. Tl ve Hg başlangıç malzemeleri 800 °C' de ısıtılan MgO ve $LaAlO_3$ altlıkları üzerine nitratl çözeltili ile yukarıda bahsedilen teknik kullanılarak ilk olarak kaplandı. Hem Tl hem de (Hg, Re)-1223 filmlerin T_c değerleri sırasıyla 110 K ve 134 K' de süperiletken oldukları bulunmuştur. Manyetik ölçümlerden hesaplanan J_c değerlerinin belirlenmesi gelecekte önemli geçiş özelliklerine neden olmaktadır.

2003 yılında M. Liu ve arkadaşları [96] yaptıkları çalışmada yeni tasarlanan USP cihazı ile YBCO bant üretimi yapılmıştır. Bu cihazdaki işlem parametrelerinin doğrudan kontrol edilebilmesi YBCO bantlarının isteğe göre uzun ya da kısa olmasına

olanak sağlamaktadır. Kaplama çift taraflı Ag altlık üzerine yapılmış YBCO kısa bandın c-ekseni yönünde olduğu ve bu metot yardımı ile J_c değerinin 10^3 A/cm² olduğu bulunmuştur.

2004 yılında Liu Min ve arkadaşları [97] tarafından USP metodu ile üretilen 15 cm uzunluklu YBCO süperiletken bandın J_c değeri 10^4 A/cm² 'dir. 700 °C' de 15 dakika bekleme süreli kaplama öncesi YBCO filmler içine sızmasına ve buharlaştırılmadan Ag altlığa geçmesi önlenmekte ve Ag yüzeyinde bir kalınlık oluşmakta ve bu şekilde süperiletkenlik artmaktadır. Kaplamadan sonra 900 °C' de sıcaklıkta 30 dakika bekleme süreli YBCO filmlerin birbirine bağlılığı ve yapıları elde edilmiştir.

2006 yılında Ashvani Kumar ve arkadaşları [98] yaptıkları çalışmada USP tekniğinin yüksek sıcaklık süperiletken malzemeler olan YBa₂Cu₃O_{7-x} (YBCO) ve Bi₂Sr₂CaCu₂O_x (BSCCO) bileşiklerinin çeşitli altlıklar üzerine hem in-situ hem de ex-situ kaplamada kullanılarak film üretilmiştir. Nitratlı başlangıç çözeltileri ~10 µm kalınlıklı filmlerin kaplanması için kullanıldı. Bu filmlerin süperiletkenlik özellikleri spreyci çözeltilerinin konsantrasyonu, kaplama sıcaklığı ve altlığın yapısı, tavlama süresi gibi çeşitli parametreler ile değişimi gözlemlendi. En iyi filmin T_c değeri (R=0)' da 89 K ve 77 K ' deki J_c değeri $\sim 4 \times 10^4$ A/cm², 20 K 'deki J_c değeri $\sim 10^5$ A/cm²' dir. X-ışın kırınımı analizi filmlerin c-ekseni boyunca yöneldiğini göstermektedir. İn-situ yöntemi ile Ag altlık üzerine kaplanmış olan süperiletken filmler başarılı bir şekilde denenmiştir.

2004 yılında Ji Ming Bian ve arkadaşları [99] yüksek kalitedeki MgO ince filmler USP yöntemi ile Si(100) altlığı üzerine başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Kaplanan MgO ince filmlerin mikro yapısı ve elektriksel özellikleri X-ışın kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve yarıiletken direnç ölçümler (SRM) tarafından incelenmiştir.

2004 yılında Jaimoo Yoo ve arkadaşları [100] tarafından istenilen BSCCO başlangıç malzeme tozları metal nitratların sulu çözeltilerinden USP ile hazırlanmıştır. Sentezlenen başlangıç malzeme tozları dar parçacık boyut dağılımı ve 80 ppm' den daha az düşük karbon miktarına sahiptir. Başlangıç malzeme tozları çözelti konsantrasyonu ve reaksiyon sıcaklığı tarafından kolaylıkla kontrol edilebilmektedir.

2010 yılında John D. Atkinson ve arkadaşları [101] yaptıkları çalışmada demir tabanlı nanoparçacıklar ile kaplanmış gözenekli karbon mikro yapıları USP işlemi ile tek adımda hazırlanmıştır. Karbon kaynaklı, inorganik tuz ve demir tuz içerikli

başlangıç malzeme çözeltileri ultrasonik bir şekilde aerosollaştırılmış ve piroliz edilmiştir. Nitrat içerikli çözeltiler ya da klorit tuzlar belirlenmiştir.

2008 yılında Wei-Ning Wang ve arkadaşları [102] tarafından USP kullanılarak lazer kırınım tekniği ile damlacık boyut dağılımı araştırılmıştır. Başlangıç malzemesinin sıcaklığı, sprey hacim oranı, taşıyıcı gaz akış oranı ve başlangıç malzemelerinin fizikokimyasal özelliklerinin etkisi detaylı bir şekilde incelenmiştir. Başlangıç malzemesi damlacığının ortalama boyutu sprey hacim oranı ve taşıyıcı gaz akış oranının artması ile artarken, alkolün eklenmesi konsantrasyon ve başlangıç malzemesinin artması ile de azaldığı deneysel sonuçlarla gösterilmiştir.

2004 yılında Tsai ve arkadaşları [103] USP yöntemini kullandı. Büyük damlacıklarda üretilen gözenekli parçacıkların aksine küçük damlacıklarla üretilen 90 nm boyutunda düzenli parçacıklar gözlemlenmiştir.

2001 yılında T.C. Shields ve arkadaşları [104] tarafından çift taraflı kaplanmış $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ filmlerin sprey piroliz tarafından tek kristal $SrTiO_3$ (100) altlığı üzerine in-situ yöntemiyle kaplanmıştır. Atmosfer basıncı altında 800 °C ve 900 °C sıcaklıkları aralığında film büyütme başarılmıştır. AC duyarlılık ölçümleri oksijensiz ortamda $T_{c(baş)}$ 90 K' de elde edilmiştir. Hesaplanan manyetizasyon histerisiz eğrilerinden J_c değerinin sıfır alan altında 77 K' de 1.9×10^5 A/cm² olduğu bulunmuştur.

2011 yılında M.E. Yakıncı ve arkadaşları [105] tarafından USP yöntemi kullanılarak MgB_2 süperiletken filmler hazırlanmıştır. 2.4 MHz USP sistemine ait frekans değeriyle çeşitli çözeltiler ve atmosfer basıncı denenerek 500 nm ile 1 µm kalınlığında MgB_2 filmler elde edilmiştir. Ex-situ ve in-situ yöntemiyle hazırlanan örneklerin T_c ve $T_c(0)$ değerleri sırasıyla 39.5 K ile 37.4 K ve 39.5 K ile 37 K olarak bulunmuştur. Ex-situ ile elde edilen filmin kritik akım yoğunluk değeri 4.12×10^6 A/cm² ve in-situ ile elde edilen filmin kritik akım yoğunluk değeri 4.01×10^6 A/cm² olarak bulunmuştur.

2005 yılında Sebahattin Gürmen ve arkadaşları [106] USP yöntemini kullanarak nano yapılı küresel kobalt tozunu üretmişlerdir. 2001 yılında I. Taniguchi ve arkadaşları [107] tarafından spinel $LiMnO_4$ tozların parçacık morfolojisi ve elektrokimyasal davranışı USP metodu kullanılarak sentezlenmiştir. 2008 yılında A. Nakaruk ve arkadaşları [108] tarafından TiO_2 ince filmler cam slides üzerine ultrasonik sprey piroliz yöntemi kullanılarak 400 °C sıcaklıkta ve dakikada 30-130 kez püskürtülerek

kaplanmıştır. Filmlerin tümü tamamen yoğun polikristal Anatase'den oluşmaktadır v.b. pek çok çalışma da bu yöntem kullanılmıştır.

1989 yılında R.L. Henry ve arkadaşları [109] tarafından $YBa_2Cu_3O_7$, $YBa_2Cu_3O_7: Ag$ ve $Bi_2CaSr_2Cu_2O_8$ ince filmleri sulu nitrat çözeltilerinin spreylendiği yöntemi ile büyütülmüştür. Altlık sıcaklıkları $300\text{ }^\circ\text{C}$ ile $875\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında bulunmuştur. Kaplama sonrasında filmler $YBa_2Cu_3O_7$ bileşiğinin oksijen ortamındaki tavlama sıcaklığı $960\text{ }^\circ\text{C}$ ve $Bi_2CaSr_2Cu_2O_8$ bileşiği için $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'dir. $YBa_2Cu_3O_7: Ag$ birim hücre boyutu $YBa_2Cu_3O_7$ 'den farklı değildir fakat $YBa_2Cu_3O_7: Ag$ filmlerde x-ışın kırınımından (001) yansıması olduğu bulunmuştur. $YBa_2Cu_3O_7: Ag$ filmlerin T_c 81 K ΔT_c aralığı 3 K olduğu ve $YBa_2Cu_3O_7$ 'nin T_c 74 K ΔT_c 3 K olarak bulunmuştur. Filmler MgO altlığı üzerine büyütülmüştür. $Bi_2CaSr_2Cu_2O_8$ filmler 65 K kadar çok geniş bir T_c geçişine sahiptir ve tek fazlı değildir. Malzemeler X-ışın kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve direnç-sıcaklık (R-T) ölçümleri alınarak karakterize edilmiştir. MgO altlığı üzerine kaplanan filmin kalınlığı $3\text{-}8\text{ }\mu\text{m}$ olarak belirlenmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Numunelerin Hazırlanması

Başlangıç kompozisyonu $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinin MgO ve $SrTiO_3$ altlıkları üzerine uygun sıcaklık ve bekleme süreleri ile USP yöntemi kullanılarak film üretimi gerçekleştirildi. %99,9 saflıktaki Y_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO bileşikleri ilk olarak uygun stokiometrik oranlarda karıştırılıp homojen karışımı elde etmek için 3 saat öğütme işlemi yapıldıktan sonra Protherm PZF 12/60/800 ve 5 cm çaplı 80 cm uzunluğundaki tüp fırın kullanılarak 850 °C’ de 24 saat beklemeyle ilk kalsinasyon işlemi uygulandı. Daha sonra numune soğutulup tekrar 3 saat öğütüldükten sonra aynı fırın kullanılarak aynı şekilde ikinci defa kalsinasyon işlemi uygulandı.

Böylelikle katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak homojen YBCO tozu üretildi. Bu toz 900 °C sıcaklıkta 24 saat oksijen atmosferinde ısıtıldı. Retsch MM400 cihazı ile 14 Hz frekans altında 40 dakikalık bir öğütme işlemi uygulanarak homojen ve boyut olarak daha ince tozlar elde edildi. Önceki denemelerimize bağlı olarak bulduğumuz 2 gr YBCO için 27 ml etanol katılarak bir beher içerisinde manyetik karıştırıcı yardımı ile 1 saat karıştırıldı. Daha sonra alkol ve aseton ile temizlenen tek kristal altlıklar MgO ve $SrTiO_3$ etüvde kurutuldu. Deney düzeneği kurularak elde edilen bu karışım nebulizerin 5 ml’ lik haznesine konuldu ve ~ 2.5 MHz frekansındaki ultrasonik olarak titreşen numune MgO ve $SrTiO_3$ altlıkları üzerine püskürtüldü. Her püskürtme işlemi yaklaşık 10 dakikada yapılıp kurumaması için etüve konuldu. Bu işlem hazırlanmış olan karışım bitene kadar devam etti. Püskürtme işleminden sonra numuneler farklı sıcaklıklarda farklı bekleme sürelerinde oksijen atmosferinde hazırlandı. Üretilen filmler sırası ile X-Işını Kırınım Analizi (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı X-Işımları (EDAX) Analizi, Elektriksel Direnç Ölçümü (R-T), Manyetik Ölçümler (M-H, M-T) ve Kritik Akım Yoğunluğu hesaplamaları ile karakterize edilmişlerdir.

3.2. X-Işını Kırınım Analizi (XRD)

Bir X-ışını demetinin bir kristal ağ içerisinde geçirilmesi durumunda atomların her biri bir kırınım merkezi oluşturur. Kristalden geçen ışınlar fotoğraf plağı üzerine düşürülür burada kristal yapıya özgü ve X-ışınlarının dalga boylarına bağlı karakteristik bir kırınım deseni oluşur. X-ışınları kırınım deseni; toz, pelet, film ve tek kristal gibi değişik yapılarıdaki materyallerin kristal yapısı, örgü parametreleri, Miller indislerinin

belirlenmesi için uygun bir tekniktir. Kristal büyüklükleri doğrudan kristalin kalitesi hakkında bilgi verir. Kırınım piklerinin oldukça dar olması kristal büyüklüğünün büyük olmasını ve bu durumda kristalin kaliteli bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

Filmlerin kristal yapısını ve diğer özelliklerini belirlemek için X-ışını kırınım ölçümleri ‘Rigaku RadB- Dmax- II’ bilgisayar kontrollü difraktometre ile yapıldı. Numunenin kristal yapı analizleri ‘Jade 6.0+ Crystal Renimenet’ programında bulunan YBCO bileşiğinin referansı ile karşılaştırıldı. Hazırlanan filmler difraktometrenin cam örnek tutucusuna sabitlenerek ölçümler alınmıştır. Ölçümler için CuK_{α} ($\lambda= 1.5405 \text{ \AA}$) tüpü, $2\theta= 3-80^{\circ}$ aralığında ve $3^{\circ}/\text{dak}$ sabit tarama hızı kullanılmıştır.

3.3. SEM- EDAX Analizi

Taramalı elektron mikroskobunda görüntü, yüksek gerilim altında hızlandırılmış elektronların numune üzerine düşürülerek bir elektron demeti yardımı ile numune yüzeyinin taratılması işlemine dayanmaktadır. Taramalı elektron mikroskobu organik, inorganik, seramik ve metal gibi birçok malzemenin yüzey görüntülerinin ve analizlerinin belirlenmesinde kullanılan bir cihazdır. Bunun yanı sıra numunelerin tanecik büyüklükleri, tanecikler arası boşluklar, taneciklerin yönelimleri, kaplanan filmlerin yüzey morfolojileri, mikro yapıları, taneciklerdeki mikro çatlaklıklar, büyüme özellikleri ve çökme kalitesinin belirlenmesi için LEO EVO-40XVP markalı taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmaktadır.

SEM cihazına bağlı olarak çalışan enerji dağılım spektroskopisi (EDAX) cihazında üretilen malzemelerin X-ışını yardımı ile seçilen kısmın kantitatif elementsel analizleri Bruker 125 eV “Quantax” markalı cihazla yapılmıştır.

3.4. Direnç- Sıcaklık (R-T) Ölçümü

Süperiletken malzemelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklık (T_c) değerini belirleyebilmek için kullanılmıştır. Kaplanan filmlere ısı işlem uygulandıktan sonra dört kontak yöntemi kullanılarak numunelerin elektriksel dirençlerinin sıcaklığa bağlı özelliği incelenmiştir. Numunelere iletkenlik özelliği yüksek olan gümüş boya sürülerek bakır tel ile dört kontak yapılmıştır. Kontak yapılan bu numuneler ayrı ayrı sıcaklığa bağlı direnç ölçümü yapılması için 25 K- 290 K sıcaklıkları aralığında ısıtma- soğutma

özelliğine sahip AC Bridge sistemine bağlı olan LeyboldLT 10 kapalı devre helyum gazı soğutmalı bir criyostat sistemi kullanılarak yapılmıştır. Direncin sıcaklığa bağlı grafiği çizilerek kritik sıcaklık değeri (T_c) belirlenmiştir.

3.5. Manyetik Ölçümler (M-T, M-H ve Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplamaları)

Malzemelerin manyetik ölçümleri en az elektriksel ve kristalloğrafik ölçümleri kadar önemlidir. Tüm malzemeler kendine özgü bir manyetizasyona sahiptir. Diğer bir deyişle dışarıdan uygulanan bir manyetik alan malzeme içerisinde bir manyetizasyon değeri oluşturur. Diamanyetik özellik gösteren süperiletkenler uygulanan manyetik alanı dışlayacak şekilde bir manyetizasyon oluştururlar. Uygulanan alanın hangi sıcaklıkta uygulandığı da önemlidir çünkü düşük sıcaklıklarda, kritik geçiş sıcaklığı farklı özelliklere sahip olmaktadır. Bunun yanı sıra sistem oldukça hassas aralıklarda ölçüm yapabilmektedir.

Manyetizasyon ölçümleri için kullanılan deney sisteminde ilgili modül değiştirilerek çeşitli ölçüm sistemlerine dönüştürülebilmektedir. M-H ve M-T ölçümleri Quantum Design- 9T (PPMS) sistemi ile ölçümler alınmıştır. Kaplanan filmlerin M-H ölçümleri için uygun parça kullanılarak -9 T ile 9 T aralığında 5 K, 20 K ve 77 K sıcaklık değerlerinde ölçümler alınmıştır. M-H eğrilerinden elde edilen ΔM manyetizasyon değeri hacme bölünerek (emu/cm^3) değerine karşılık gelen manyetizasyon eğrileri elde edilmiştir.

50 Oe sabit bir manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi ölçüldü. M-T eğrilerinde manyetik momentin değişmeye başladığı andaki sıcaklık değeri numunenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı $T_{c(\text{baş.})}$ elde edildi.

Kritik akım yoğunluğu hesaplamaları M-H eğrilerinde elde edilen ΔM değerine ve numunelerin boyutlarına bağlı olarak; Bean formülü

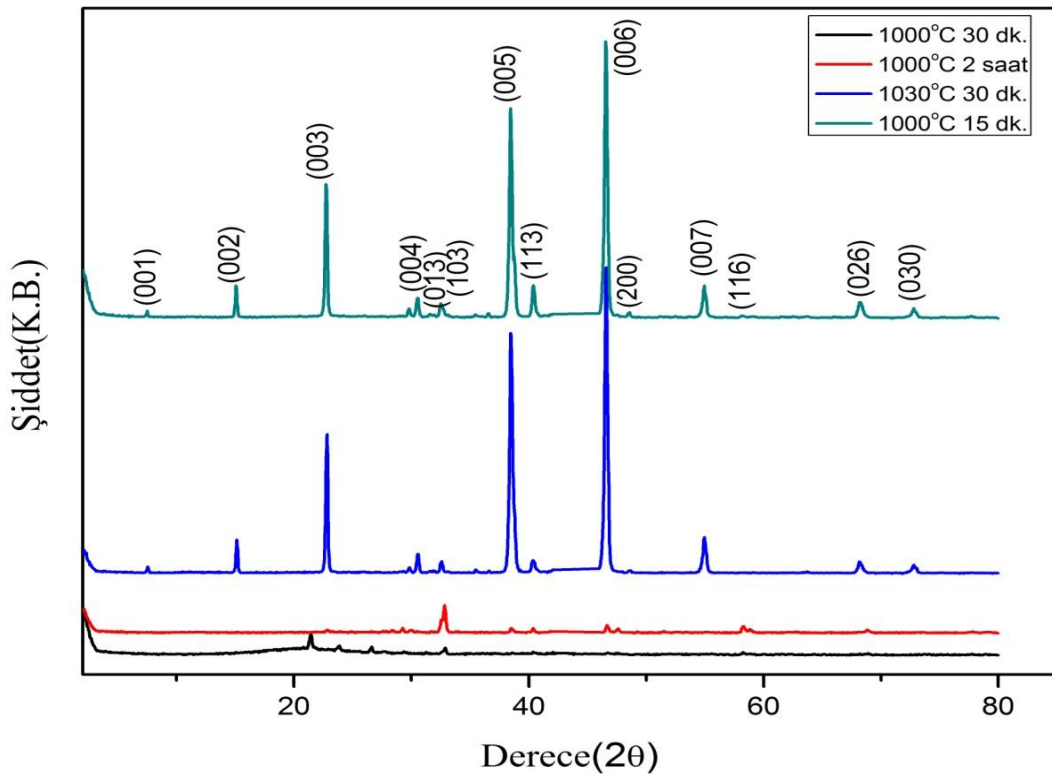
$$J_c = \frac{20 \Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (2.3)$$

kullanılarak belirlendi. Burada a ve b ($a > b$) örneğin boyutlarıdır. $\Delta M = M_+ - M_-$ olarak M_+ ve M_- sırası ile örneğin uygulanan manyetik alanın pozitif ve negatif değerlerine karşılık gelmektedir.

4. DENEYSEL ÖLÇÜM SONUÇLARI

4.1. X-Işımları Analizleri (XRD)

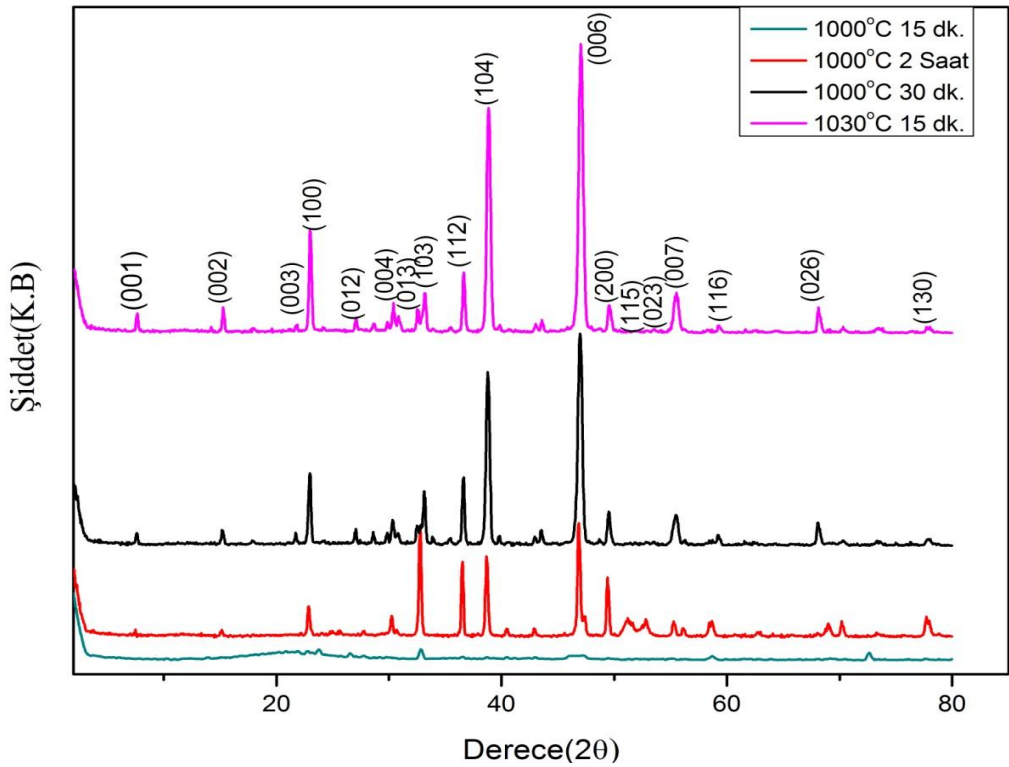
Y_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO tozları ile hazırlanan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinin MgO ve $SrTiO_3$ altlıkları üzerine püskürtülerek filmler hazırlandı. Hazırlanan bu numunelere ait X-ışınları kırınım desenleri Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’ de verilmiştir. Hazırlanmış olan filmlerin XRD kırınım desenlerinde YBCO(123) bileşiğine ait pikler görülmektedir. YBCO bileşiğine ait karakteristik pikler (013), (103), (116), (213), (020), (200), (005) pikleridir.



Şekil 4.1. MgO altlık üzerine üretilen filmlerin XRD kırınım deseni.

Şekil 4.1’ de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ’ de 15 dakika ve $1030\text{ }^{\circ}\text{C}$ ’ de 30 dakika ile MgO altlık üzerine hazırlanan filmlere ait kırınım deseninde bu piklerden birkaç tanesini içerdiği görülmektedir. 2 saat süre ile MgO altlık üzerine hazırlanan filmin kırınım deseninde ise pik şiddetleri çok daha düşüktür ve bazı pikler görülmemektedir. $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ’ de 30 dakika bekleme süresinde YBCO malzemesinin karakteristik piklerinin oluşmadığı bulunmuştur. Bunun nedeni olarak uygun bekleme süresinin yakalanamadığı ve film ile

altlığın bu bekleme süreciyle uyuşmadığı düşünülmektedir. İşlem süresinin numuneler üzerindeki etkisine bakacak olursak 15 dakika süre ile MgO altlık üzerinde hazırlanan numune en iyi kırınım deseni vermektedir diyebiliriz. Ayrıca hesaplanan (hkl) düzlemlerinin c-eksenine doğru yönelmesi istenen bir durum olduğu bulunmuştur. X-R analiz sonucunu Ashvani Kumar ve arkadaşları tarafından hazırlanan makale ile kıyaslanmıştır [98]. Buna göre YBCO malzemesinin MgO altlık üzerinde yapılan kaplamasında elde edilen *hkl* düzlemlerinin ve altlıktan gelen katkının bizim yaptığımız çalışmada da görüldüğü bulunmuştur.



Şekil 4.2. *SrTiO₃* altlık üzerine üretilen filmlerin XRD kırınım deseni.

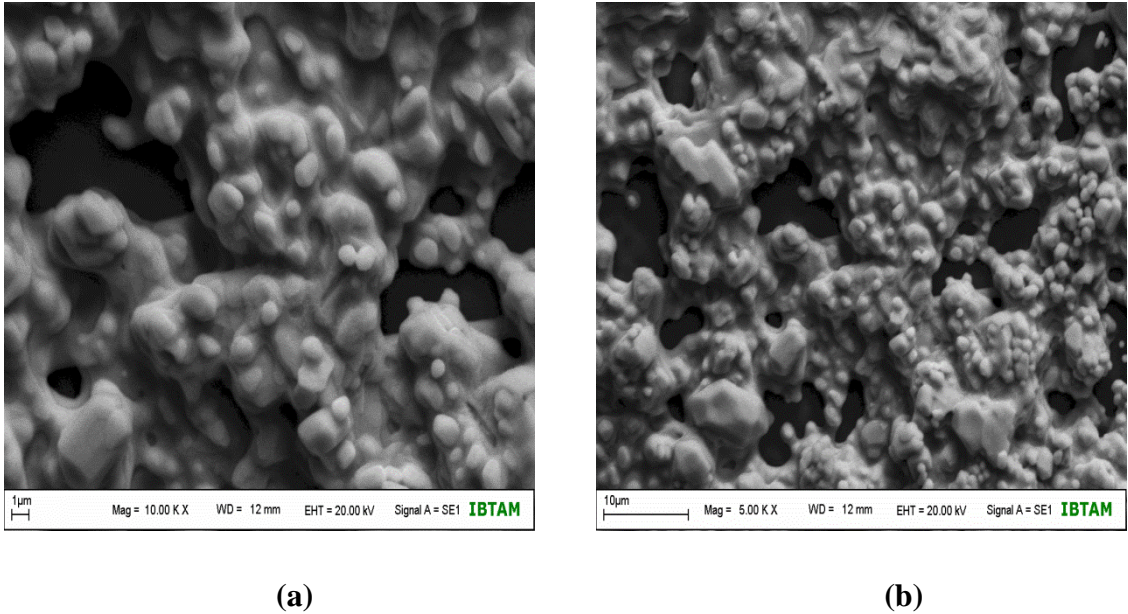
Şekil 4.2' yi inceleyecek olursak *SrTiO₃* altlık üzerine hazırlanan filmlere ait kırınım deseninde bu piklerden birkaç tanesini içerdiği görülmektedir. Isıl işlem sıcaklığının ve uygulanan sürenin numuneler üzerindeki etkisine bakacak olursak en şiddetli pik değerleri 1030 °C sıcaklıkta 15 dakikalık süre ile hazırlanmış olan filme aittir. Pik şiddetinin yüksek olması, kristal yapının homojenliği, saflık oranının yüksek olmasından dolayı en iyi sonucun bu numuneye ait olduğunu söyleyebiliriz. a,b,c örgü

parametrelerinin $a=3.88009 \text{ \AA}$, $b=3.89617 \text{ \AA}$, $c=12.09559 \text{ \AA}$ şeklinde olduğu ve parametrelerin saf YBCO bileşiğindeki parametrelerle uyduğu bulunmuştur.

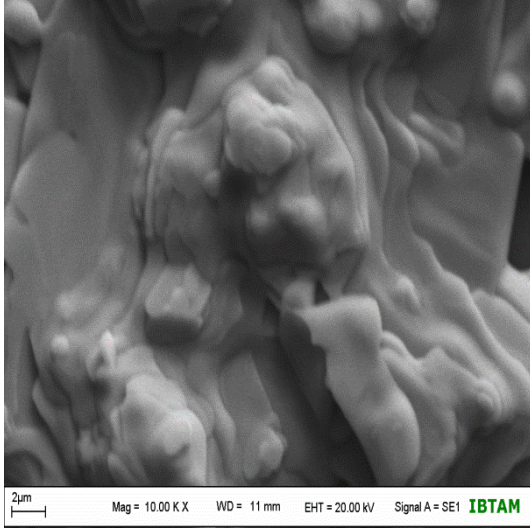
Altlıklar üzerinde yapılan kaplamaların sonucunda alınan XRD analizde herhangi bir safsızlık pikinin olmadığı gözlemlenmiştir. Bu altlık için seçilen referans makale A.Ferreri ve arkadaşları tarafından SrTiO_3 altlık üzerine YBCO malzemesinin ince filmi elde edilmiştir [94]. Buna bağlı olarak X-R analiz sonucu hazırladığımız numunenin analizi ile uyum içinde olduğu bulunmuştur. YBCO bileşiğinin pikleri ve altlık pikinin oluştuğu görülmüştür.

4.2. Taramalı Elektrom Mikroskobu (SEM) ve EDAX Sonuçları

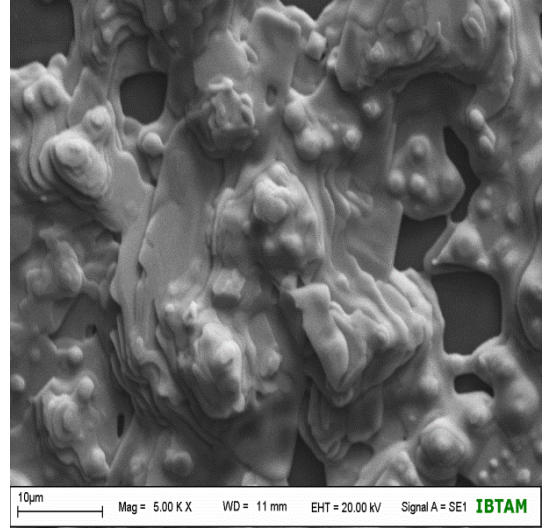
YBCO süperiletken malzemesinin MgO altlıkları üzerine kaplanmış filmlere ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri aşağıda Şekil 4.3, 4.4, 4.5, 4.6' da verilmiştir. Bu görüntülerden filmlerin mikro yapısı, kalınlığı, tanecikler arası boşlukları ve taneciklerin yönelimleri gibi özellikleri incelenmiştir. Büyütmeler 10.000 ile 5000 arasındadır. MgO altlıkları üzerine yapılan kaplamaların ortalama kalınlık değerleri MgO-1 için; $9.7 \mu\text{m}$, MgO-2 için; $4.9 \mu\text{m}$, MgO-3 için; $14.2 \mu\text{m}$ ve MgO-4 için; $19.5 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.3. $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta 15 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.

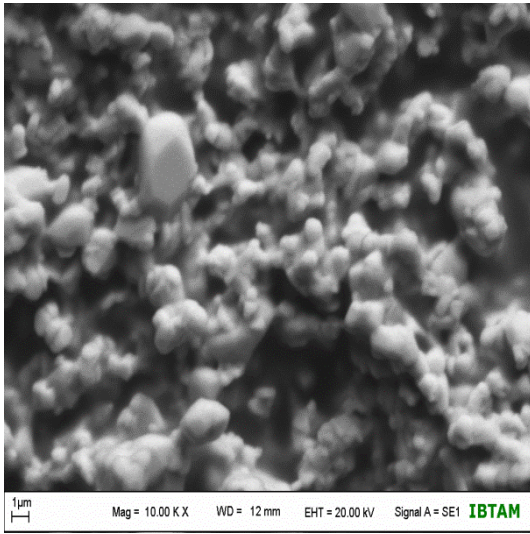


(a)

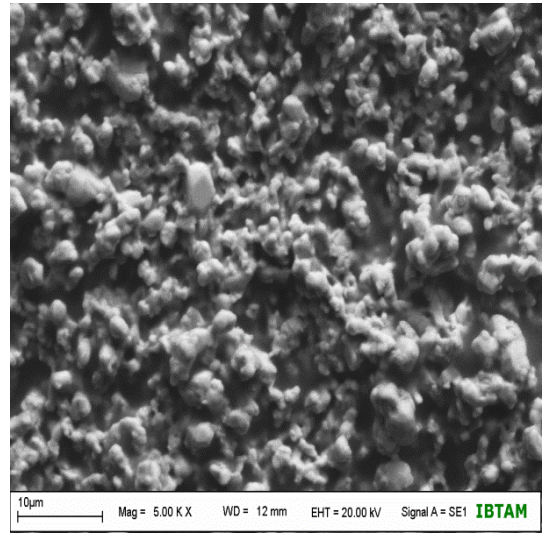


(b)

Şekil 4.4. 1030 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri **a)** 10.000, **b)** 5000 büyültme.

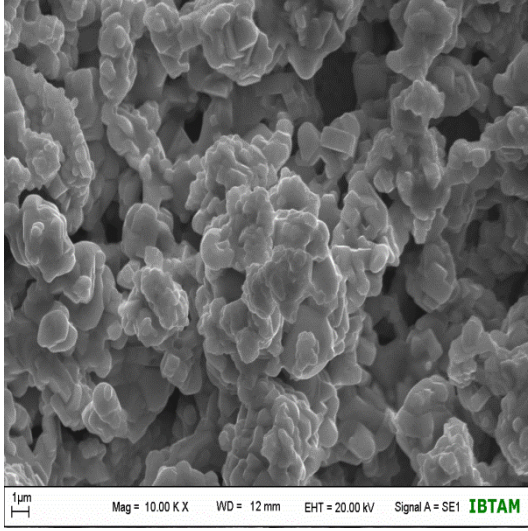


(a)

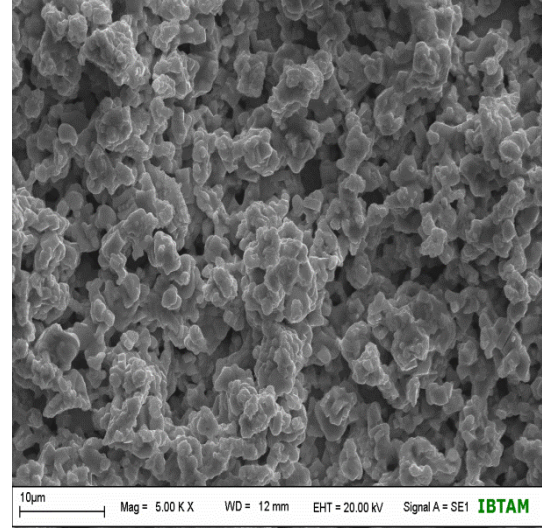


(b)

Şekil 4.5. 1000 °C sıcaklıkta 2 saat bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri **a)** 10.000, **b)** 5000 büyültme.



(a)

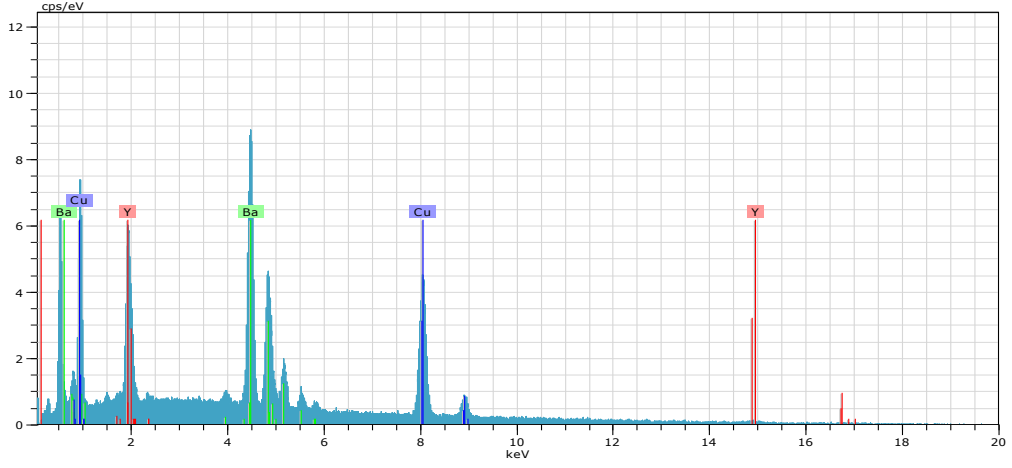


(b)

Şekil 4.6. 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış MgO filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.

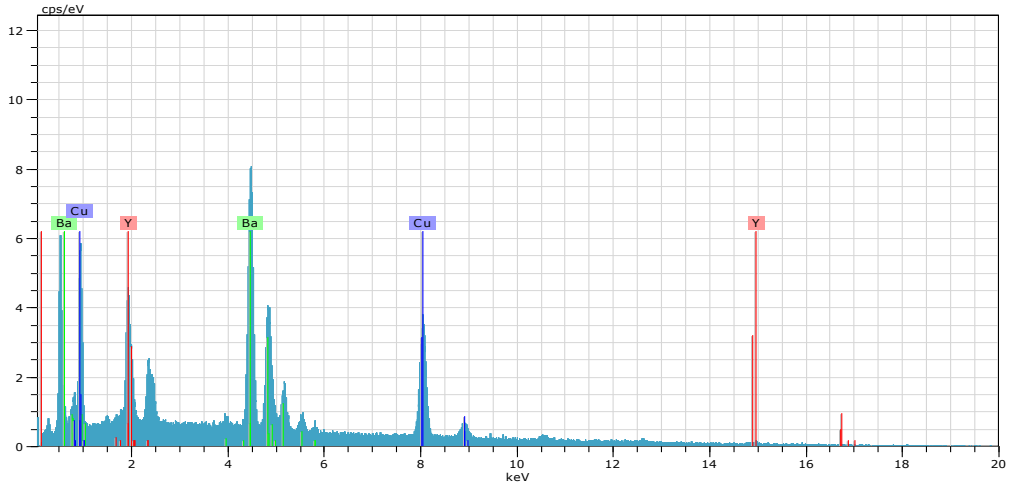
Şekil 4.3' de 1000 °C sıcaklıkta 15 dakika bekleme süresinde hazırlanan MgO film yüzeyinde tanecikli yapıların oluştuğu, tanecik boyutunun küçük ve küreselliğe yakın bir yapının meydana geldiği görülmüştür. Tanecikler arası boşlukların ve kısmi erimenin olduğu görülmüştür. Şekil 4.4' de 1030 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresinde hazırlanan MgO film yüzeyinde kısmen tanecikli yapıların olduğu ve tanecikler arası boşlukların azaldığı, fakat kısmi erimenin arttığı katmanlı bir yapının oluştuğu görülmüştür. Yüzeydeki görüntünün ise daha düzgün ve pürüzsüz olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 4.5' de 1000 °C sıcaklıkta 2 saat bekleme süresinde hazırlanan MgO film yüzeyinde tanecikler arasındaki boşlukların daha da azaldığı, tanecikli yapıların küreselliğinin arttığı, kısmi erimenin olmadığı gözlemlenmiştir.

Şekil 4.6' da 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresinde hazırlanan MgO film yüzeyinde tanecikler arası boşlukların azaldığı, tanecikli yapıların daha geniş olduğu küresel yapının hemen hemen oluşmadığı görülmüştür. MgO-1 ile MgO-2 numularından alınan SEM görüntüleri XRD' deki pik şiddetleriyle desteklenmektedir. Ashvani Kumar ve arkadaşlarının yaptığı çalışmayı göz önünde bulundurduğumuzda YBCO malzemesinin MgO altlık üzerindeki kaplamanın X-R analizinden, SEM görüntülerinden ve R-T ölçüm sonuçlarından alınan verilerle uyum içerisinde olduğu bulunmuştur [98]. MgO altlıkları üzerine hazırlanmış olan filmlere ait EDAX analizleri Şekil 4.7, 4.8, 4.9, 4.10' da verilmiştir.



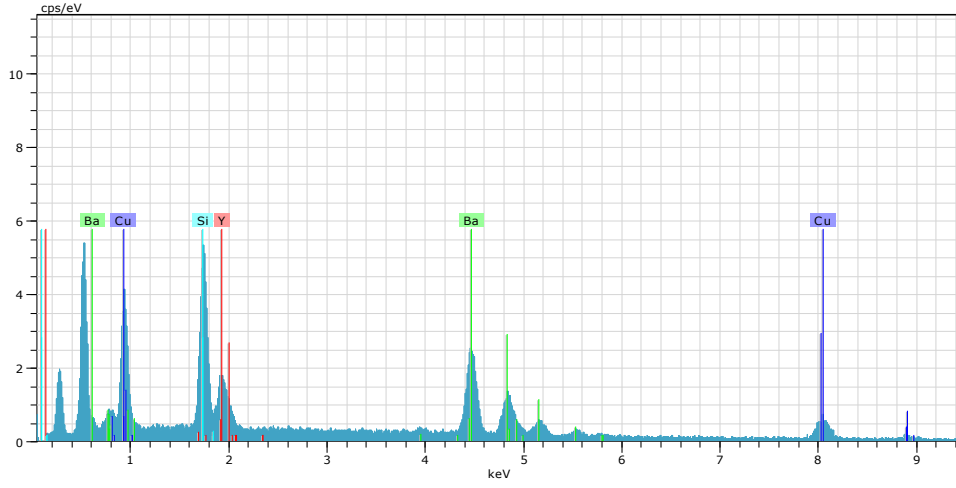
Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	16.44
Ba	44.27
Cu	29.33

Şekil 4.7. MgO-1 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.



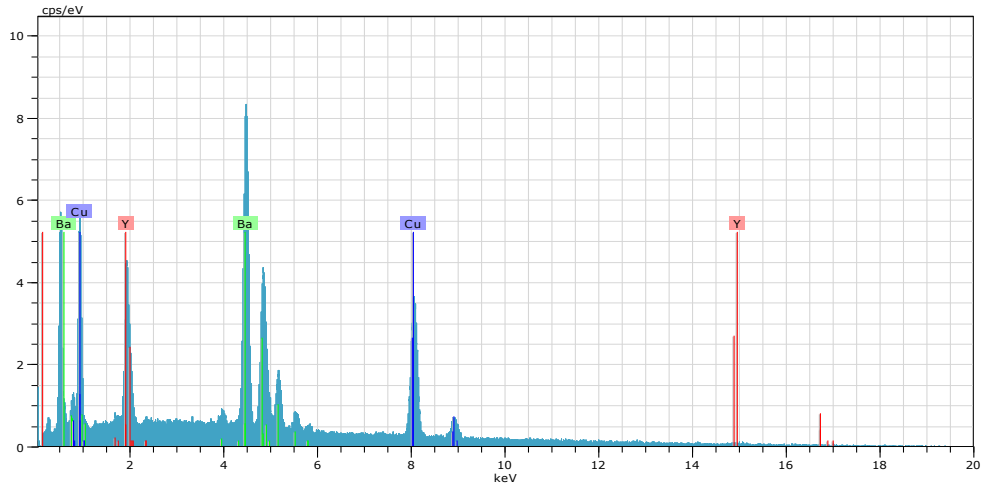
Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	19.56
Ba	44.83
Cu	23.96

Şekil 4.8. MgO-2 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi



Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	12.35
Ba	29.94
Cu	13.08
Si	7.52

Şekil 4.9. MgO-3 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.

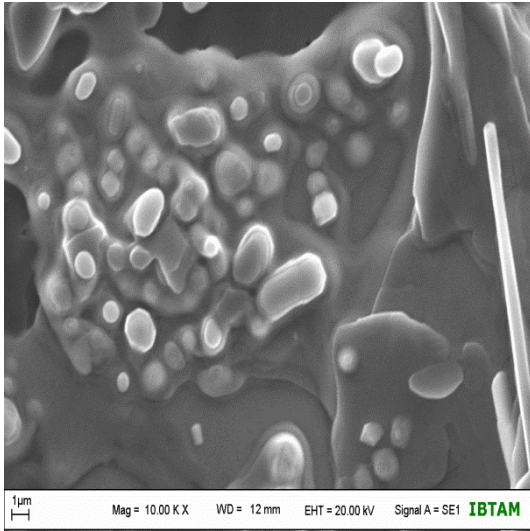


Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	16.58
Ba	52.07
Cu	26.87

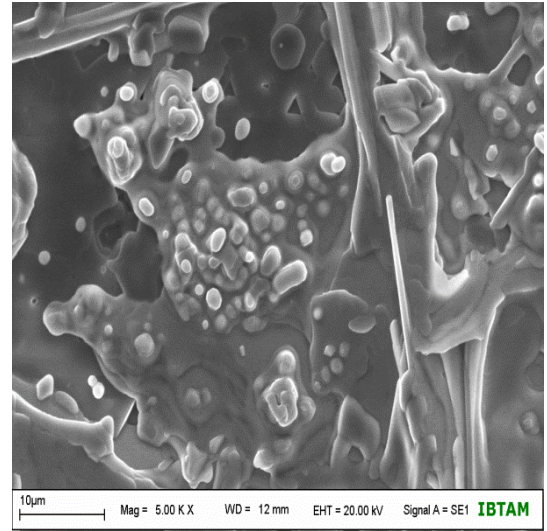
Şekil 4.10. MgO-4 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.

Yapılan analizlerde $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğine ait olan Y, Ba, Cu elementleri EDAX analizinde görülmüştür. Bu elementlerin atomik ağırlık oranları verilmiştir. MgO-1, MgO-2, MgO-4 altlık üzerinde yapılan kaplamalarda herhangi bir safsızlık pikine rastlanmamıştır. Fakat MgO-3 altlık üzerindeki kaplamada bir Si safsızlık pikinin olduğu bunun da silikon yapıştırıcıdan kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Hazırlanan filmlerin XRD sonuçları ile uyum içinde olduğu görülmüştür.

$SrTiO_3$ altlık üzerine kaplanmış filmlere ait SEM görüntüleri ise Şekil 4.11, 4.12, 4.13, 4.14' de verilmiştir. Büyütmeler aynı şekilde 10.000 ile 5000 arasında alınmıştır. $SrTiO_3$ altlığı üzerine yapılan kaplamaların ortalama kalınlık değerleri ise $SrTiO_3$ -1 için; 2.7 μm , $SrTiO_3$ -2 için; 4.8 μm , $SrTiO_3$ -3 için; 2.9 μm ve $SrTiO_3$ -4 için; 21.7 μm olarak ölçülmüştür.

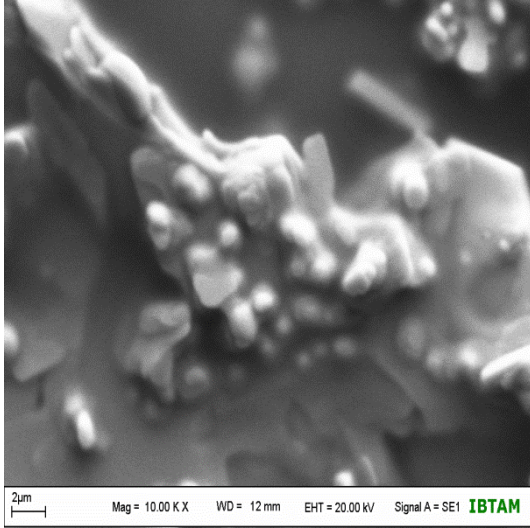


(a)

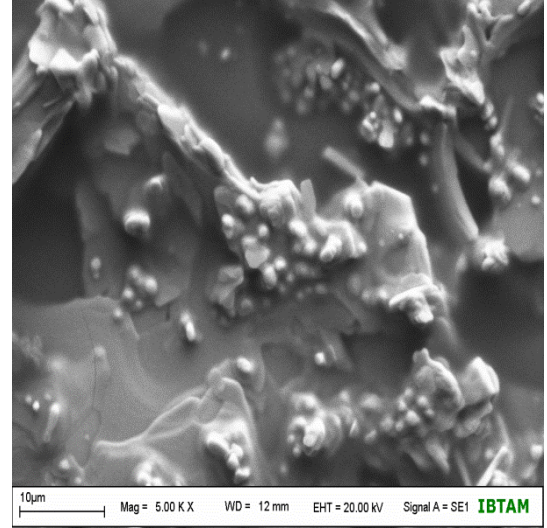


(b)

Şekil 4.11. 1000 °C sıcaklıkta 30 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış $SrTiO_3$ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.

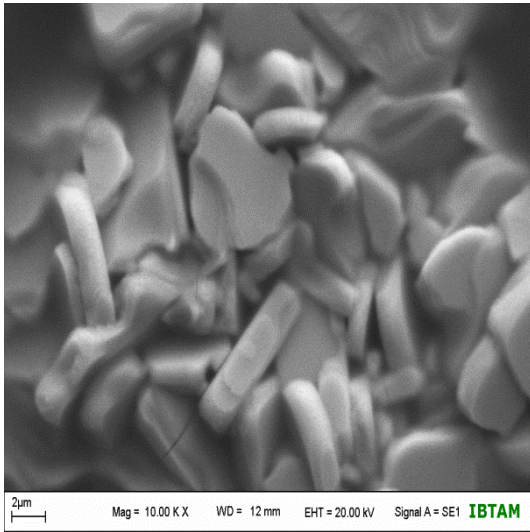


(a)

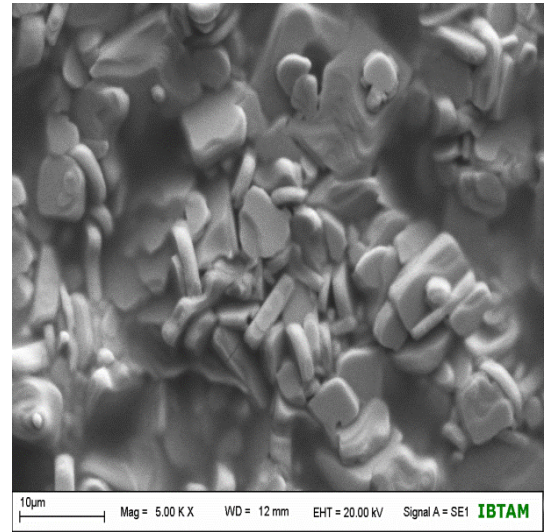


(b)

Şekil 4.12. $1030\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 15 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO_3 filminin SEM görüntüleri **a)** 10.000, **b)** 5000 büyültme.

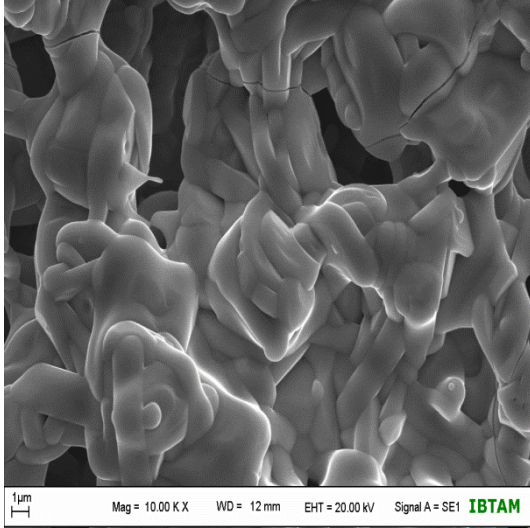


(a)

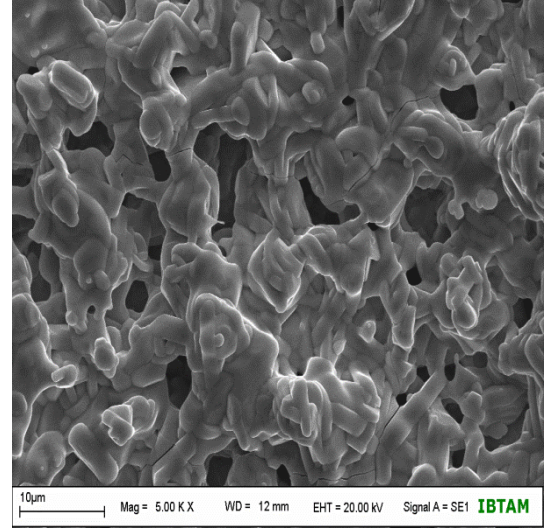


(b)

Şekil 4.13. $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 2 saat bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO_3 filminin SEM görüntüleri **a)** 10.000, **b)** 5000 büyültme.



(a)



(b)

Şekil 4.14. 1000 °C sıcaklıkta 15 dakika bekleme süresi ile hazırlanmış SrTiO₃ filminin SEM görüntüleri a) 10.000, b) 5000 büyültme.

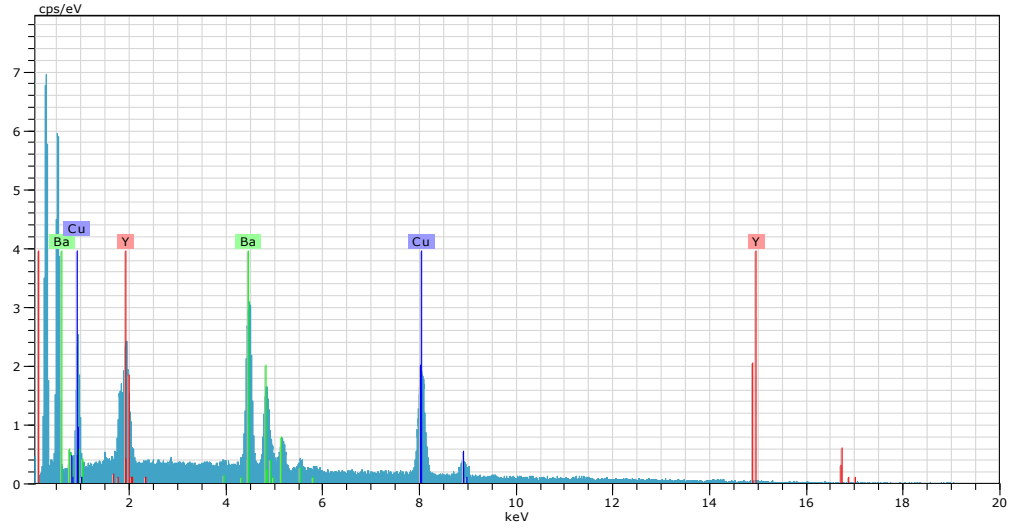
Şekil 4.11' de 1000 °C' de 30 dakika bekleme süreli hazırlanmış olan SrTiO₃ film yüzeyinde yer yer kısmi erimenin meydana geldiği ve tanecikli yapıların oluşmaya başlamasının yanısıra tanecikler arası boşlukların oluştuğu görülmüştür.

Şekil 4.12' de 1030 °C' de 15 dakika bekleme süreli hazırlanmış olan SrTiO₃ film yüzeyinde sıcaklığın artmasıyla erimenin daha fazla olduğu küreselliğe yakın tanelerin oluştuğu gözlemlenmiştir.

Şekil 4.13' te 1000 °C' de 2 saat bekleme süreli hazırlanmış olan SrTiO₃ film yüzeyinde düzgün bir dizilişe sahip olamayan tanecikli yapıların oluştuğu, tanecikler arası boşlukların azaldığı ve erimenin olduğu görülmüştür.

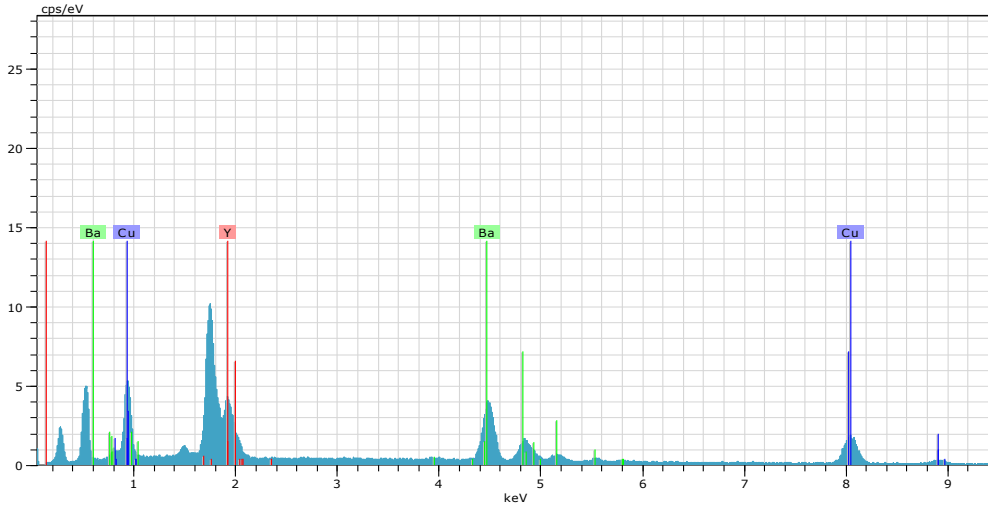
Şekil 4.14' te 1000 °C' de 15 dakika bekleme süreli hazırlanmış olan SrTiO₃ film yüzeyinde erimenin ve tanecikler arası boşlukların olduğu görülmüştür.

Bu SEM görüntülerine bağlı olarak SrTiO₃ altlıkları üzerine hazırlanmış filmlere ait EDAX analiz sonuçları Şekil 4.15, 4.16, 4.17, 4.18' de verilmiştir.



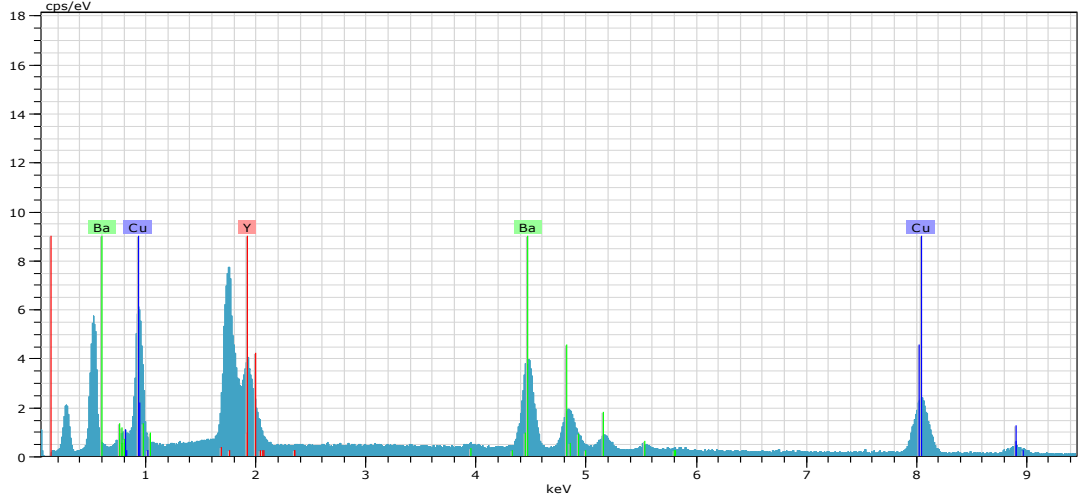
Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	22.92
Ba	28.09
Cu	48.99

Şekil 4.15. $SrTiO_3-1$ altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.



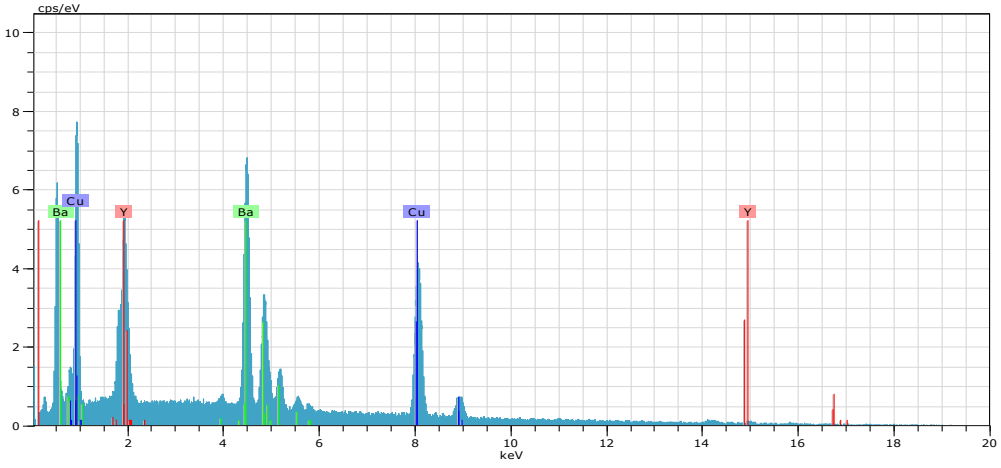
Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	44.82
Ba	22.20
Cu	32.99

Şekil 4.16. $SrTiO_3-2$ altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.



Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	37.32
Ba	20.34
Cu	42.35

Şekil 4.17. $SrTiO_3$ -3 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.



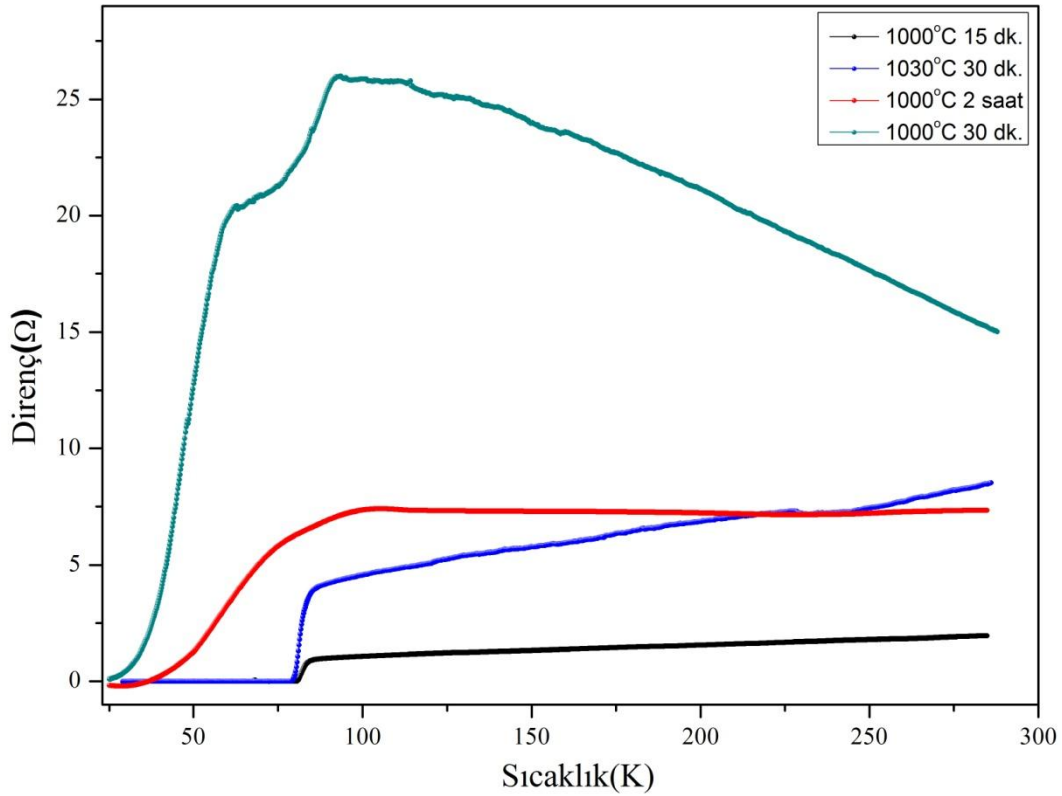
Element	Atomik Ağırlık(%)
Y	24.25
Ba	29.10
Cu	46.65

Şekil 4.18. $SrTiO_3$ -4 altlığı üzerine yapılan kaplamanın EDAX analizi.

SrTiO₃ altlıkları üzerine hazırlanmış olan kaplamaların MgO altlıkları üzerine yapılan kaplamalardan farklı olarak çok belirgin bir faz farkı bulunamamıştır. Bu altlık üzerinde de Si pikinin olduğu elementel analiz sonucunda bulunmuştur. Bu pikin silika yapıştırıcıdan kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

4.3. Elektriksel Direnç (R-T) Ölçüm Sonuçları

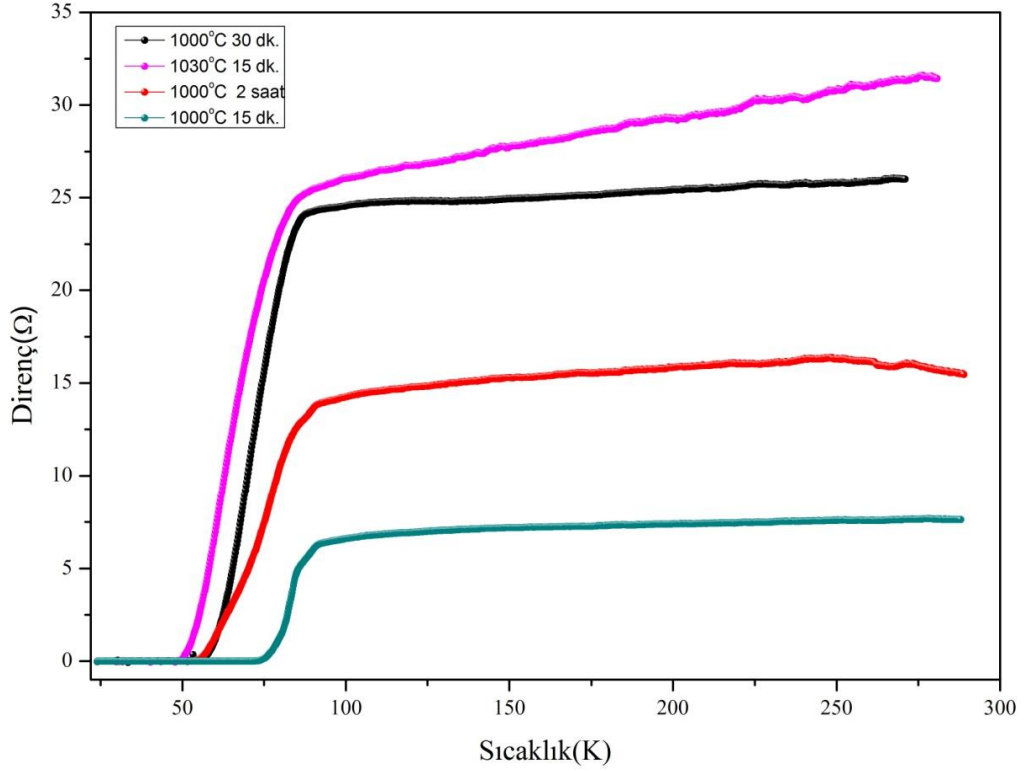
Bir malzemenin süperiletken olup olmadığını belirleyebilmek için elektriksel direnç-sıcaklık grafiğine bakılarak söylenebilir. $\Delta T=(T_{(baş.)}-T_{(bitiş)})$ aralığının geniş ya da dar olması numunelerin kalitesine bağlıdır. ΔT aralığı keskin bir çizgi ise homojen, tek fazlı ve altlıkla uyum içinde olduğu, ΔT aralığı geniş ise homojen olmayan, safsızlığın olduğu ve örnek üzerindeki akımın akışını engelleyen çatlakların ve boşlukların olduğu söylenebilir.



Şekil 4.19. MgO altlığı üzerine kaplanan filmlerin direnç-sıcaklık eğrileri.

MgO altlığı üzerine hazırlanan filmlerin R-T ölçümleri Şekil 4.19' da gösterilmiştir. Buna göre en iyi T_c değerinin MgO-1 altlık üzerinde elde edildiğini

söyleyebiliriz. MgO-1, MgO-2, MgO-3 filmlerin ΔT aralık genişlikleri Tablo 4.1 'de verilmiştir. Fakat MgO-4 altlık üzerindeki filmin ΔT aralığının geniş ve çift fazlı olduğu bulunmuştur. Bu filmde çift fazın oluşması sürenin yetersiz olabileceği ya da bu sıcaklık değerinde bekleme süresinin fazla olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç XRD' den alınan sonuç ile desteklenmektedir.



Şekil 4.20. *SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan filmlerin direnç-sıcaklık eğrileri.*

Şekil 4.20' de SrTiO₃ altlığı üzerinde hazırlanan filmlerin R-T eğrilerine bakıldığında keskin bir düşüş olmasa da en iyi sonucun SrTiO₃-4 altlık üzerinde olduğu görülmüştür. MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine hazırlanan filmlerin elektriksel direnç-sıcaklık eğrilerine bakılarak bir karşılaştırma yapıldığında MgO altlığı üzerindeki filmlerin ΔT aralığının SrTiO₃ altlığı üzerindeki filmin ΔT aralığından daha dar olduğu ve bu değer yaklaşık 5K olduğu bulunmuştur.

MgO ve SrTiO₃ altlıkları kullanılarak elde edilen filmlere ait direnç-sıcaklık eğrilerinden hesaplanan $T_{c(baş.)}$, $T_{c(bitiş)}$ ve ΔT değerleri Tablo 4.1' de verilmiştir.

Tablo 4.1. *MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine yapılan kaplamaların Elektriksel Direnç-Sıcaklık eğrilerinden elde edilen kritik sıcaklık değerleri.*

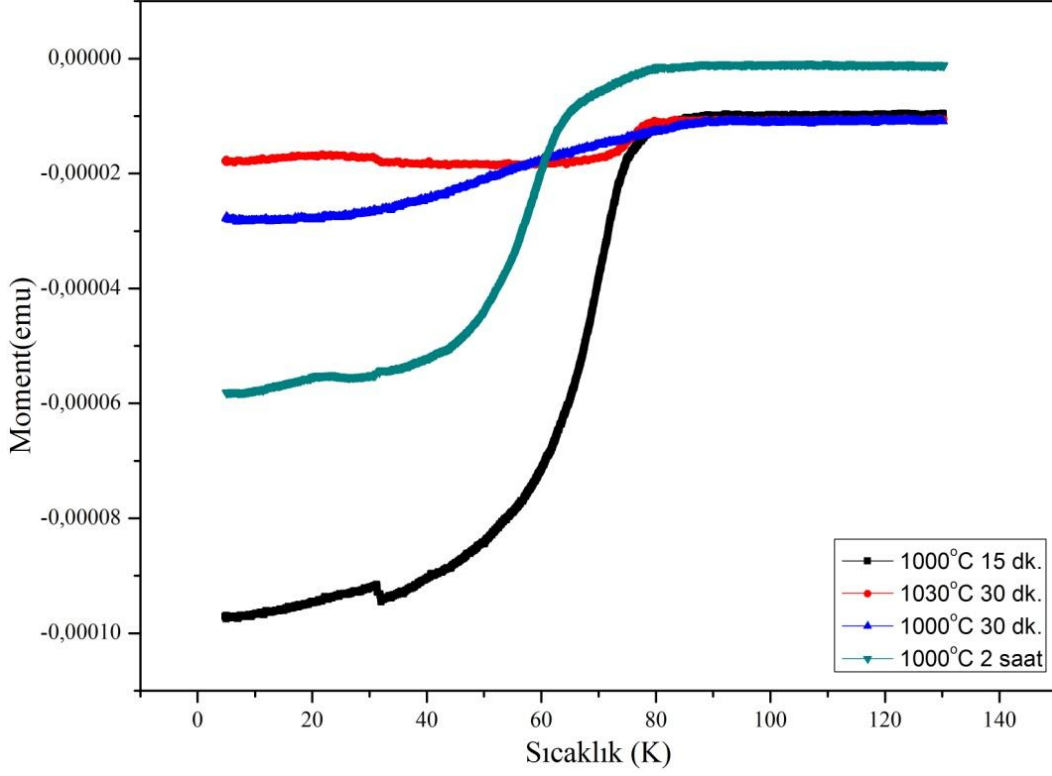
Numune adı	Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Bekleme süresi	T _c (baş)	T _c (bitiş)	ΔT _c
MgO-1	1000	15 dak.	86K	81K	5K
MgO-2	1030	30 dak.	87K	79K	8K
MgO-3	1000	2 saat	97K	36K	61K
MgO-4	1000	30 dak.	92K,65K	24K	68K,44K
SrTiO ₃ -1	1000	30 dak.	87K	57K	30K
SrTiO ₃ -2	1030	15 dak.	86K	51K	35K
SrTiO ₃ -3	1000	2 saat	92K	52K	40K
SrTiO ₃ -4	1000	15 dak.	91K	75K	16K

4.4. MANYETİK ÖLÇÜM SONUÇLARI

4.4.1. M-T Ölçüm Sonuçları

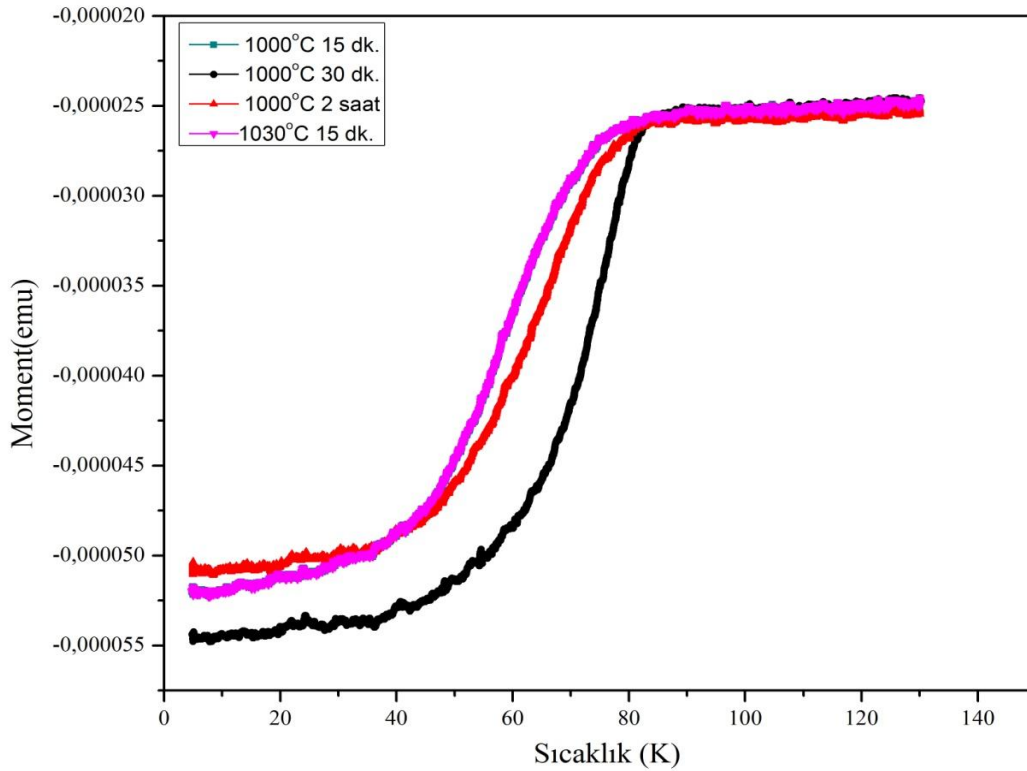
Physical Properties Measurement Systems Quantum Design-9T (PPMS) cihazı yardımıyla farklı sıcaklık ve bekleme sürelerinde elde edilen YBCO film örneklerinin M-T değişimleri 50 Oe sabit bir alan altında ölçülmüştür. Elde ettiğimiz örneklerin R-T’ den alınan süperiletkenlik geçiş sıcaklığıyla uyuşup uyuşmadığı belirlenmiştir. Burada uygulanan manyetik alanın geçiş sıcaklığına etkisini belirlemek için moment-sıcaklık (M-T) ölçümü alınmıştır.

Elde edilen verilerle manyetizasyonun sıcaklığa bağlı grafiği çizilerek aradaki değişim belirlenmiştir. 1000 °C ve 1030 °C sıcaklıklarındaki farklı bekleme süresinde elde edilen YBCO filminin MgO altlığı üzerindeki M-T eğrileri Şekil 4.21’ de verilmiştir.



Şekil 4.21. MgO altlığı üzerine kaplanan filmlerin manyetik moment-sıcaklık (M-T) eğrileri.

M-T eğrilerinin sola doğru kayması hazırlanan örneklerin taneli bir yapıya sahip olduğunu ve taneler arasında zayıf bir bağın olduğunu gösterir. Örneğe manyetik alan uygulandığında öncelikle manyetik alan zayıf bağlantı içeren tane sınırlarından sızmaya başlar. Zayıf bağlı tane sınırlarında süperiletkenlik bozulur ve bu durum süperiletkenliğe geçiş sıcaklığının azalmasına neden olur. MgO altlıkları üzerine yapılan kaplamaların en iyi M-T sonucu MgO-3 altlık üzerindeki eğriden elde edildiği ve diğerlerine göre daha yüksek olduğu görülmüştür. T_c değerlerinin R-T' den alınan ölçümlerle karşılaştırıldığında daha düşük olduğu görülmüştür. MgO-4 kodlu numunenin R-T' den alınan ölçümünün aksine tek faz gibi davrandığı görülmüştür. Bunun sebebi ise PPMS' den alınan hassas ölçüm olarak düşünülmektedir.



Şekil 4.22. *SrTiO₃ althığı üzerine kaplanan filmlerin manyetik moment-sıcaklık (M-T) eğrileri.*

YBCO filminin SrTiO₃ M-T eğrileri Şekil 4.22’ de verilmiştir. Bu altlık üzerindeki SrTiO₃₋₂ ve SrTiO₃₋₄ kaplamalarının üst üste bindiği görülmüştür. Aynı şekilde buradaki ölçümlerde R-T’ den alınan ölçümlerle kıyaslandığında daha düşük T_c değerine sahip olduğu görülmüştür.

Elde ettiğimiz M-T eğrilerinde manyetik momentin hızlı bir şekilde değişmeye başladığı sıcaklık değerleri Tablo 4.2’ de verilmiştir. Aynı zamanda bu sıcaklıklar süperiletken olan örneklerin diamanyetik duruma geçiş sıcaklıklarıdır. Süperiletken malzemeler kritik sıcaklık değerinin altında mükemmel diamanyetizma özelliği gösterirler ve bu negatif manyetizasyonun oluşmasına sebep olmaktadır. Negatif manyetizasyon oluşmasına rağmen II. tip süperiletkenler hâla süperiletkenlik özellik göstermektedir. SrTiO₃ althığı üzerine kaplanan filmlerin MgO althığı üzerine kaplanan filmlere kıyasla daha düzgün bir M-T eğrileri elde edilmiştir. MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine yapılan kaplama sonucunda elde edilen filmlere ait T_c (Kritik Sıcaklık Değeri) YBCO malzemesindeki T_c değerleri ile karşılaştırıldığında uyum içinde olduğu görülmektedir.

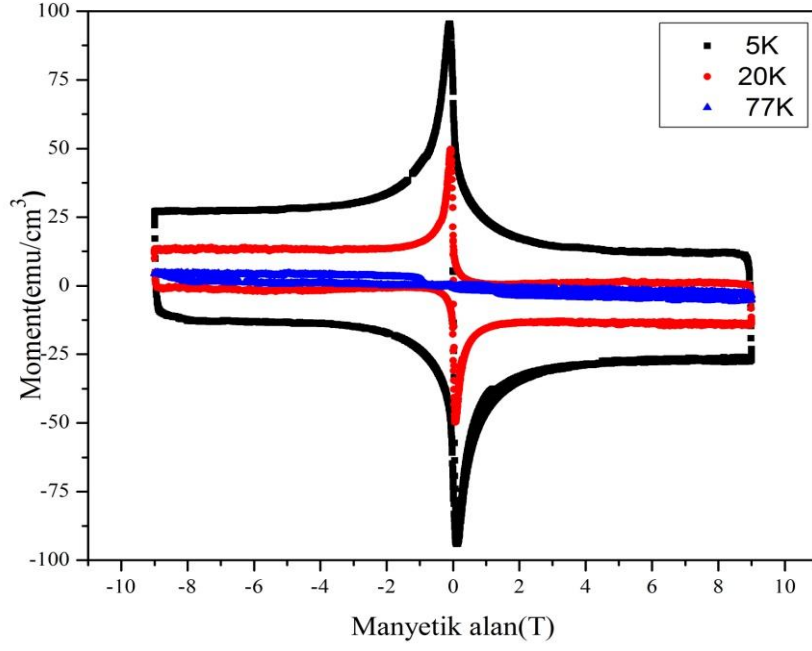
Tablo 4.2. MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine yapılan kaplamaların M-T eğrilerinden elde edilen kritik sıcaklık değerleri.

Numune adı	Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Bekleme süresi	T _c (baş)	T _c (bitiş)	ΔT _c
MgO-1	1000	15 dak.	81 K	48 K	33 K
MgO-2	1030	30 dak.	82 K	64 K	18 K
MgO-3	1000	2 saat	80 K	41 K	39 K
MgO-4	1000	30 dak.	88 K	21 K	67 K
SrTiO ₃ -1	1000	30 dak.	81 K	40 K	41 K
SrTiO ₃ -2	1030	15 dak.	81 K	40 K	41 K
SrTiO ₃ -3	1000	2 saat	82 K	38 K	44 K
SrTiO ₃ -4	1000	15 dak.	84 K	44 K	40 K

4.4.2. M-H Ölçüm Sonuçları

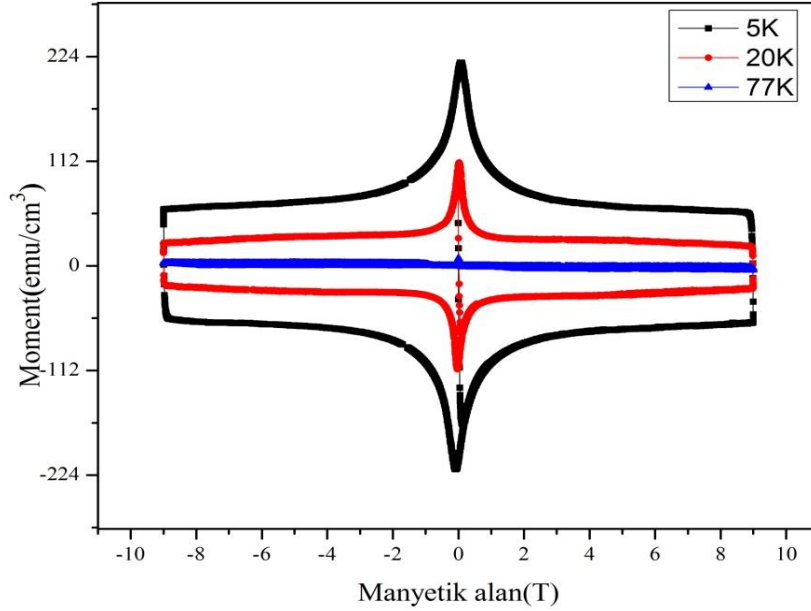
Manyetizasyon ölçümlerinde deney sistemi olarak Quantum Design Titreşim Manyotemetresi (VSM) kullanılmıştır. Ölçümler 5 K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarında -9 T ile 9 T aralığında manyetik alan numune yüzeyine dik olarak ölçülmüştür. Manyetik alan bir süperiletken numuneye öncelikle zayıf bağların olduğu bölgelerden içeri sızmaya başlar. Numune içerisine giren manyetik alan tane sınırlarındaki süperiletkenlik özelliklerini ortadan kaldırır ve numunenin sıfır direnç geçiş sıcaklığına düşmesine neden olur.

M-H eğrilerinde belirli bir manyetik alan değerine kadar ΔM değeri artmakta ve maksimum seviyeye geldikten sonra azalmaya başlamaktadır. Burada $\Delta M = M_+ - M_-$ şeklinde ifade edilmektedir. M₊ pozitif manyetizasyon, M₋ negatif manyetizasyon değeridir. VSM sisteminden alınan manyetik ölçümler ‘emu’ cinsinden olduğu için elde edilen veriler hacme bölünüp manyetizasyon değerini emu/cm³ birimine çevrilerek hesaplanmıştır. MgO altlık üzerine yapılan kaplamaların M-H eğrileri Şekil 4.23- Şekil 4.25’ te gösterilmiştir.



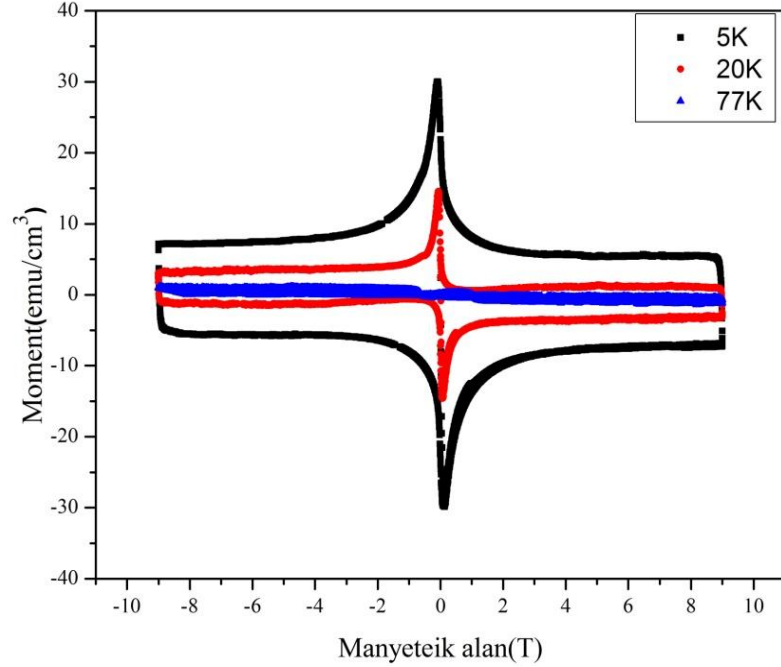
Şekil 4.23. 1000 °C 15 dakika bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

1000 °C 15 dakika bekleme süreli MgO-1 numunesine ait M-H eğrisinde kritik sıcaklık değerine yaklaşıldıkça ilmek eğrisinin genişliği azalmaktadır. Burada manyetizasyon eğrisinin sıcaklık ile değiştiği söylenebilir.



Şekil 4.24. 1030 °C 30 dakika bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

1030 °C 30 dakika bekleme süreli MgO-2 numunesine ait M-H eğrisinde ilmek genişliğinin MgO-1 numunesine kıyasla daha geniş olduğu görülmektedir. Bu durum manyetizasyon özelliklerinin daha iyi olduğunu belirtmektedir. Sinterleme sıcaklığı ve bekleme süresi arttıkça ilmek genişliğinin arttığı söylenebilir.

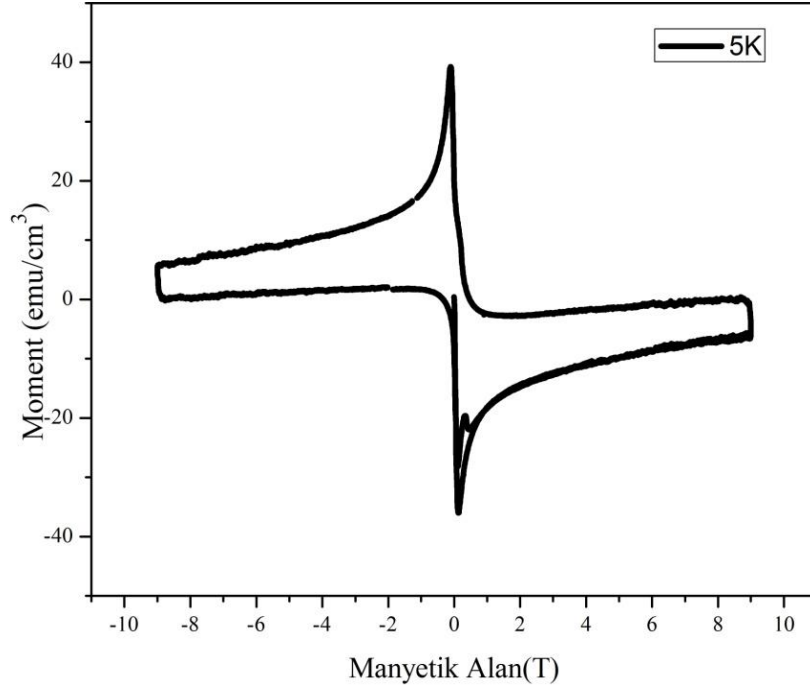


Şekil 4.25. 1000 °C 2 saat bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

1000 °C 2 saat bekleme süreli MgO-3 numunesine ait M-H eğrisi MgO-1 ile kıyaslandığında daha dar bir ilmek genişliğine sahip olduğu görülmektedir. Aynı sıcaklıkta bekleme süresinin uzatılması ilmek genişliğini azalttığı düşünülmektedir. MgO-2 ile kıyaslandığında ise sinterleme süresinin azaltılması bekleme süresinin artırılması ilmek genişliğinde bir azalma olduğunu göstermektedir.

1000 °C 30 dakika bekleme süreli MgO-4 numunesine ait M-H eğrisi süperiletkenlik özelliği göstermemektedir. Bu eğrinin sonuçları XRD' den alınan kırınım deseni analizi ile de doğrulanmaktadır. Çünkü saf YBCO (123) malzemesine ait pikler elde edilememiştir. Eğri bozukluğuna sebep olarak ısıl işlem süresinin yetersiz olması düşünülmektedir.

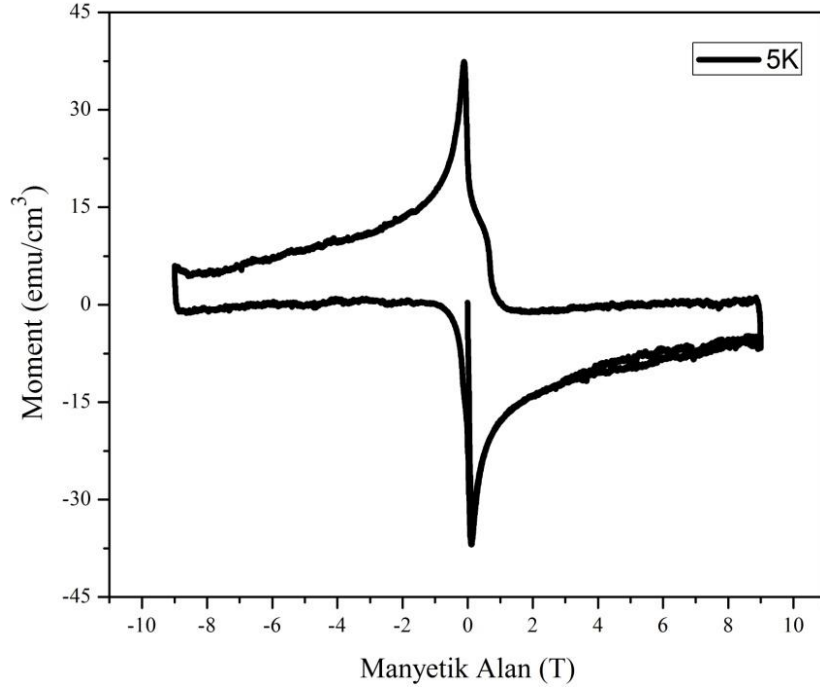
SrTiO₃ altlık üzerine yapılan kaplamaların M-H eğrileri Şekil 4.26-4.28' de gösterilmiştir.



Şekil 4.26. 1000 °C 30 dakika bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

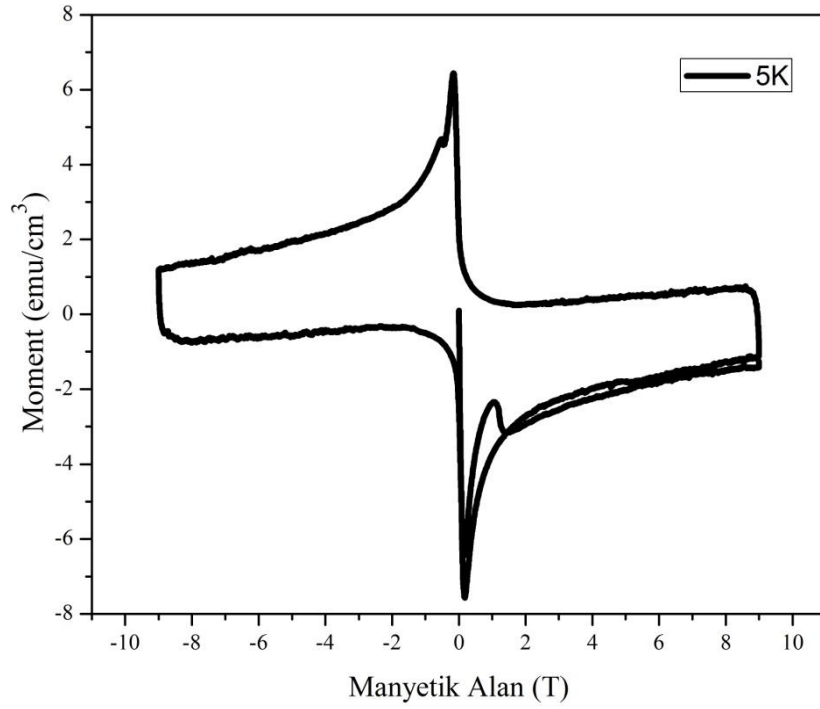
1000 °C 30 dakika bekleme süreli SrTiO₃-1 numunesine ait M-H eğrisinde manyetik alan altında sıcaklık değeri azaldıkça manyetizasyon eğrisinin genişlediği görülmüştür. 20 K ve 77 K sıcaklık değerlerinde elde edilen manyetizasyon eğrilerinin daraldığı ve süperiletken özellik göstermediği bulunmuştur. Bundan dolayı sadece 5 K sıcaklık değerine ait manyetizasyon eğrisi verilmiştir. II. tip süperiletkenlerde numuneye uygulanan manyetik alan H_{c1} (alt kritik alan değeri)' e kadar numune yüzeyinden dışarlanır. Daha sonra H_{c2} değerine kadar manyetik alan numune içerisine kısmen sızarak karışık durum (mixed state) bölgesi oluşur.

H_{c2} değerinden sonra manyetik alan tamamen numune içine girer ve süperiletkenlik durum ortadan kalkar. Mutlak sıfır sıcaklığına yakın değerlerde karışık durumda vortexler oluşur. Uygulanan sıcaklık değeri arttıkça vortex' lerin yüzeyi genişler ve uygulanan manyetik alan numune içerisine rahatlıkla girer bu durumda süperiletkenlik durumu ortadan kalkar. Bizim hazırladığımız numunelerde de 20 K ve 77 K sıcaklık değerinde süperiletken malzemelerinkinden çok farklı bir manyetizasyon eğrisi olduğu görülmüştür. Bunun kısmende olsa altlıklar ile filmler arasında meydana gelen reaksiyon sonucu oluşan ara fazından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.27. 1000 °C 2 saat bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

1000 °C 2 saat bekleme süreli SrTiO₃-3 numunesine ait olan M-H eğrisinde bekleme süresinin artması ile SrTiO₃-1 numunesi ile benzer bir histerisiz eğrisi oluşmuştur. Fakat burada 5 K de alınan ölçüme göre 20 K ve 77 K sıcaklık değerlerindeki beklenen histerisiz eğrisi oluşmamıştır.



Şekil 4.28. 1000 °C 15 dakika bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan filme ait manyetizasyon eğrisi.

5 K' de 1000 °C 15 dakika bekleme süreli SrTiO₃-4 numunesinin M-H eğrisinde ise manyetik alan altında sıcaklık değeri azaldıkça ilmek eğrisinin genişlediği görülmüştür. Bu sonuç; SrTiO₃-1, SrTiO₃-3 ile kıyaslandığında daha geniş bir eğriye sahip olduğu görülmektedir. Bu numuneye ait 20 K ve 77 K sıcaklık değerlerinde ise diamanyetik özelliğe sahip histerisiz eğrileri gözlenmemiştir. Bunun yanı sıra 1030 °C ısıtma işlem sıcaklığında ve 15 dakika bekleme süresinde hazırlanan filme ait M-H eğrisinde de YBCO süperiletken malzemesine ait histerisiz eğrisi oluşmamıştır.

Elde edilen tüm M-H eğrilerinde istenilen bir durum olarak, manyetik alanın uygulandığı sıcaklık değeri arttıkça M-H eğrilerinin daraldığı görülmüştür. Tüm M-H eğrileri -9 T ile 9 T arasında ölçülmüştür. İki altlık üzerine yapılan kaplamaların manyetizasyon eğrileri kıyaslanırsa MgO altlık üzerindeki eğrilerin daha düzgün olduğu görülmektedir. Buradanda MgO altlık, SrTiO₃ altlığa göre YBCO malzemesine ait örgü parametreleriyle uyum içinde olduğu görülmüştür. T.C. Shields ve arkadaşları; YBCO malzemesini SrTiO₃(100) tek kristal altlık üzerine püskürterek film elde etmişlerdir.

Bu çalışma referans alınarak yaptığımız manyetizasyon eğrileri kıyaslandığında benzer özellik göstermiştir[104].

4.4.3. Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplamaları

Kritik akım yoğunluğu değerleri, M-H eğrisinden elde edilen pozitif ve negatif manyetik alanların farkı ile elde edilen ΔM değerleri ve Bean formülü kullanılarak hesaplanmıştır. MgO altlığı üzerine hazırlanan numunelere ait kritik akım yoğunluğu eğrileri Şekil 4.29- Şekil 4.31' de akım yoğunluğu hesaplamalarında kullanılan deneysel veriler ve sonuçları Tablo 4.3- Tablo 4.5' te sunulmuştur.

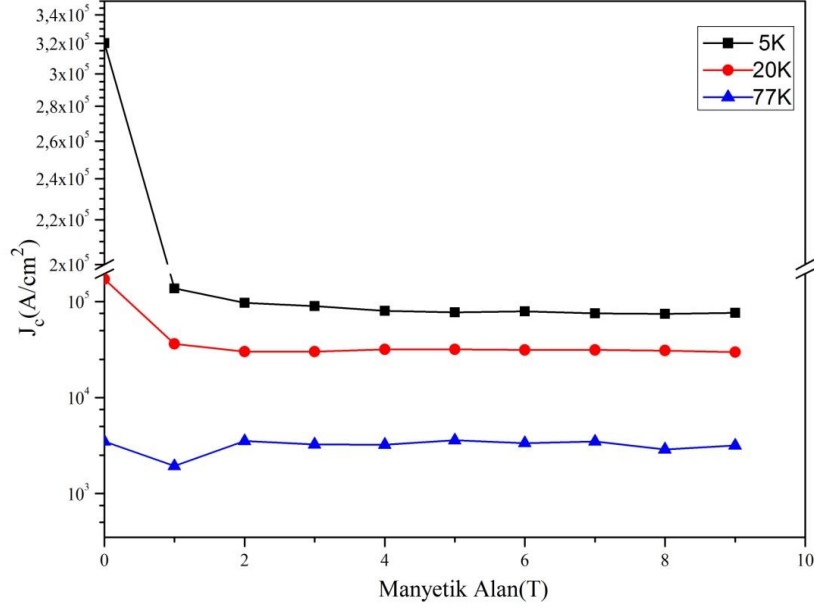
Tablo 4.3' de verilen MgO-1 numunesine ait olan ve 5 K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarında manyetizasyon değerleri ölçülmüştür. Buna bağlı olarak Bean formülü yardımıyla kritik akım yoğunluk hesaplanmıştır. Bu hesaplamalara göre elde edilen J_c eğrisi Şekil 4.29' da verilmiştir.

Tablo 4.3. MgO-1 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalik alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

5 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c(A/cm²)
0 T	97.4424	-94.6952	192.1376	3.2x10 ⁵
1 T	29.0393	-53.1965	82.2358	1.3x10 ⁵
2 T	18.2522	-39.9982	58.2504	9.7x10 ⁴
3 T	18.7598	-35.1757	53.9355	8.9x10 ⁴
4 T	15.8410	-32.2568	48.0978	8.0x10 ⁴
5 T	15.2064	-30.9877	46.1941	7.6x10 ⁴
6 T	15.8410	-31.6223	47.4633	7.9x10 ⁴
7 T	15.2064	-29.8456	45.0520	7.5x10 ⁴
8 T	14.0643	-30.3532	44.4175	7.4x10 ⁴
9 T	14.0643	-31.6223	45.6866	7.6x10 ⁴

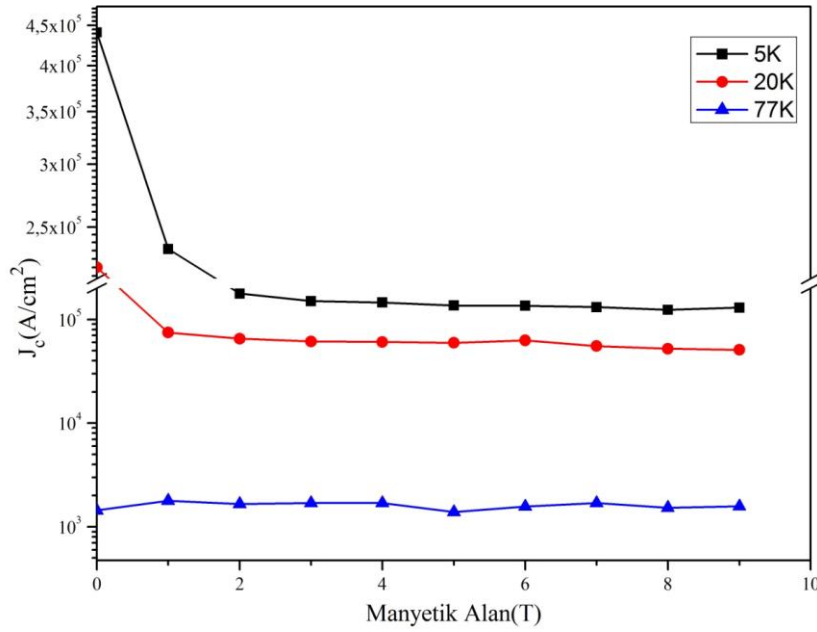
20 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c(A/cm²)
0 T	51.1959	-51.8005	102.9964	1.7 x10 ⁵
1 T	2.2171	-19.4168	21.6339	3.6 x10 ⁴
2 T	1.8812	-16.1918	18.0730	3.0 x10 ⁴
3 T	2.8218	-15.2512	18.0730	3.0 x10 ⁴
4 T	2.8218	-16.1918	19.0136	3.2 x10 ⁴
5 T	2.8218	-16.1918	19.0136	3.2x10 ⁴
6 T	2.8218	-15.9231	18.7449	3.1 x10 ⁴
7 T	2.8218	-15.9231	18.7449	3.1x10 ⁴
8 T	2.5530	-15.9231	18.4761	3.0x10 ⁴
9 T	1.6124	-16.1918	17.8042	2.9x10 ⁴

77 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM (emu/cm³)	J_c(A/cm²)
0 T	0.4926	-1.5900	2.0826	3.5x10 ³
1 T	0.1045	-1.0600	1.1645	1.5x10 ³
2 T	-0.4255	-2.5456	2.1201	3.6x10 ³
3 T	-0.8808	-2.8292	1.9484	3.2x10 ³
4 T	-1.2018	-3.1428	1.9410	3.2x10 ³
5 T	-1.0600	-3.2174	2.1574	3.6x10 ³
6 T	-1.4855	-3.4936	2.0081	3.3x10 ³
7 T	-1.5228	-3.6056	2.0828	3.5x10 ³
8 T	-2.0529	-3.7773	1.7244	2.9x10 ³
9 T	-2.2619	-4.1655	1.9036	3.2x10 ³



Şekil 4.29. 1000 °C 15 dakika bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.

MgO-1 numunesine ait J_c değerleri manyetik alan altında sıcaklık değeri azaldıkça eğri genişliğinin arttığı ve buna bağlı olarak en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu görülmektedir. Sıcaklık değeri arttıkça eğri genişliğinin azaldığı ve kritik akım yoğunluk değerinin de azaldığı görülmektedir. Bu numune için hesaplanan J_c değeri yaklaşık $3.2 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ bulunmuştur. Bean formülü yardımıyla kritik akım yoğunluk eğrileri Şekil 4.30' da hesaplanarak bulunmuştur.



Şekil 4.30. 1030 °C 30 dakika bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.

Tablo 4.4. MgO-2 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalik alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

5 K	M_r(emu/cm³)	M(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	213.8336	-227.0636	440.8972	4.4 x10 ⁵
1 T	117.8399	-116.6085	234.4484	2.3x10 ⁵
2 T	87.3795	-90.1485	177.5280	1.8x10 ⁵
3 T	72.6114	-77.2262	149.8376	1.5x10 ⁵
4 T	69.8420	-75.6878	145.5298	1.5x10 ⁵
5 T	66.7653	-69.8420	136.6073	1.4x10 ⁵
6 T	62.4578	-72.9188	135.3766	1.4x10 ⁵
7 T	61.2271	-69.8420	131.0691	1.3x10 ⁵
8 T	62.4578	-61.2271	123.6849	1.2x10 ⁵
9 T	63.9962	-65.5346	129.5308	1.3x10 ⁵

20 K	M_r(emu/cm³)	M(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	111.7965	-110.4673	222.2638	2.2x10 ⁵
1 T	35.5917	-39.1361	74.7278	7.5x10 ⁴
2 T	29.9797	-35.0010	64.9807	6.5x10 ⁴
3 T	27.9122	-33.5241	61.4363	6.1x10 ⁴
4 T	27.9122	-32.7857	60.6979	6.1x10 ⁴
5 T	26.5830	-32.7857	59.3687	5.9x10 ⁴
6 T	29.3820	-33.5241	62.9061	6.1x10 ⁴
7 T	25.8446	-29.3890	55.2336	5.5x10 ⁴
8 T	24.3678	-27.9122	52.2800	5.2x10 ⁴
9 T	22.3002	-28.6506	50.9508	5.1x10 ⁴

77 K	M_r(emu/cm³)	M(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	0.0738	-1.3660	1.4398	1.4x10 ³
1 T	0.0276	-1.7629	1.7905	1.8x10 ³
2 T	-0.1476	-1.8091	1.6615	1.7x10 ³
3 T	-0.1938	-1.8921	1.6983	1.7x10 ³
4 T	-0.6738	-2.3721	1.6983	1.7x10 ³
5 T	-0.8491	-2.2429	1.3938	1.4x10 ³
6 T	-0.6738	-2.2429	1.5691	1.6x10 ³
7 T	-0.6276	-2.3260	1.6984	1.7x10 ³
8 T	-0.9322	-2.4644	1.5322	1.5x10 ³
9 T	-1.1906	-2.7690	1.5784	1.6x10 ³

Tablo 4.5. MgO-3 numunesinin 5K, 20 K ve 77 K sıcaklıklarına 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

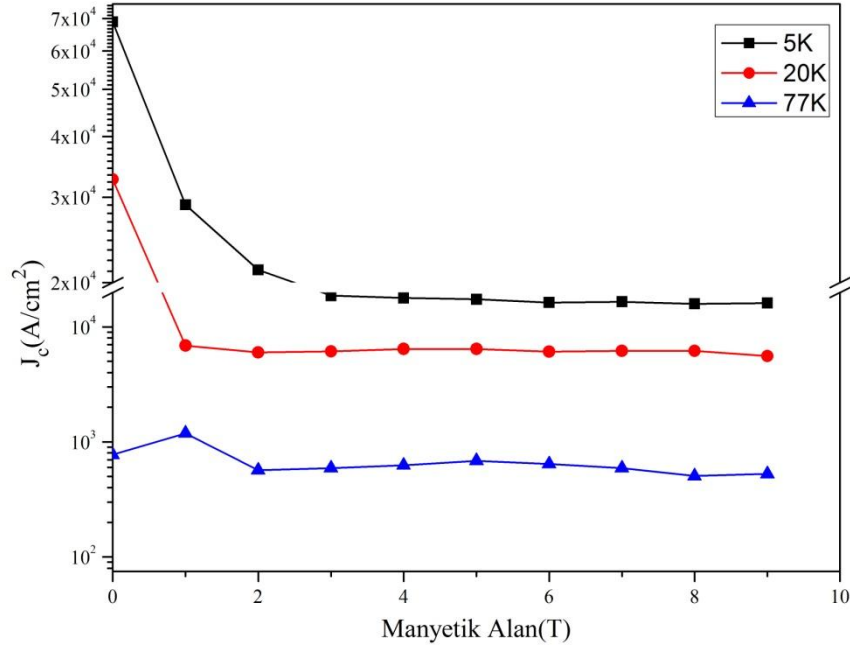
5 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	30.5193	-31.7042	62.2235	6.9x10 ⁴
1 T	9.4785	-16.6283	26.1068	2.9x10 ⁴
2 T	7.3540	-11.8073	19.1613	2.1x10 ⁴
3 T	6.3735	-10.4591	16.8326	1.9x10 ⁴
4 T	6.3735	-9.6828	16.0563	1.8x10 ⁴
5 T	6.7412	-8.9065	15.6477	1.7x10 ⁴
6 T	6.5778	-8.1303	14.7081	1.6x10 ⁴
7 T	6.5778	-8.3346	14.9124	1.7x10 ⁴
8 T	6.3735	-7.9260	14.2995	1.6x10 ⁴
9 T	6.0058	-8.4980	14.5038	1.6x10 ⁴

20 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	14.7898	-14.6877	29.4775	3.3x10 ⁴
1 T	0.7762	-5.4134	6.1896	6.9x10 ³
2 T	1.1643	-4.2490	5.4133	6.0x10 ³
3 T	1.4503	-4.0651	5.5154	6.1x10 ³
4 T	1.4503	-4.3511	5.8014	6.4x10 ³
5 T	1.8385	-3.9630	5.8015	6.4x10 ³
6 T	1.6342	-3.8608	5.4950	6.0x10 ³
7 T	1.7363	-3.8608	5.5971	6.2x10 ³
8 T	1.7363	-3.8608	5.5971	6.2x10 ³
9 T	1.4503	-3.5748	5.0251	5.6x10 ³

77 K	M₊(emu/cm³)	M₋(emu/cm³)	ΔM(emu/cm³)	J_c (A/cm²)
0 T	0.2516	-0.4471	0.6987	7.7x10 ²
1 T	0.2914	-0.7840	1.0754	1.2x10 ³
2 T	-0.0620	-0.5732	0.6352	5.7x10 ²
3 T	-0.1085	-0.6429	0.5344	6.0x10 ²
4 T	-0.1798	-0.7458	0.5660	6.2x10 ²
5 T	-0.1334	-0.7525	0.6191	6.9x10 ²
6 T	-0.1715	-0.7525	0.5810	6.5x10 ²
7 T	-0.2114	-0.7458	0.5344	5.9x10 ²
8 T	-0.3209	-0.7774	0.4565	5.0x10 ²
9 T	-0.2811	-0.8471	0.5660	6.2x10 ²

MgO-2 numunesine ait kritik akım yoğunluk değerleri hesaplanarak J_c değerinin yaklaşık 4.4×10^5 A/cm² olarak bulunmuştur. Sıcaklık değeri arttıkça taneler arası bağın daha sıkı olduğu düşünülmektedir. MgO-1 numunesine göre daha yüksek bir değere sahiptir. Bunu M-H eğrilerinden elde edilen eğri genişliğinden belirleyebiliriz.

Tablo 4.5’ de verilen MgO-3 numunesine ait olan manyetizasyon değerlerinin bean formülü kullanılarak kritik akım yoğunluk eğrileri Şekil 4.31’ de hesaplanarak bulunmuştur.

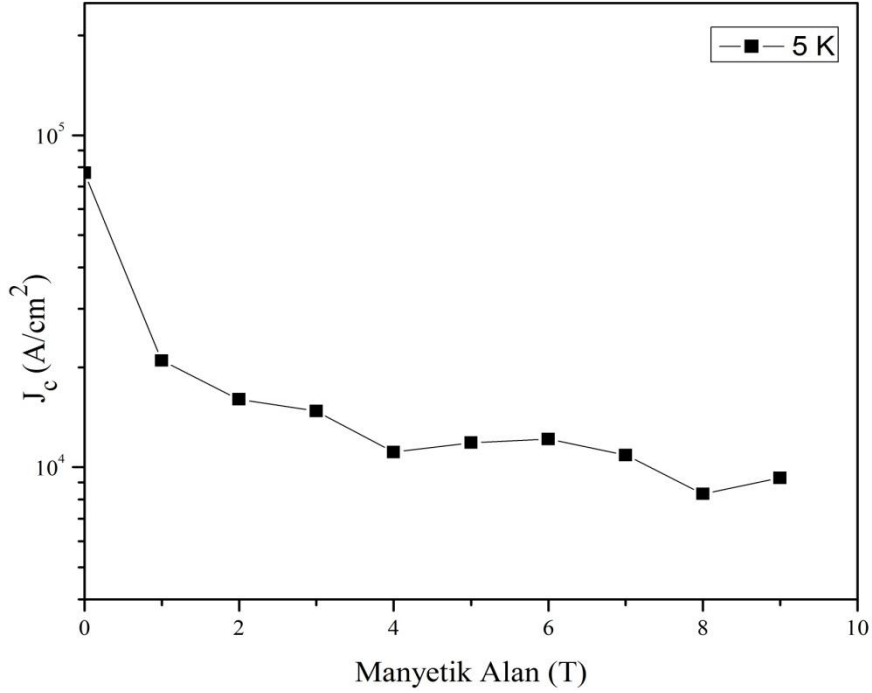


Şekil 4.31. 1000 °C 2 saat bekleme süreli MgO altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.

MgO-3 numunesine ait kritik akım yoğunluk değeri hesaplandı. Bu numune de M-H eğrilerine paralel olan özellikleri göstermiştir. J_c değeri yaklaşık olarak 6.9×10^4 A/cm² bulunmuştur. 1000 °C ısıtma işlemi sıcaklıkta ve 30 dakika bekleme süresinde hazırlanan filme ait istenilen manyetizasyon eğrileri oluşmadığı için bu malzemenin J_c değeri de hesaplanamamıştır.

Tablo 4.6. *STiO₃-1* numunesinin 5 K sıcaklığında 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

5 K	M_+ (emu/cm ³)	M_- (emu/cm ³)	ΔM (emu/cm ³)	J_c (A/cm ²)
0 T	39.8292	-37.2578	77.0870	7.7×10^4
1 T	-0.2735	-21.2276	20.9541	2.1×10^4
2 T	-0.5471	-16.5772	16.0301	1.6×10^4
3 T	-0.2735	-15.0453	14.7718	1.5×10^4
4 T	-1.0394	-12.1457	11.1063	1.1×10^4
5 T	-0.2735	-12.1457	11.8722	1.2×10^4
6 T	0	-12.1457	12.1457	1.2×10^4
7 T	1.3130	-9.5743	10.8873	1.1×10^4
8 T	0.2735	-8.0474	8.3219	8.3×10^3
9 T	1.5318	-7.7688	9.3006	9.3×10^3



Şekil 4.32. *1000 °C 30 dakika bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.*

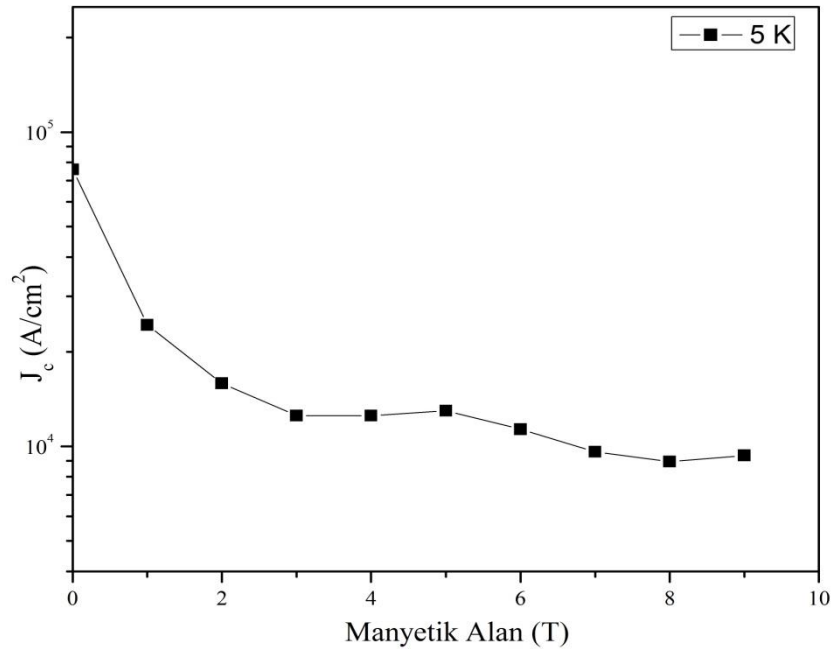
Tablo 4.6' da verilen SrTiO₃-1 numunesinin 5 K sıcaklık değerine ait olan kritik akım yoğunluk eğrisi Şekil 4.32' de verilmiştir.

SrTiO₃-1 altlık üzerine hazırlanan malzemenin kritik akım yoğunluk değeri Bean formülü kullanılarak 5 K sıcaklık değerinde 0 T alan altında hesaplanan yaklaşık J_c değeri 7.7×10^4 A/cm² olarak bulunmuştur. Bu numunede M-H eğrisine paralel özellik göstermiştir. Manyetik alan altında sıcaklık değeri azaldıkça eğri genişliğinin arttığı

gözlemlenmiştir. 20 K ve 77 K sıcaklık değerlerinde süperiletkenliğe ait manyetizasyon eğrileri oluşmadığı için kritik akım yoğunluk değerleri hesaplanamamıştır. SrTiO₃-2 numunesine ait süperiletkenlik özellik M-H eğrilerinde bulunmadığından dolayı kritik akım yoğunluk hesaplaması yapılmamıştır. Tablo 4.7’ de verilen SrTiO₃-3 numunesine ait olan kritik akım yoğunluk eğrisi Şekil 4.33’ de verilmiştir.

Tablo 4.7. STiO₃-3 numunesinin 5 K sıcaklığında 0 ile 9 Teslalık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

5 K	M _r (emu/cm ³)	M(emu/cm ³)	ΔM(emu/cm ³)	J _c (A/cm ²)
0 T	37.7895	-38.2472	76.0367	7.6x10 ⁴
1 T	3.8654	-20.4460	24.3114	2.4x10 ⁴
2 T	0.4577	-15.4108	15.8685	1.5x10 ⁴
3 T	-0.2543	-12.7660	12.5117	1.3x10 ⁴
4 T	0.7120	-11.7996	12.5116	1.3x10 ⁴
5 T	1.4241	-11.5453	12.9694	1.3x10 ⁴
6 T	0.9663	-10.3755	11.3418	1.1x10 ⁴
7 T	0.4577	-9.1549	9.6126	9.6x10 ³
8 T	1.2206	-7.7308	8.9514	8.9x10 ³
9 T	2.3904	-6.9679	9.3583	9.3x10 ³

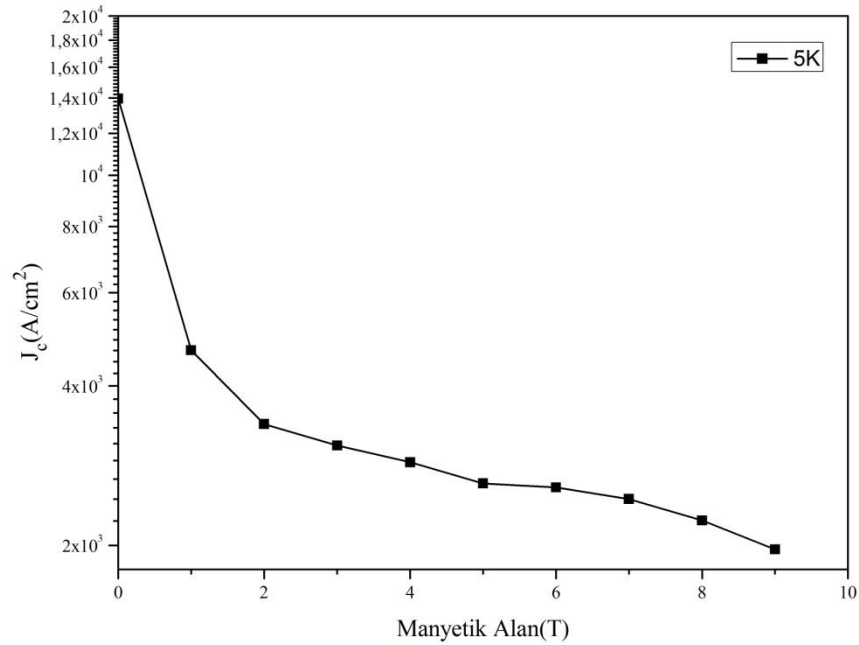


Şekil 4.33. 1000 °C 2 saat bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.

SrTiO₃-3 numunesine ait kritik akım yoğunluk değeri yaklaşık olarak 7.6×10^4 A/cm² bulunmuştur. SrTiO₃-1 ile benzer özellik göstermektedir. Bu film üzerine yapılan kaplamaların sadece 5 K sıcaklık değerinde istenilen manyetizasyon eğrisi olduğu için buradaki kritik akım yoğunluk değeri hesaplanmıştır. Tablo 4.8’ de verilen SrTiO₃-4 numunesine ait olan kritik akım yoğunluk eğrisi Şekil 4.34’ de verilmiştir. Sonuçta bu kritik akım yoğunluk eğrisi M-H ölçümleriyle uyum içindedir.

Tablo 4.8. STi0-4 numunesinin 5K sıcaklığında 0 ile 9 Teslahık alan altındaki kritik akım yoğunluğu değerleri.

5 K	M ₊ (emu/cm ³)	M ₋ (emu/cm ³)	ΔM(emu/cm ³)	J _c (A/cm ²)
0 T	6.3450	-7.6198	13.9648	1.4×10^4
1 T	0.4765	-4.1965	4.6730	4.7×10^3
2 T	0.3044	-3.0826	3.3870	3.4×10^4
3 T	0.3497	-2.7385	3.0882	3.0×10^3
4 T	0.4765	-2.3943	2.8708	2.9×10^3
5 T	0.5217	-2.0955	2.6172	2.6×10^3
6 T	0.7300	-1.8419	2.5219	2.5×10^3
7 T	0.6938	-1.7513	2.4451	2.4×10^3
8 T	0.6485	-1.5792	2.2277	2.2×10^3
9 T	0.5580	-1.4072	1.9652	1.9×10^3



Şekil 4.34. 1000 °C 15 dakika bekleme süreli SrTiO₃ altlığı üzerine kaplanan numuneye ait eğrinin kritik akım yoğunluğu değişimi.

SrTiO₃-4 numunesine ait kritik akım yoğunluk değeri 5 K sıcaklıkta 0 T alan altında yaklaşık olarak 1.4×10^4 A/cm² hesaplanmıştır. Diğer SrTiO₃ altlıklarıyla kıyaslandığında düşük bir J_c değerine sahip olduğu bulunmuştur. T.C.Shields ve arkadaşları bean formülünü kullanarak YBCO malzemesinin SrTiO₃ altlığı üzerindeki kaplamanın manyetik alan altında 25 K, 50 K ve 77 K sıcaklık değerlerinde kritik akım yoğunluğunu hesapladılar [110]. Bizim yaptığımız çalışmada 5 K sıcaklık değerinde kritik akım yoğunluğu hesaplanmıştır. Literatürle karşılaştırıldığında sıcaklık değeri arttıkça kritik akım yoğunluk değerinde azalma gözlemlenmiştir. Dolayısıyla yaptığımız çalışma ile uyum içindedir.

Süperiletken özellik gösteren YBCO bileşiğinin MgO ve SrTiO₃ altlıkları üzerine yapılan kaplamalarda sıcaklık değerinin azalmasıyla M-H eğrilerinden elde edilen ΔM değerinin artması ile kritik akım yoğunluğu J_c değerlerinde bir artış gözlemlenmiştir. En yüksek kritik akım yoğunluğu değeri MgO altlığı üzerine hazırlanan, 1030 °C sıcaklıkta 30 dakika süre ile hazırlanan MgO-2 numunesine ait olup bu değer 0 Teslada 5 K sıcaklık değerindeki kritik akım yoğunluğunun J_c değeri yaklaşık olarak 4.4×10^5 A/cm² elde edilmiştir. Manyetik alan numune içerisine kritik sıcaklık değerine yaklaştığı zaman girmeye başlar. Daha sonra taneler arasındaki süperiletkenlik ortadan kalkar ve geçiş sıcaklığının bir miktar düşmesine neden olur.

5. SONUÇ VE YORUM

Tez kapsamında ultrasonik sprey piroliz yöntemi kullanılarak $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ bileşiğinin MgO ve $SrTiO_3$ altlıkları üzerine kaplama yapılması ile süperiletken film elde edilmiştir. Ultrasonik sprey piroliz yöntemi kimyasal buhar kaplama yöntemlerinden biri olmasından dolayı mikrometre altında parçacık elde etme özelliğine sahiptir. Diğer yandan cihazın basit ve ucuz olması, vakum gerektirmeyen ortamlarda çalışması ve üretim kompozisyonunun kontrol edilebilir olmasından dolayı son zamanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

MgO ve $SrTiO_3$ altlıkları üzerine kaplanan filmlerin farklı ısı işlem sıcaklıklarında ve farklı bekleme süreleri denenerek örneklerin XRD, R-T, SEM-EDX analizleri yapıp PPMS cihazı yardımıyla M-H, M-T ve J_c değerleri hesaplanmıştır. Bu altlıklar üzerine kaplanan örneklerin hem altlık için hem de YBCO malzemesi için uygun sinterleme sıcaklıkları ve süreleri belirlenmeye çalışılmıştır.

Hazırlanan örneklerin X-ışını kırınım analiz sonuçlarının saf YBCO (123) ile uyum içinde olduğu, ayrıca yapının her iki altlık üzerinde yapılan kaplamalarda tek fazlı ve oluşan kristalleşmenin büyüme yönelimi olarak c-ekseni boyunca olduğu bulunmuştur. Safsızlık piklerine rastlanmamıştır. Örgü parametrelerinin hesaplanması ile yapının ortorombik olduğu bulunmuştur. Bu da arzulanan bir durumdur. Her iki altlıkta da ısı işlem sıcaklığının artması ile pik şiddetlerinde artış olduğu görülmüştür.

SEM analiz sonucuna göre, YBCO süperiletken malzemesinin özelliği olan tanecikli yapının ve kısmi erimenin oluşması bu altlıklar üzerinde hazırlanan filmlerde de görülmüştür. Sıcaklık arttıkça tanecikler arası mesafelerin azaldığı ve kısmi erimenin belirginleştiği görülmüştür. EDX elementel analiz sonucunda ise herhangi bir safsızlık pikinin oluşmadığı ve YBCO (123) malzemesinin elde edildiği bulunmuştur.

Elektriksel direnç-sıcaklık sonucuna göre MgO altlıkları üzerine hazırlanan numunelerden yalnızca MgO-4 kodlu numunenin çift fazlı bir özellik gösterdiği bunun da yetersiz ısı işleminden kaynaklandığı düşünülmektedir. MgO-1, MgO-2 ve MgO-3 kodlu numunelerin direnç-sıcaklık eğrilerinde düzgün bir azalışın ve T_c değerlerine sahip oldukları görülmüştür. $SrTiO_3$ altlıkları üzerindeki kaplamaların direnç-sıcaklık eğrileri daha keskin ve düzgündür. Bunun sonucunda her iki altlık üzerine hazırlanan numunelerin süperiletkenlik özellik gösterdiği bulunmuştur.

Süperiletkenlik özelliđi belirlemenin diđer bir yolu ise M-T eđrilerinin analiz sonucudur. Süperiletkenlik fazının oluşmaya başladığı sıcaklık deđerinden itibaren manyetizasyon deđeri lineer olarak azalma göstermiştir. Süperiletken durumda malzeme diamanyetik bir etkiye sahiptir. Yani malzemeye uygulanan manyetik alan zıt yönde bir manyetizasyon oluşur. Dolayısıyla T_c civarında manyetizasyon deđerinin düşmesi diamanyetik etkinin bir sonucudur. Üretilen filmlerin de diamanyetik özellik gösterdiği bulunmuştur. MgO-4 kodlu numunenin R-T eđrisinden alınan sonuca göre çift fazlıymış gibi görünmesinin aksine M-T eđrilerinde bu fazın oluşmadığı dikkati çekmiştir. Sıcaklık deđerlerinin artması numuneler üzerinde çok önemli bir deđişimin olmadığını göstermiştir.

M-H eđrilerinde ise manyetik alanın uygulandığı sıcaklık deđeri arttıkça bu eđrilerin azaldığı görülmüştür ki bu da beklenen bir durumdur. Saf YBCO malzemesinin kristal yapısının güçlü taneler arası bağa sahip olmasından ve iyi diamanyetik özellik göstermesinden dolayı geniş histerisiz eđrisi oluşur. Bundan dolayı 5 K sıcaklık deđerindeki histerisiz eđrisinin geniş olması buna bağlanılabilir. M-H eđrilerine bağlı olarak hesaplanan kritik akım yoğunluk deđerleri Bean formülü kullanılarak bulunmuştur. Bu hesaplamalar sonucunda en yüksek J_c deđerinin MgO altlığı üzerinde hazırlanan filme ait olduğu belirlenmiştir.

YBCO malzemesi ile uyum içerisinde olan altlıklar belirlenip kullanılmıştır. Bu yöntem ile yapılan çalışmalarımızı geliştirerek ve farklı numunelerle farklı altlıklar kullanılmasıyla teknolojiye bir katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] H.Kamerlingh Onnes, Commun. **Phys. Lab. Univ. Leiden** **124c** (1911).
- [2] W.Meissner and R.Ochsenfeld, **Naturwissenschaften** **21**,789 (1933).
- [3] C.Gorter and Casimir, **Physica** **1**, 306 (1934).
- [4] L.W. Schubnikow and I.E.Nakhutin, **Nature** **139**, 589 (1937).
- [5] E.Maxwell, **Phys. Rev.** **78**, 477 (1950).
- [6] C.A.Reynolds, B.Serin, W.H.Wright, and L. B.Nesbitt, **Phys.Rev.** **78**, 487 (1950).
- [7] V.Ginzburg and L.Landau, **Zh.Eksp. Teor fiz.** **18**, 241 (1950).
- [8] A.A.Abrikosov, **Zh.Eksp Teor Fiz.** **32**, 1442 (1957).
- [9] J.Bardeen, L.N.Cooper, and J.R.Schrieffer, **Phys.Rev.** **108**, 1175 (1957).
- [10] B.D.Josephson, **Phys.Lett.** **1**, 251 (1962).
- [11] J.G.Bednorz and K.A.Müller, **Z.Phys. B** **64**, 189 (1986).
- [12] A.Mourachkine, Room Temperature Superconductivity, **Cambridge International Science Publishing** (2004)
- [13] J. Akimutsu, J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, and, Symposium on Transition Metal Oxides, Sendai, Japan; January 10, (2001)
- [14] V. Russell, F. A. Kanda, and A. J. King, **Acta Cryst.** **6**, 870 (1953).
- [15] N. V. Vekshina, L. Ya. Markovskii, Yu. d. Kondrashev, and T. K. Voevodskaya, **J. Appl. Chem. of the USSR** (translated from Zhurnal Prikladnoi Khimii) **44**, 970 (1971).
- [16] K. E. Spear, **J. Less-Common Metals** **47**, 195 (1976).
- [17] Hiroki Takahashi, Kazumi Igawa, Kazunobu Arii, Yoichi Kamihara, Masahiro Hirano, "Superconductivity at 43 K in an iron-based layered compound $\text{LaO}_{1-x}\text{F}_x\text{FeAs}$ ". **Nature** **453** (7193): 376–378. Hideo Hosono (2008).
- [18] Adrian Cho. "Second Family of High-Temperature Superconductors Discovered". **ScienceNOW Daily News**.
- [19] Ren, Zhi-An; Che, Guang-Can; Dong, Xiao-Li; Yang, Jie; Lu, Wei; Yi, Wei; Shen, Xiao-Li; "Superconductivity and phase diagram in iron-based arsenic-oxides ReFeAsO_{1-d} (Re = rare-earth metal) without fluorine doping". **EPL (Europhysics Letters)** **83**: 17002. Li, Zheng-Cai et al. (2008).
- [20] Andrei Mourachkine, High-Temperature Superconductivity in Cuprates, Universite Libre de Bruxelles, Brussels, Belgium, **8**, (2002)
- [21] Stuart Walf, Selected Topics in Superconductivity Stability of Superconductors, Naval Research Laboratory, Washington, D.C, **3**, (2002)
- [22] Dr.Ajay Kumar Saxena, Springer series in materials science 125 High-Temperature Superconductors, Awadhesh Pratap Singh University, Department of Physics Rewa, M.P.486003,India,**15**, (2010)
- [23] Andrei Morachkine, High-Temperature Superconductivity in Cuprates (the Nonlinear Mechanism and Tunneling Measurements) Universite Libre de Bruxells, Brussels, Belgium, **17-18**, (2002)
- [24] A.C.Rose-Innes, E.H.Rhoderic, introduction to superconductivity **Pergamon** (1978)

- [25] J. Bardeen, L.N. Cooper, J.R. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957).
- [26] http://wikis.lib.ncsu.edu/index.php/Magnetic_Levitation_with_superconductors
- [27] J.G. Bednorz, K.A.Muller, Z.Phys.**B64**, 189 (1986)
- [28] M.K.Wn, C.W.Chu, Phys. Rev.Lett.58, 908 (1987)
- [29] H.Maeda et al., Jpn. J. Appl. Phys. 27, L209 (1988)
- [30] Z. Z. Sheng, A. M. Hermann, Nature 332, 55 (1988)
- [31] <http://kayaweb.envy.nu/superiletken.htm>
- [32] P. J. Ford, G. A. Saunders, The Rise of the Superconductors, Boca Raton London **New York Washington, D. C.**, 34,(2004)
- [33] Andrei Mourackine, Room-Temperature Superconductivity, Cambridge International Science Publishing 7 Meadow Walk Great Abington, **Cambridge CB16AZ, UK**,116, (2004)
- [34] R. Hazen et al. "Crystallographic description of phases in the Y-Ba-Cu-O Superconductor", Superconductivity from wikipedia, the free encyclopedia **Physical Review B**35 (13) : 7238. (1987).
- [35] Neeraj Khare Handbook of High-Temperature Superconductor Electronics.**ISBN0-8247-0823-7-05-01**. (2003)
- [36] Electronic structure of the high-temperature oxide superconductors **Rev.Mod.Phys., Vol.61, No.2**, 439, April (1989)
- [37] N.Doğan Jorgenson J.D., Beno M.A., Hinks D.G., Soderholm L. Volin K.J., Hitterman R.L., Grace J.D., Schuller I.K., segre C.U., Zhang K. and Kleefisch M.S., **Pysc. Rev. B**. 36 -3608
- [38] http://www.ch.ic.ac.uk/rzepa/mim/century/html/ybco_text.htm
- [39] D.Larbalestier et al., "High-T_c superconducting materials for electric power applications ", **Nature** 414, 368-377 (2001)
- [40] High-Temperature Superconductivity **Japanese Journal of Applied Physics** vol.45, No.12, pp.0000-0000, (2006)
- [41] W.V. Hassenzahl et al., "Electric Power Applications of Superconductivity", **Proceedings of the IEEE**, Vol. 92, No. 10, 1655-1674, October (2004)
- [42] Applications of Bulk High- Temperature Superconductors **Proceedings of the IEEE, Vol.92, No.10**, October (2004)
- [43] N.Doğan, "<http://www.finog.com/film/squid.html>"
- [44] N.Doğan,"Ter Brake HJM, Rijpma AP, Stinstra JG, Borgmann J,Holland HJ, Krooshoop HJG, Peters MJ, Flokstra J, Quartero HWP, Rogallo H. Fetal Magnetocardiography: clinical relevance and feasibility, **Physica C** 368.10-7(2002)
- [45] Somekh, RE., Blamire, M.G., Barber, Z.H., Butler, K., James, J.H., Morris, G.W., Tomlinson, E.J., High Superconducting Transition Temperatures in Sputter-Deposited YBaCuO Thin Films, **Nature**, 326: 857-859(1987)
- [46] R. Barth, B.Spangenberg, Chr. Jaekel, H.G.Roskos and H.Kurz, Optimization of Y₁Ba₂Cu₃O_{7-x} submicrometer structure fabrication, **Appl. Phys. Lett** 63(8), 1149
- [47] A.Ateş "Dew-Hughes, D., Ceramic Suprconductors-Developments and Prospects, Ceramics, 741-745 December (1988)

- [48] L. B. Freund and S. Suresh, Thin Films materials; stress, defect formation and surface evolution, Printed in the United Kingdom at the University Press, **Cambridge**, TA418.9.T45F.6, (2003)
- [49] Glang, R., Ch.1, pp. 1-3 to 1-130 in Ref.1 (Maissel, L.I., and Clang, R., (eds.), Handbook of thin film Technology, Mc Graw-till, **New York**(1970)
- [50] Bunshah, R.F., Ch 4, pp.83-169 in Ref.3 (Bunshah, R.F., (ed), Deposition Technologies for films and Coatings; Developments and Applications, Publications, Park Ridge, **NJ** (1982)
- [51] V.Mantija sevic et al., J.Mater. Res. **6**(4), 682(1991)
- [52] Gossard, A.C., in : Treatise on Material Science and Technology, 24:13-66, (K.N.Tu, ed.), Academic Press, New York (1982)
- [53] Knodle, W., Research and Development, 28 (8): 73-85 (Aug.1986)
- [54] J. Kwo et al., Phys. Rev. B.36, 4039 (1987)
- [55] Narayanamurti, V., and Gibson, J.M., Physics Today, 39(1):S40 January (1986)
- [56] Singer, P.H., Semiconductor International, vol.5, **Elsevier**, New York (1984)
- [57] Wehner, G. K., and Anderson, G.S., Ch.3, pp. 3-1 to 3-38 in Ref.1 (Maissel, L.I., and Clang, R., (eds.), Handbook of thin film Technology, Mc Graw-till, New York(1970)
- [58] Mattox, D.M., pp.224-287 in Ref.3 (Bunshah, R.F., (ed), Deposition Technologies for films and Coatings; Developments and Applications, Publications, Park Ridge, NJ (1982)
- [59] Z.L.Bao et al., Appl. Phys. Lett.S1, 946 (1987)
- [60] Koga, T., off-axis Pulsed Laser Deposition of YBaCuO Superconducting Thin Films, MS Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, swedan (1994)
- [61] Stringfellow GB Organometallic Vapor-Phase Epitaxy (San Diego: Academic) p5 (1989)
- [62] Beasman TM, Stinton D. P and Lowden R. A, Mes Bull. 11 45 (1988)
- [63] Krishna Seshan, Handbook of Thin Film Deposition Techniques, Intel corporation santra clara, California, **151**, (2002)
- [64] Dr.Ajay Kumar Saxena, Springer series in materials science 125 High-Temperature Superconductors, Awadhesh Pratap Singh University, Department of Physics Rewa, M.P.486003,India,**103** , (2010)
- [65] M.L. Nielsen, P.M. Hamilton, R.J. Walsh, in: W.E. Kuhn (Ed.), Ultrafine Particles. Wiley, New York, p. 181 (1963)
- [66] H. Kamiya, H. Suzuki, D. Kato, G. Jimbo, J. Am. Ceram. Soc. 76 (1993) 54.
- [67] M. Jergel, **S. Sci. Technol.** 67. 8 (1995)
- [68] A. Sheth et al., **Appl. Supercond.** 855. 6 (1998)
- [69] Zhang, S. and Messing, G.L., **Ceramic** Transaction,vol.12, Ceramic Powder Science III, American Ceramic Society, Westerville, OH, p 49(1991)
- [70] Hirata,Y., Sakeda, K., Matsushita, Y., Shima da, K. and Ishihara,Y., **Journal of the American Ceramic Society**,72,995.(1989)

- [71] H.S. Kang, Y.C. Kang, H.Y. Koo, S.H. Ju, D.Y. Kim, S.K. Hong, J.R. Sohn, K.Y. Jung, S.B. Park, Nano-sized ceria particles prepared by spray pyrolysis using polymeric precursor solution, **Materials and Advanced Technology** 99–104. 127 (2006)
- [72] Y.C. Chang, D.H. Huang, K.Y. Cheng, Morphological control of product powders in spray pyrolysis via chemical engineering approach, **Journal of Aerosol Science** 925–926,31 (2000)
- [73] Sindayihebura D, Pulverisation ultrasonique de films liquides de faible épaisseur, Ph. D. thesis, Universite catholique de Louvain, (1995)
- [74] Sindayihebura D, Dobre M & Bolle L, Experimental study of thin liquid film ultrasonic atomisation, Proc ExHFT-97, 1249-1256, Bruxelles, Belgium, pub Edizioni ETS. (1997)
- [75] Sindayihebura D, Cousin J & Dumouchel C, Experimental and theoretical study of sprays produced by ultrasonic atomisation, **Part. Part. Syst. Character.**, 14, 93-101, (1997)
- [76] [http:// en.wikipedia.org/wiki/Cavitation](http://en.wikipedia.org/wiki/Cavitation)
- [77] G.I. Taylor, The instability of liquid surfaces when accelerated in a direction perpendicular to their planes, **Proc. R. Soc. A CCI** 192. (1950)
- [78] R.J. Lang, Ultrasonic atomization of liquids, **J.Acoust. Soc. Am.** 6. 34 (1962)
- [79] Tsai, S.C., Luu, P., Childs, P., Teshome, A., and Tsai, CS., “Role of Capillary Waves in Two-Fluid Atomization,” **Physics of Fluids**, 9, 2909-2918, (1997)
- [80] Y.Y.Bouguslavskii, O.K.Eknadiosyants, Physical mechanism of the acoustic atomization of a liquid, **Soviet Phys. Acoust.** 14. 15 (1969)
- [81] A.J. Yule, Y.Al. Suleiman, On droplet formation from capillary wave on a vibrating surface, **The Royal Society** 1069–1085. (2000)
- [82] R.J. Lang, Ultrasonic atomization of liquids, The Journal of the Acoustical Society of America 6–8. 34 (1962)
- [83] R.L. Peskin, R.J. Raco, Ultrasonic atomization of liquid, The Journal of the Acoustical Society of America 1378–1381. 35 (1963)
- [84] V. Jokanovic, Structures and Substructures in Spray Pyrolysis Process: Nanodesigning, Fluosols, Finely Dispersed Particles: Micro-, Nano- and Atto Engineering, CRC, Taylor and Francis, London, pp. 513–533 (Chapter 20). (2005)
- [85] G.V. Jayanthi, S.C. Zhang, G.L. Messing, Modeling of solid particle formation during solution aerosol thermolysis, **Aerosol Science and Technology** 478-490. 19 (1993)
- [86] Kanzaki, S. and Tabata, H., **Journal of the American Ceramic Society**,68, C-6. (1985)
- [87] Janackovic, Dj., Jokanovic, V., Kostic-Gvozdenovic, Lj., Zivkovic, Lj. and Uskokovic, D., **Journal of Materials Research**, 11,1706. (1996)
- [88] Mooney JB, Radding SB. Annu Rev Mater Sci; 12:81(1982)
- [89] Viguie JC, Spitz J. J Electrochem Soc;122(4):585 (1975)
- [90] W.Wu, M. T. Lanagan, M. L. Kullberg, R.B.Poeppel, B.Wang and S.Danyluk Thin Solid Films 260. 223 (1993)

- [91] Raa, C. N. R., International Union of Pure and Applied Chemistry, Blackwell **Scientific Publications**. (1992)
- [92] J L MacManus-Driscoll, A Ferreri, J J Wells and J G A Nelstrop In-plane aligned YBCO thick films grown in situ by high temperature ultrasonic spray pyrolysis **Supercond. Sci. Technol.** 96–102,14 (2001)
- [93] A.Ferreri ^{a,x},J.A. G. Nelstrop^b, A.D.Caplin^a, J L MacManus-Driscoll^b, Microstructure and superconducting properties of ultrasonically spray pyrolysis YBa₂Cu₃O_{7-x}, **Physica C** 58-61,351(2001).
- [94] A.Ferreri ^{a,x}, A.Berenov^a, Y.Bugoslavsky^b, G.Perkins^b, J L MacManus-Driscoll^a, Deposition of high J_c YBa₂Cu₃O_{7-x} thin films by ultrasonic spray pyrolysis, **Physica C** 873-875,372-376(2002).
- [95] S.Phok^a, Ph. Galez^a, J.L. Jorda^{a,x}, Z.Supardi^b, D.De Barros^{b,c}, P.Odier^c, A.Sin^{b,1}, F.Weiss^b, Tl-and (Hg,Re)-1223 oxide films by spray pyrolysis for practical applications **Physica C** 876-879,372-376(2002)
- [96] M.Liu^x, M. L. Zhou, L. H. Zhai, D.M.Liu, X.Gao, W.Liu, A newly designed ultrasonic spray pyrolysis device to fabricate YBCO tapes **Physica C** 366-369,386(2003)
- [97] Liu Min, Liu Danmin, Zhou Meiling, Zhao Yue, Gao Xin and Liang Jinxia, Fabrication of YBCO tapes on Ag substrates by the ultrasonic spray pyrolysis method. **Supercond. Sci. Technol.** 676–680,17 (2004)
- [98] Ashvani Kumar, Preetam Singh, Davinder Kaur^x, Low cost synthesis of high-T_c superconducting films films on metallic substrates via ultrasonik spray pyrolysis, **Cryogenics** 749–758,46 (2006)
- [99] Ji Ming Bian, Xiao Min Li^x, Tong Lai Chen, Xiang Dong Gao, Wei Dong Yu, Preparation of high quality MgO thin films by ultrasonic spray pyrolysis Applied surface **Science** 297-301,228(2004)
- [100] Jaimoo Yoo, Sunghwan Kim, Jae-Woong Ko and Young- Kuk Kim, The fabrication of fine and homogenous Bi-2223 precursor powder by a spray pyrolysis process, **Supercond. Sci. Technol.** S538-S542,17 (2004)
- [101] John D. Atkinson^a, Maria E. Fortunato^b, Seyed A. Dastgheib^{c,x}, Massoud Rostan-Abadi^{a,c}, Mark J. Rood^a, Kenneth S.Suslick^{b,x}, Synthesis and characterization of iron-impregnated porous carbon spheres prepared by ultrasonic spray pyrolysis **Carbon** 587-598,49(2011)
- [102] Wei-Ning Wang⁺, Agus Purwanto⁺, I.Wuled Langgoro⁺⁺,Kikuo Okuyama,^{x+} Hankwon Chang, § and Hee Dong Jang, Investigation on the Correlations between Droplet and Particle Size Distribution in USP **Ind.Eng.Chem.Res.** 1650-1659,47, (2008)
- [103] Tsai, S.C.,Song, Y.L., Tsai, C.S., Yang , C.C., Chiu , W.Y., and Lin, H.M. Ultrasonic spray pyrolysis for nanoparticles synthesis, **J.Materials Sci.** 39(11):3647-3657 (2004)
- [104] T.C Shields¹, K Kawano¹, T W Button² and J S Abell¹ spray pyrolysis of epitaxiyel YBCO films on (100) single crystal SrTiO₃ substrates, **Supercond. Sci. Technol.** 99-103,15(2002)

- [105] M.E. Yakinci, Y.Aydođdu, M.A.Aksan, Y.Balci, S.Altin, Effects of in situ and ex situ heat-treatment procedures on the transport properties of the MgB₂ superconducting thin films fabricated by Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP) system, **J.Supercond.Nov.** 241-245,24(2011)
- [106] Sebahattin Gürmen ^{a,x}, Srecko Stopic^b, Bernd Friedrich ^b Synthesis of nanosized spherical cobalt powder by ultrasonic spray pyrolysis **Materials Research Bulletin** 1882–1890,41 (2006)
- [107] I. Taniguchi^{a,x,1}, C.K.Lim^a, D.Song^b, M.Wakihara^a, Particle morphology and electrochemical performances of spinel LiMn₂O₄ powders synthesized using ultrasonik spray pyrolysis method solid state **Ionics** 239-247,146(2002)
- [108] A. Nakaruk, D.Ragazzon and C.C.Sorrell Anatase thin films by ultrasonic spray pyrolysis, doi:10. 1016/j.jaap.2010.03.001 (2008)
- [109] R. L. Henry, E.J.Cukauskas, S.B.Qadrix, A.H.Singer, and G.G.Campisi Thin film Growth of oxide superconductor materials **IEEE Transactions on magnetics**,vol.25, no.2, March(1989)
- [110] T.C. Shields, J.S. Abell, T.W. Buton, R.A. Chalkalov, R.I. Chakalova, C.Cai, W. Haessler, J.Eickemeyer, B. De Boer, Deposition of YBCO films by high temperature spray pyrolysis, *Physica C* 747-750, 372-376 (2002).

ÖZ GEÇMİŞ

1986 Yılında İskenderun' da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimimi İskenderun' da tamamladı. İlkokulu Atatürk ilkokulunda, ortaokulu Gazi İlköğretim okulunda ve lise öğrenimimi Barbaros lisesinde tamamladıktan sonra 2005 Yılında İnönü Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümüne girmeye hak kazandı. 2009 Yılında Fizik bölümünü tamamladı. 2009 Yılında İnönü Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü 'nde Katıhal Fiziği Anabilim Dalında Yüksek Lisansa başladı.

KATILDIĞI BİLİMSEL TOPLANTILAR

- 1- Türk Fizik Derneği (TFD) tarafından düzenlenen 24. Uluslararası Fizik kongresine, Malatya 2007
- 2- International Conferance on Superconductivity and Magnetism (ICSM), Antalya 2008
- 3- International Student Workshop on Condensed Matter and Materials Physics'e (ISWCMMP), Antalya 2009
- 4- International Spring School and Educational Courses' a (SSEC), Antalya 2010
- 5- 5.Ulusal Süperiletkenlik Sempozyumu, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü 2011