

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

**RE358 (RE=Y, ND, SM, EU, GD, DY, HO, ER) YÜKSEK
SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİNİN MİKROYAPI VE
SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SÜLEYMAN ŞAHİN ÇELİK

DENİZLİ, OCAK - 2025

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**



**RE358 (RE=Y, ND, SM, EU, GD, DY, HO, ER) YÜKSEK
SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİNİN MİKROYAPI VE
SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SÜLEYMAN ŞAHİN ÇELİK

DENİZLİ, OCAK - 2025

Bu tez alıřması PAU-BAP tarafından 2023FEBE016 nolu proje ile desteklenmiřtir.

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

SÜLEYMAN řAHİN ELİK

ÖZET

RE358 (RE=Y, ND, SM, EU, GD, DY, HO, ER) YÜKSEK SICAKLIK SÜPERİLETKENLERİNİN MİKROYAPI VE SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SÜLEYMAN ŞAHİN ÇELİK

PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF.DR. ORHAN KARABULUT)

DENİZLİ, OCAK - 2025

Bu çalışmada; RE358 olarak adlandırılan $RE_3Ba_5Cu_8O_{7-\delta}$, (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) nadir toprak (RE) yüksek sıcaklık süperiletkenleri, sinterlenmiş numunelerin DTA ve TGA analizlerinden belirlenen erime sıcaklıkları kullanılarak, Eritme-Yönlendirme-Büyütme metodu ile üretilmiştir. Y358 numunelerine X-ışınları kırınımı (XRD) ölçümleri yapılarak, yapının literatür bilgileri ile uyumlu olduğu gözlemlendi. Bu numunelerin mikroyapıları polarize ışık mikroskobu kullanılarak incelendi. Y211 olarak adlandırılan (Y_2BaCuO_5)'in tane büyüklükleri ve süperiletken olmayan fazların durumları yüzey resimlerinden incelendi. Mesafenin bir fonksiyonu olarak numunelerin manyetik kaldırma kuvvetleri ölçüldü. Kaldırma kuvveti histeresis eğrileri ve maksimum itici-çekici kuvvetleri belirlendi. Sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri yapılarak numunelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları belirlendi. Y ve Sm dışındaki diğer nadir toprak elementlerle yapılan RE358 numunelerinde, RE211 Süperiletken olmayan parçacıklarının sayısının azaldığı ve tane boyutlarının küçüldüğü, bunun sonucunda daha homojen bir dağılım gözlemlendi. Buna ilaveten; manyetik kaldırma kuvvetinin ve akım yoğunluğunun bir miktar azaldığı ve süperiletkenlik geçiş sıcaklıklarının da 1 ile 7 K arasında düşüş gösterdiği gözlemlendi.

ANAHTAR KELİMELEER:YBCO, Y358, RE358, Süperiletken.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE MICROSTRUCTURE AND SUPERCONDUCTIVITY PROPERTIES OF RE358 (RE=Y, ND, SM, EU, GD, DY, HO, ER) HIGH TEMPERATURE SUPERCONDUCTORS

MSC THESIS

SÜLEYMAN ŞAHİN ÇELİK

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

PHYSİCS

(SUPERVISOR:PROF.DR. ORHAN KARABULUT)

DENİZLİ, JANUARY 2025

In this study; the compound $RE_3Ba_5Cu_8O_{7-\delta}$ abbreviated as RE358 (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) rare earth (RE) high temperature superconductors were produced by the Melting-Orientation-Growth method, using the melting temperatures determined according to the DTA and TGA analysis results of the sintered samples. X-ray diffraction (XRD) analyses were performed on Y358 samples and it was observed that the structure were consistent with the literature. The microstructures of these samples were examined using polarized light microscopy. The grain sizes of (Y_2BaCuO_5) named Y211 and the states of non-superconducting phases were examined from surface images. The magnetic levitation forces of the samples were measured as a function of distance. Levitation force hysteresis curves and maximum repulsive-attractive forces were determined. The superconductivity transition temperatures of the samples were determined by performing temperature dependent resistivity measurements. For R358 samples produced with rear earth elements other than Y and Sm, it was observed that the number of RE211 non-superconducting particles decreased and their grain sizes became smaller, leading to a more homogeneous distribution. In addition to, the magnetic levitation force and current density declined slightly, and the superconductivity transition temperature dropped by 1 - 7 K.

KEYWORDS:YBCO, Y358, RE358, Superconductor

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	iv
TABLO LİSTESİ	vi
SEMBOL LİSTESİ.....	vii
ÖNSÖZ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. SÜPERİLETKENLERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ	5
2.1 Sıfır Direnç.....	5
2.2 Kritik Manyetik Alan	7
2.3 Kritik Akım Yoğunluğu.....	9
2.4 I. Tip Süperiletkenler	9
2.4.1 Nüfuz Derinliği	10
2.4.2 Koharens Uzunluğu	11
2.4.3 Ginzburg-Landau Teorisi.....	12
2.5 II. Tip Süperiletkenler	13
2.6 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri.....	14
2.7 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri	16
2.7.1 Y123'ün Genel Özellikleri.....	17
2.7.2 Y358'in Kristal Yapısı.....	20
2.8 Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzeme Hazırlama Teknikleri.....	25
3. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	27
3.1 RE358 (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) Süperiletken Numunelerin Üretilmesi.....	27
3.2 Kaldırma Kuvveti Ölçümleri	35
3.3 Mikroyapı.....	36
3.4 Elektriksel Direnç Ölçümleri	37
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	39
4.1 DTA ve TGA Analiz Sonuçları	39
4.2 XRD Analizi	40
4.3 Mikroyapısal Analiz Sonuçları	42
4.4 Kaldırma Kuvveti Ölçümü Sonuçları	56
4.5 Elektriksel Direnç Ölçümü Sonuçları	60
5. SONUÇLAR.....	63
6. KAYNAKLAR.....	64
7. ÖZGEÇMİŞ	67

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Süperiletkenlik zaman çizelgesi (https://en.wikipedia.org/wiki/Superconductivity#)	2
Şekil 2.1: Normal iletken ve süperiletken malzemelerin direnç sıcaklık eğrisi.	5
Şekil 2.2: Süperiletken bir malzemenin direncinin sıcaklığa bağlılığı	6
Şekil 2.3: Meissner etkisi.....	7
Şekil 2.4: I. Tip ve II. Tip süperiletkenlerde kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlılığı.	8
Şekil 2.5: Yarı sonsuz bir süperiletken içinde B manyetik alanının, numune yüzeyine olan x uzaklığı ile değişimi. Süperiletken madde kesikli çizginin sağındadır ve madde dışında($x < 0$) manyetik alan B_0 dır.	11
Şekil 2.6: II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-sıcaklık grafiği	13
Şekil 2.7: ABX ₃ genel formüllü perovskite yapı (https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Perovskite_ABO3.jpg)	17
Şekil 2.8: Burada Y ve Ba atomu merkez A katyonları, Cu atomu ise B katyonudur.	18
Şekil 2.9: Y123'ün (a) Ortorombik Faz, (b) Tetragonal Faz Kristal yapısı (Akdere, 2022)	20
Şekil 2.10: Y-124 bileşiğinin kristalografik yapısı (Conder 2001)	21
Şekil 2.11: Y-247 bileşiğinin kristalografik yapısı (Conder 2001)	22
Şekil 2.12: A (Y ₃ Ba ₅ Cu ₈ O ₁₇), B (Y ₃ Ba ₅ Cu ₈ O ₁₈) ve C (Y ₃ Ba ₅ Cu ₈ O ₁₉) bileşiklerinin kristal yapıları. C1-C4, P1-P6 ve O1-O5 sırayla Cu-O zincirlerini, CuO ₂ düzlemlerini ve oksijen atomlarını göstermektedir (Khosroabadi ve diğ. 2014).	23
Şekil 2.13: C yapısındaki Y358 birim hücrelerini oluşturan Y112, Y123 ve BaCuO ₂ alt yapı bloklarının kristal yapısı.....	24
Şekil 3.1: Honeywell sıcaklık kontrol ünitesi Protherm marka kare fırın.....	32
Şekil 3.2 : Kalsinasyon ısıl işlem şeması.....	32
Şekil 3.3: Sinterleme ısıl işlem şeması.	33
Şekil 3.4: Honeywell sıcaklık kontrol ünitesi Protherm marka tüp fırın.	34
Şekil 3.5: Kristal büyütme işlemi ısıl işlem şeması.	34
Şekil 3.6: Numunelere oksijen verilme ısıl işlem şeması.	35
Şekil 3.7: Kaldırma kuvveti deney sistemi.	36
Şekil 3.8: Nikon ECLİPSE ME600 marka polarize ışık mikroskobu.	37
Şekil 3.9: Sıcaklığa bağlı direnç ölçüm sistemi.....	38
Şekil 4.1: DTA analiz sonuçları	40
Şekil 4.2: TGA analiz sonuçları.	40
Şekil 4.3: (a) MTG yöntemi ile Y358 üretilen numunenin, (b) Y358 literatür XRD analizi sonuç grafiği.....	41

Şekil 4.4: Y358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	43
Şekil 4.5: Nd358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	44
Şekil 4.6: Sm358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	45
Şekil 4.7: Er358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	46
Şekil 4.8: Eu358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	47
Şekil 4.9: Gd358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	48
Şekil 4.10: Dy358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	49
Şekil 4.11: Ho358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.	50
Şekil 4.12: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 5x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.....	52
Şekil 4.13: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 10x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.....	53
Şekil 4.14: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 20x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.....	54
Şekil 4.15: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 50x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.....	55
Şekil 4.16: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde ölçülen kaldırma kuvveti histerezis eğrileri.	57
Şekil 4.17: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde ölçülen itici kuvvet eğrileri.	58
Şekil 4.18: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde çekici kuvvet eğrileri.	59
Şekil 4.19: Numunelerin normalize edilmiş geçiş sıcaklığı grafiği.....	61
Şekil 4.20: Numunelerin 75-100K aralığında normalize edilmiş geçiş sıcaklığı grafiği.	61

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 3.1: Kristal büyütme sıcaklıkları.....	34
Tablo 4.1: Numunelerin süperiletken geçiş sıcaklıkları.....	62

SEMBOL LİSTESİ

A	: Numunenin geometrisine bağlı bir sabit.
B	: Manyetik alan
B_i	: İçerideki manyetik alan
B_d	: Dışarıdan uygulanan manyetik alan
C	: Isı kapasitesi
Dy358	: Dy ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
EDS	: Elektrodinamik süspansiyon
EMS	: Elektromanyetik süspansiyon
Eu358	: Eu ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
Er358	: Er ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
F	: Kaldırma kuvveti
F_L	: Lorentz kuvveti
F_P	: Akı sabitleştirme kuvveti
f_p	: Tek bir girdabın sabitleştirme kuvveti
FC	: Manyetik alan etkisi altında soğutma
Gd358	: Gd ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
H_c	: Manyetik Alan
H_{c1}	: Alt manyetik alan
H_{c2}	: Üst manyetik alan
H_{irr}	: Yüksek tersinmez manyetik alan
HTS	: Yüksek sıcaklık süperiletken
Ho358	: Ho ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
J_c	: Kritik akım yoğunluğu
m	: Bir süperiletkenin manyetik momenti
M	: Birim hacim başına mıknatıslanma
MIS	: Manyetik kaynak görüntüleme
MPMG	: Eritme-Toz-Eritme-Büyütme
MTG	: Eritme-Yönlendirme-Büyütme
MRI	: Manyetik Rezonans Görüntüleme
N	: Girdaplar ile sabitleştirme noktaları arasındaki etkileşme sayısı
Nd358	: Nd ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
r	: Akım ilmeği çapı
P_{o2}	: Oksijen kısmi basıncı
R	: Direnç
R(T)	: Deneysel direnç
RE	: Toprak alkali elementler
Sm358	: Sm ₃ Ba ₅ Cu ₈ O _{7-δ}
SOUID	: Süperiletken quantum interference devices
T	: Sıcaklık
T_c	: Kritik sıcaklık
T_p	: Peritektik sıcaklık
T_C	: Süperiletken duruma geçiş sıcaklığı
T_C⁰	: Süperiletken duruma geçişin tamamlandığı sıcaklık
T_C^{onset}	: Süperiletken duruma geçişin başlama sıcaklığı

Y123	: $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$
Y211	: Y_2BaCuO_5
Y358	: $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{7-\delta}$
YBCO	: $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$
ZFC	: Dış manyetik alanın etkisi altında olmadan soğutma
QMG	: Hızlı Soğutma-Eritme-Büyütme
ρ	: Özdirenç
λ_L	: Nüfuz derinliği
ξ	: Koherens uzunluğu
Φ_0	: Manyetik akı kuantum
δ	: Oksijen eksikliği

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezi çalışmamda her adımda yanımda bulunarak desteğini esirgemeyen, yoğun işlerinin arasında her fırsatta bana zaman ayıran, bu çalışmayı yapmamda oldukça emeği geçen hocam ve danışmanım sayın Prof. Dr. Orhan KARABULUT' a teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasının ortaya çıkmasında ve şekillenmesinde öncülük yapan, bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan, rahmetli hocam Prof. Dr. Veysel KUZUCU' ya teşekkür ederim.

Tez çalışmamda sabırla desteğini esirgemeyen aileme çok teşekkür ederim.

Süleyman Şahin ÇELİK

1. GİRİŞ

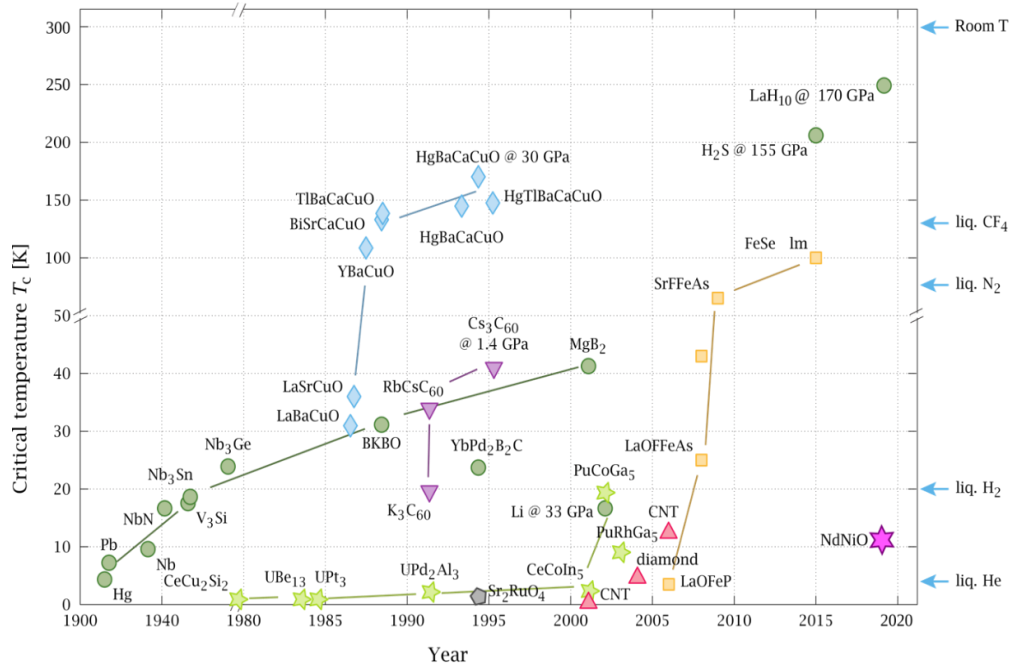
1877'ye kadar kalıcı gazların (hidrojen, oksijen, azot ve karbon monoksit) sıvı formda var olamayacağına inanılıyordu. Ancak 1908'e gelindiğinde hepsi sıvılaştırılmıştı; argon, neon ve tabii ki atmosferde 1890'ların ortalarından sonra keşfedilen helyum gibi inert gazlar da buna dahildi. Düşük sıcaklık fiziği veya kriyojenik gibi yeni bir araştırma alanı artık açılıyordu ve fizikçiler ve kimyagerler için bir dizi ilgi çekici yeni fenomen vardı (Papanelopoulou, 2013). 1911 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerlingh Onnes'in yaptığı deneylerle süperiletkenliğin keşfi gerçekleşti. Onnes, cıvanın direnç özelliklerini incelemek amacıyla onu sıvı helyum kullanarak soğutmaya karar verdi. Sıvı helyumun, $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ civarındaki sıcaklıklara ulaşmasını sağladı. Cıva, bu düşük sıcaklıklara getirildiğinde dirençte ani bir düşüş gözlemleyerek $4,2\text{ K}$ 'nin altında cıvanın elektrik akımını tamamen iletme yeteneği kazandığını keşfetti. Bu durum, cıvanın belirli bir sıcaklığın altında direnç göstermemesiyle süperiletkenlik olarak adlandırıldı. Onnes, bu fenomeni keşfettiği için 1913 yılında Nobel Fizik Ödülü'ne layık görüldü.

İletkenler elektrik akımına karşı direnç gösterirler. Bu direnç bazı uygulamalarda faydalı olsa da güç kayıplarına sebep olmaktadır. Örneğin yaşam alanlarına gerekli olan elektrik iletimini sağlayan elektrik tellerindeki kayıplar bu dirençten kaynaklanmakta ve bu kayıplar oldukça yüksek olmaktadır. İletkenlerin direnci, sıcaklığın mutlak sifıra yaklaştığı durumlarda bile sifıra düşmez. Metalin tamamen saf olmaması ve yapısındaki bozukluklar buna engel olur. Oysa ki süperiletkenlerde belli bir kritik sıcaklıktan sonra direnç sifıra düşmektedir. Bu durum fizikçiler, elektrik mühendisleri ve materyal bilimcileri tarafından oldukça büyük bir ilgiyle karşılanmış ve birçok çalışma yapılmıştır. İlk zamanlarda sadece kritik sıcaklığı yükseltmek için yapılan çalışmalar 1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld'in süperiletken halde bulunan maddelerin mükemmel bir diamanyetik özellik göstererek manyetik alanı dışladıklarını gözlemlemeleriyle (Meissner ve Ochsenfeld, 1933) daha fazla ilgi görür hale gelmiştir. Bu keşifle beraber süperiletkenlik için sıfır direnç ve mükemmel diyamanyetizma olarak iki kritik parametre oluşmuştur. Süperiletkenin yaklaşık 0 dirençte olması ve böylelikle yüksek akımları geçirmesi yine uygulanmış

olan manyetik alanları dışlaması özellikleri pek çok mühendislik uygulamasında kullanılmasını sağlamıştır (Aydiner ve diğ, 2011).

Bununla birlikte; süperiletkenliğin teorisi ise halen daha açıklanamamıştır. 1935 yılında, Fritz London ve kardeşi Heinz London, Maxwell denklemlerini süperiletken duruma uygulanarak Meissner etkisini açıklamayı başardılar (London ve London, 1935). 1950 yılında Vitaly Lazarevich Ginzburg ve Lev Davidovich Landau isimli iki fizikçi süperiletkenin mikroskobik yapısı hakkında fenomenolojik bakış açısı getirdiler (Ginzburg ve Landau, 1950). Normal hal ile süperiletken hal arasında bir düzen parametresinin varlığını ortaya attı. Ancak onların getirmiş olduğu teori olayın nasıl olduğunu açıklarken nedenini açıklayamamaktadır.

1957 de John Bardeen, Leon Cooper ve Robert Schrieffer tarafından süperiletkenlik olgusunu açıklayan **BCS** (Bardeen-Cooper-Schrieffer Teorisi) teorisini geliştirmişlerdir (Bardeen ve Schrieffer, 1957). Bu teori, süperiletkenliğin temel mekanizmasını ortaya koyarak ve kuantum fiziği ilkelerine dayanarak elektronların nasıl bir araya gelerek **Cooper çiftleri** oluşturduğunu ve dirençsiz akım taşıdığını açıkladı. BCS teorisi 1972 yılında Nobel Ödülüne layık görülmüştür.



Şekil 1.1: Süperiletkenlik zaman çizelgesi (<https://en.wikipedia.org/wiki/Superconductivity#>).

1959 da Gor'kov, BCS teorisinin mikroskopik denklemleriyle başlayarak süperiletkenlik için kullanılan Ginzburg-Landau denklemlerinin türetildiğini gösterir. Bu denklemler, süperiletkenlik alanındaki kritik sıcaklık, manyetik alan, ve diğer özellikleri açıklamada kullanılan önemli denklemler arasındadır. Gor'kov, makalesinde ayrıca, süperiletkenlik fazının özelliklerini açıklamak için normal faz ile süperiletken faz arasındaki geçişi detaylandırmıştır. Bu geçiş, süperiletkenlik sıvısının mikroskopik özellikleriyle ilgilidir ve makale, bu dönüşümün nasıl mikroskopik düzeyde gerçekleştiğini açıklar (Gor'kov, 1959). Sonuç olarak, Gor'kov'un bu çalışması, süperiletkenlik teorisinin mikroskopik bir çerçevede daha sağlam temellerle anlaşılmasına olanak tanımıştır. Ginzburg-Landau denklemlerinin türetilmesi, teorik süperiletkenlik araştırmalarının yeni bir aşamaya geçmesine ve deneysel verilere dayalı daha kesin tahminlerin yapılmasına olanak sağlamıştır. Gorkov'un bu makalesi, süperiletkenlik teorisi için çok önemli bir kilometre taşıdır ve modern süperiletkenlik teorilerinin gelişmesinde temel bir rol oynamıştır.

Deneysel çalışmalar ise 1986 yılında Bednorz ve Müller'in 30 K den yüksek kritik geçiş sıcaklığına sahip seramik yapılı Ba-La-Cu-O sistemini bulmasıyla tekrar hızlanmaya başladı (Bednorz ve diğ. 1986). Bu keşifle beraber "Yüksek Kritik Sıcaklık Süperiletkenleri (HTSC)" dönemi de başlamıştır. Bu sistemde Baryum (Ba) yerine Stronsiyum (Sr) kullanılarak geçiş sıcaklığı 48 K'e çıkarılmıştır. 1987 yılında ise Lantanyum (La) yerine Yitriyum (Y) kullanılarak, Y-Ba-Cu-O bileşik sisteminin yeni bir karışık faz yapısı içinde, 93 K'de süperiletkenlik gösterdiği duyurulmuştur (Wu ve diğ. 1987). Bu sıcaklık, o dönemin diğer süperiletkenlerinin çok üzerinde bir değerdir. Ayrıca elde edilen bu sıcaklık değeri ile sıvı azot sıcaklığının (77 K) üstünde bir değere ulaşılmıştır. Bu sonuçla birlikte dünya çapında birçok araştırma laboratuvarlarında süperiletkenlik çalışabilir olmaya başlanmıştır. Daha sonrasında ise Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde (Michel ve diğ. 1987, Maeda ve diğ. 1988) ve Tl-Ba-Ca-Cu-O sisteminde (Sheng ve Hermann 1988, Hazen ve diğ. 1988) geçiş sıcaklıkları sırasıyla 110 K ve 125 K'dir. 1993'de Hg bazlı süperiletkenlerin keşfiyle kritik sıcaklık değeri 138 K'e kadar çıkmıştır (Putilin ve diğ.^{a,b} 1993, Schilling ve diğ. 1993, Antipov ve diğ. 1993, Capponi ve diğ. 1996). 2001'de Cu-O temelinde olmayan, basit kristal yapılı $T_c = 39$ K olan "magnezyum diborür (MgB_2)" süperiletkeni keşfedilmiştir (Nagamatsu 2001). 2008'de ise " $La(O_{1-x}F_x)FeAs$ " bileşiği için "kritik sıcaklığı" 26 K değerinde yeni bir süperiletken ailesini bulmuştur (Hosono ve diğ.

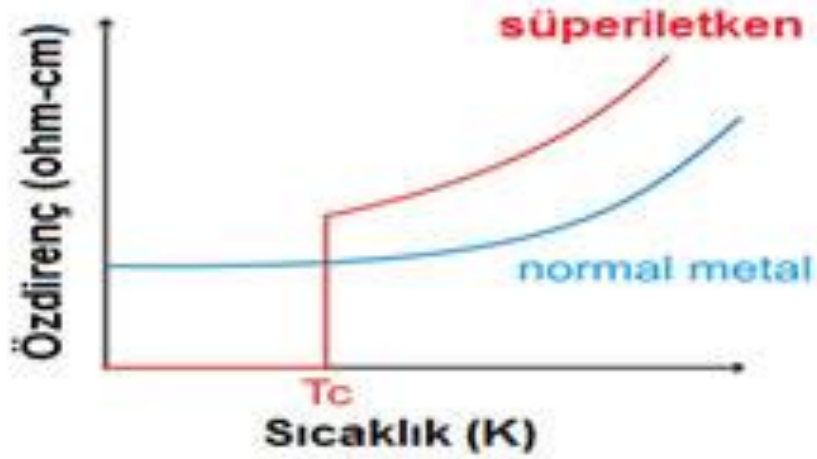
2008). 2014'te yapılan alıřmalarda “YBa₂Cu₃O_{6.5}”nin kristal yapısı “kızılötesi lazer ışığı”nın kısa boylu darbeleriyle pikosaniyede ve “oda sıcaklığında” süperiletkenlik özelliğine geçmiştir (Mankowsky 2014). Şekil 1.1'de süperiletken malzemelerin yıllara göre geçiş sıcaklıklarının bir tablosu yer almaktadır. Taboldan da anlaşılacağı gibi, yüksek basınç ya da zehirli etkiler olmadan, oda sıcaklığında süperiletken malzeme üretme alıřmaları devam etmektedir.

Bu alıřmada; yüksek sıcaklık süperiletkenleri alanında yeni malzemelerin bulunmasına ve hazırlanmasına katkıda bulunabilmek için nadir toprak elementleri kullanarak, yüksek sıcaklık süperiletkeni olan RE₃Ba₅Cu₈O_{7-δ} (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb) (RE358) bileşimini, bulk olarak Eritme Yönlendirme Büyütme (MTG) metodu ile üreterek, mikroyapı ve süperiletkenlik özellikleri araştırılmıştır.

2. SÜPERİLETKENLERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ

2.1 Sıfır Direnç

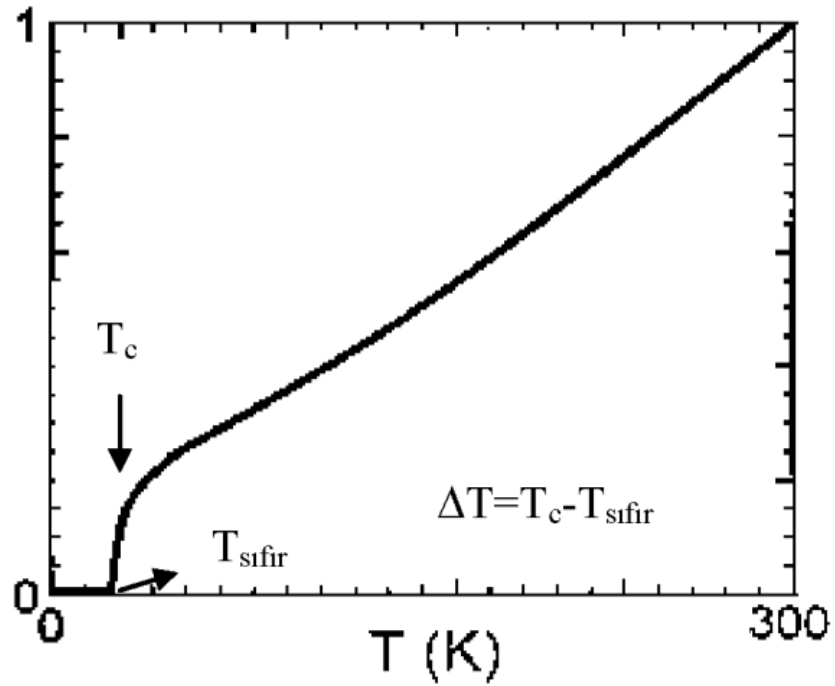
Bir iletkende akım, metal içinde serbestçe hareket eden iletim elektronları tarafından taşınır. İletken malzemelerden bir elektrik akımı geçirildiğinde, iletim elektronları kristal örgü ile elastik olmayan çarpışmalar yaparlar. Bu çarpışmalar, metal kristal yapısındaki periyodikliğin bozulmasından kaynaklanır. Periyodikliğin bozulmasındaki etkenler; mutlak sıcaklığın üstünde atomların titreşerek denge konumundan uzaklaşması ya da düzensiz dağılmış yabancı atomların veya kristal yapıyı bozan kusurların yapı içinde bulunmasıdır. Bu çarpışmalar, elektronların enerjilerinin bir kısmını ısı enerjisi olarak harcamalarına yol açar. Bu etkiye malzemenin elektriksel direnci denir. Sıcaklık düşürüldüğünde ise atomların titreşimlerinin azalması sebebiyle direnç azalır. Ancak kristal yapı içindeki safsızlıklardan dolayı direnç sıfır olmaz. Süperiletkenlerde ise belirli bir kritik sıcaklık değerinden itibaren malzeme sıfır direnç göstermeye başlar. Şekil 2.1'de normal iletken ile süperiletken arasındaki fark görülmektedir.



Şekil 2.1: Normal iletken ve süperiletken malzemelerin direnç sıcaklık eğrisi.

Kritik sıcaklık olarak isimlendirilen sıcaklığın (T_c) altında bazı metal ve alaşımların dirençlerinin tamamen ortadan kalkması sürekli akımlara yol açar. Süperiletken malzemede; bir kere başlatılan akım, herhangi bir voltaj uygulanmasına gerek kalmadan geçmeye devam edecektir. Bu Ohm Kanununun, yani $R=0$ olmasının bir sonucudur.

Kritik sıcaklık (T_c) değerinde, malzemenin direncinin ani bir düşüş göstermesiyle birlikte, bu ani düşüşün başlangıç ve bitiş noktası aynı değeri göstermez (Şekil 2.2). Bu değişim eğrisinin başlangıç ve bitiş noktaları arasındaki mesafe ΔT olarak adlandırılır. ΔT 'nin büyüklüğü süperiletken malzemenin karakteristiği hakkında bilgi vermektedir. ΔT aralığının dar olması malzemenin saf, homojen veya tek kristal olduğunu ifade ederken daha geniş bir aralık malzemenin zayıf nitelikli veya safsızlık olduğu anlamına gelmektedir.

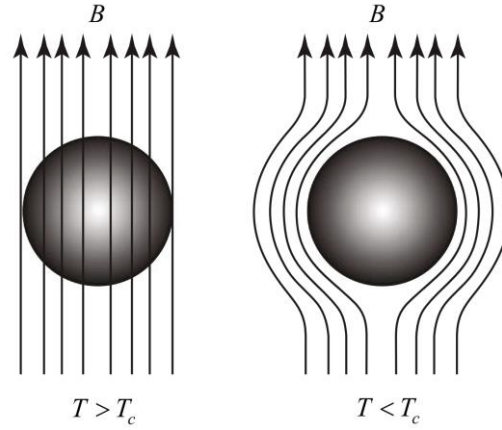


Şekil 2.2: Süperiletken bir malzemenin direncinin sıcaklığa bağlılığı.

2.2 Kritik Manyetik Alan

Süperiletken malzemelerin diğ er belirleyici özelliđ i ise 1933 yılında Meissner olayının bulunuş uyla ortaya çı kmı ş tır. Meissner, süperiletkenliđ in tanımındaki eksikliđ i gidermi ş , diyamanyetizma terimini ortaya çı karmı ş tır. Yani bir malzemenin süperiletken malzeme olarak tanımlanabilmesi için kritik geçi ş sıcaklıđ ına sahip olması ve diyamanyetik özellik göstermesi gerektiđ ini belirtmi ş tir (Meissner 1933; Vanderah 1992).

Manyetik alanın süperiletken malzeme üzerindeki etkisi Ş ekil 2.3'de gösterilmi ş tir. Süperiletken malzemenin sıcaklıđ ı T_c 'nin üstünde olduđu zaman manyetik alan süperiletken malzemenin içine nüfuz etmektedir. Eđ er süperiletken malzemenin sıcaklıđ ı T_c 'nin altında ise manyetik alan dı ş arlanmaktadır. Bunun yanında numune iç erisinde manyetik alan sıfır olduđu için malzeme diyamanyetik özellik sergiler.



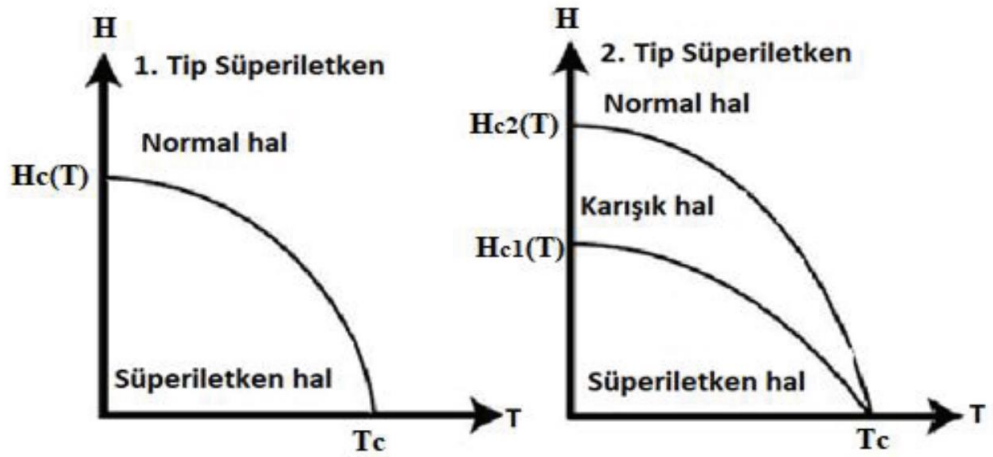
Ş ekil 2.3: Meissner etkisi.

Kritik manyetik alan parametresi burada ortaya çı kmaktadır. Çünkü süperiletken malzemenin manyetik alanı dı ş arlayamamaya ba ş ladıđ ı, her malzemenin kendine özgü bir manyetik alan deđ eri vardır.

Süperiletken malzemeler manyetik alan altında farklı davranışlar göstermektedirler. Bu davranışlarına göre I. Tip ve II. Tip olarak iki gruba ayrılırlar. I. Tip süperiletkenler; tam bir manyetik alan dışlama özelliği (Meissner etkisi) gösterirler ve belirli bir tane kritik alan değerleri vardır. Bu alan, H_{cm} ile gösterilen “kritik magnetik alan”dır. H_{cm} 'nin sıcaklığa bağlılığı deneysel formülle;

$$H_c(T) = H_c(0) [1 - (T/T_c)^2] \quad (2.1)$$

şeklinde ifade edilmektedir (Müller ve diğ. 1997). Burada $H_c(0)$ mutlak sıfırda kritik manyetik alan değeri, T_c kritik geçiş sıcaklığı ve T sıcaklıktır. II. Tip süperiletkenlerde ise H_{c1} ve H_{c2} olmak üzere iki tane kritik alan değeri bulunmaktadır. II. Tip süperiletkenler I. Tip süperiletkenlerdeki gibi kritik manyetik alan değerinden sonra normal hale geçmezler. H_{c1} ve H_{c2} kritik manyetik alan değerleri arasında Karışık Hal denilen bir özellik gösterirler. Bu alanda malzeme halen daha süperiletken özellik göstermektedir ancak manyetik alan malzemeye kısmen nüfuz etmektedir. Bu haldeyken malzeme sıfır dirence sahip olabilir. H_{c2} kritik manyetik alanın üstünde malzeme normal hale geçmektedir.



Şekil 2.4: I. Tip ve II. Tip süperiletkenlerde kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlılığı.

2.3 Kritik Akım Yoğunluğu

Süperiletken malzemelerin en önemli özelliklerinden biri de yüksek akım taşıma kapasitesidir. Kritik akım yoğunluğu (J_c), süperiletken malzemenin direnç göstermeden, süperiletkenliğini bozmadan taşıyabildiği en fazla akım yoğunluğu olarak tanımlanmaktadır. Kritik akım değeri sıcaklığın azalmasıyla artmaya başlar ve mutlak sıfırda maksimum değerini alır. Süperiletken bir malzeme için kritik akım yoğunluğu; akım-gerilim (I-V) ölçümlerinden ve M-H eğrisi yardımı ile hesaplanabilmektedir.

Süperiletkenler, düşük akımlar ve küçük manyetik alanlar altında sıfır direnç gösterir ve bu durumda malzemenin içinde hiçbir manyetik alan bulunmaz. Ancak, bir süperiletkene uygulanan manyetik alan yeterince büyük hale geldiğinde, Meissner olayı sona erer ve manyetik alan süperiletkenin içine nüfuz etmeye başlar. Bu davranışa bağlı olarak süperiletkenler, I. Tip ve II. Tip olmak üzere iki gruba ayrılır:

2.4 I. Tip Süperiletkenler

Uygulanan manyetik alanın şiddeti belirli bir H_c kritik değerini aştığında, süperiletkenlik aniden sona erer. Bu tip süperiletkenler, manyetik alanın girme (nüfuz) derinliği dışında süperiletken faza geçişine izin vermez. Bu nedenle, normal durum ile süperiletken durum arasında keskin bir geçiş gözlemlenir. İdeal bir I. Tip süperiletkende, yaklaşık 1000 Å (Angstrom) civarında bir girme derinliği bulunur. Yüzey bölgesi dışında, manyetik akı malzeme içine nüfuz etmez. Bu nedenle;

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M \quad (2.2)$$

ile verilen bağıntı yardımıyla manyetizasyon,

$$M = -H \quad (2.3)$$

bağıntısı I. Tip süperiletken grubu için yazılabilir. Bunun nedeni olarak malzemenin mükemmel diyamanyetizma özelliği göstermesidir. Yani $B=0$ 'dır. Burada H, uygulanan manyetik alanı ve B ise tüm malzeme üzerindeki ortalama manyetik akı yoğunluğunu ifade eder.

2.4.1 Nüfuz Derinliđi

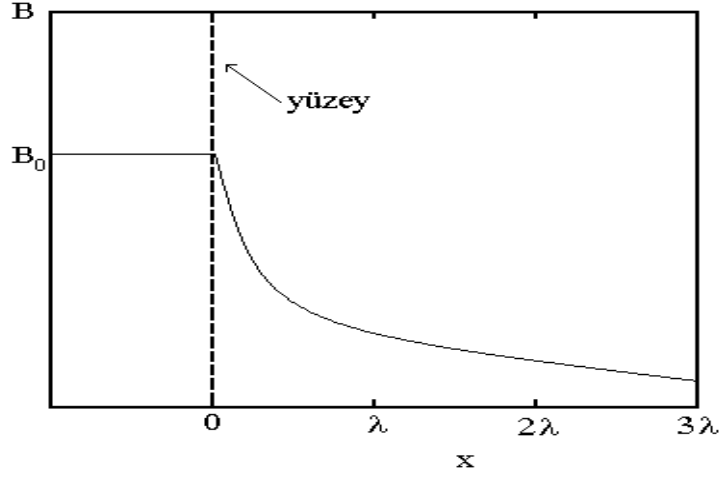
I.Tip süperiletkenlerde oluşan yüzey akımları, manyetik alanların maddenin iç noktalarından dışarlanmasını sağlar. Gerçekte bu akımlar yalnızca numunenin yüzeyindeki çok ince bir tabakada oluşmazlar. Tersine bu akımlar yüzeyden maddeye nüfuz ederek, sonlu kalınlıkta bir tabaka üzerinde dağılırlar. B alanı, derinliđi yaklaşık 100 nm olan bu ince tabakada, yüzeyden iç kısımlara doğru;

$$B(x) = B_0 e^{-x/\lambda} \quad (2.4)$$

şeklinde deđişir. Yani alan tam yüzeydeki B_0 deđerinden, sıfır deđerine üstel olarak azalır. Burada dış alanın, numune yüzeyine paralel olduđu kabul edilmiş olup x , numune yüzeyinden olan uzaklıđı göstermektedir. Buradaki λ ise nüfuz derinliđidir. Manyetik alanın yarı-sonsuz I. Tip süperiletken içindeki deđişimi Şekil 2.5’de görölmektedir. Süperiletken x ekseninin pozitif tarafındaki bölgede bulunmaktadır. Görüldüđu gibi λ ’nın birkaç katına eşit derinliklerde manyetik alan çok küçük deđerlere düşmektedir. λ ’nın tipik deđeri, 10-100 nm arasındadır. Nüfuz derinliđi Ginzburg-Landau teorisine göre;

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{-1/2} \quad (2.5)$$

bađıntısına göre deđişmektedir. Burada λ_0 , $T=0$ K’deki nüfuz derinliđidir. T ’nin T_c ’ye yaklařması halinde, λ ’nın sonsuz olacađı görölmektedir. Hatta, numune süperiletken halde iken ; T , T_c ’ye yaklařtıkça, uygulanan bir alan madde içinde daha derin noktalara nüfuz eder. Sonuçta alanın nüfuz etmesi, numunenin tamamını kapsayarak onun normal hale gelmesini sağlar.



Şekil 2.5: Yarı sonsuz bir süperiletken içinde B manyetik alanının, numune yüzeyine olan x uzaklığı ile değişimi. Süperiletken madde kesikli çizginin sağındadır ve madde dışında ($x < 0$) manyetik alan B_0 dır.

2.4.2 Koharens Uzunluğu

Koharens uzunluğu (ξ), süperiletkenlikte temel bir kavramdır ve süperiletkenlerin mikroskobik özelliklerini anlamak için kritik bir parametredir. Bu uzunluk, süperiletkenlik fenomeninin mekansal ölçeğini tanımlar ve süperiletkenlerin tipini, manyetik özelliklerini ve mikroyapısal davranışlarını anlamada önemli bir rol oynar. Süperiletkenlikte, Cooper çiftleri adı verilen elektron çiftlerinin birbirine bağlı kaldığı mesafeyi ifade eder.

Koherens uzunluğu, süperiletkenlerin tipini belirlemede önemli bir rol oynar. Koherens uzunluğu nüfuz derinliğinden büyükse I. Tip bir süperiletkendir. Diğer taraftan $\frac{\lambda}{\xi}$ oranındaki bir artım, II. Tip süperiletkenliği öne çıkarır. Bir metaldeki ortalama serbest yol, metale safsızlıklar katılarak kısaltılabilir. Metalde safsızlıklar eklendikçe, nüfuz etme derinliği artar, koherens uzunluğu azalır. Bu şekilde, bir metale başka bir metal ekleyerek, metalin I. Tipten II. Tipe değişimi sağlanabilir.

2.4.3 Ginzburg-Landau Teorisi

Süperiletkenliği makroskobik düzeyde açıklayabilmek için Ginzburg ve Landau tarafından 1950 yılında oluşturulan bir teoridir (Ginzburg and Landau, 1950). Temelde bu teori süperelektron kütlesi (m^*), elektron yükü (e^*) ve elektron yoğunluğu (n^*) arasında bir dizi bağlar kurmaktadır.

$$m^* = 2m \quad (2.6)$$

$$e^* = \pm 2e \quad (2.7)$$

$$n_s^* = 1/2 n_s \quad (2.8)$$

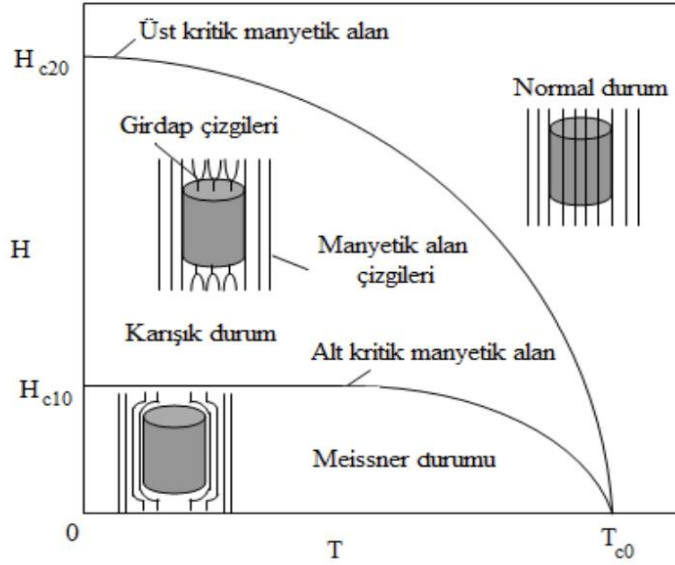
Ginzburg-Landau Teorisine göre, malzemede kritik geçiş sıcaklığının altında bir sıcaklık değerinde, Gibbs serbest enerjisi denklem 2.9'de olduğu gibi ifade edilebilir.

$$G_s[\psi] = G_n + \frac{1}{V} \int d^3r \frac{1}{2m^*} \times (-i\hbar\nabla + e^*A)\psi^* \cdot (i\hbar\nabla + e^*A)\psi + \left(\frac{1}{2\mu_0}\right) B^2(r) - \mu_0 H(r) \cdot M(r) + a\psi\psi^* + \frac{1}{2} b\psi\psi^*\psi\psi^* + \dots \quad (2.9)$$

Bu denklemde G_n normal durum serbest enerji yoğunluğu, A manyetik vektör potansiyeli, a ve b sıcaklık fonksiyon parametresidir. Bu denkleme göre eğer malzeme normal durumda ise; $B = \mu_0 H$, $M = 0$ ve manyetik katkı; $\frac{1}{2} \mu_0 H^2$ olarak ifade edilirken, malzeme süperiletken durumda ise; $B = 0$, $M = -H$ ve manyetik katkı; $\mu_0 H^2$ olarak ifade edilmektedir (Poole ve diğ. 2007.).

2.5 II. Tip Süperiletkenler

I. Tip süperiletkenlerden farklı olarak, manyetik alanın kritik seviyeleri arasında süperiletkenlik durumunu kademeli olarak kaybeder. Bu tip süperiletkenlerin davranışları şu şekilde özetlenebilir; iki kritik manyetik alan vardır. Alt kritik alan (H_{c1}), Manyetik alanın bu seviyeyi geçmesiyle, manyetik akı çizgileri (akı tüpçükleri) süperiletkenin içine nüfuz etmeye başlar. Ancak, süperiletkenlik hala korunur. Üst kritik alan (H_{c2}), Manyetik alan bu seviyeyi aştığında süperiletkenlik tamamen kaybolur ve malzeme normal iletken hale geçer. H_{c1} ile H_{c2} arasında, süperiletkenlik ile normal durum bir arada bulunur. Bu bölgede, manyetik akı, Şekil 2.6'de görüldüğü vorteks adı verilen kuantumlanmış tüpçükler şeklinde süperiletken içine nüfuz eder.



Şekil 2.6: II. Tip süperiletkenlerde manyetik alan-sıcaklık grafiği

Süperiletken karışık veya vorteks halinde olduğunda, ortalama manyetik akı yoğunluğu değeri $\mu_0 H$ olan bir denge değerindedir. Aynı zamanda alana dik homojen olmayan ve iki boyutta periyodik olarak değişmektedir. Manyetik akı karışık haldeyken, akı çizgileri veya akı girdapları olarak isimlendirilen ve $(\phi_0 = h/2e)$ değerinde girdaplardan oluşur. Akı çizgileri dışarıdan uygulanan manyetik alanın

arttırılmasıyla birbirine o kadar çok yakın olacaktır ki, uygulanan alan değeri üst kritik manyetik alan değerine eşit olduğu anda süperiletken faz ortadan kaybolacaktır. Alanın artması ile girdaplar $F \cdot L = J \cdot c \times B$ Lorentz kuvvetinin etkisi ile birbirine o kadar yakınlaşacaktır ki, girdaplar üst üste gelecek ve süperiletkenliği sağlayan girdaplar malzemede yer almayacaktır, (Bishop ve diğ. 1993). Yüksek kritik sıcaklığına sahip süperiletkenler II. tip süperiletken yada “seramik” süperiletkenler olarak bilinir.

2.6 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin keşfi, 20. yüzyılın en önemli bilimsel atılımlarından biridir ve süperiletkenlik alanında devrim yaratmıştır. 1987'de Yttrium-Barium-Copper-Oxide (YBCO) bileşiği keşfedilmiş olup YBCO, 92 K kritik sıcaklıkta süperiletkenlik göstermiştir. Bu kritik sıcaklık, sıvı azot (-196°C) sıcaklığının üzerinde olduğu için, soğutma maliyetlerini ciddi ölçüde azaltmıştır. Böylece, Helyumla çalışan soğutucular yerine daha ucuz olan azotla çalışan soğutucuları kullanmak mümkün olmuştur. Daha sonrasında ise sırasıyla Bi-Sr-Ca-Cu-O sistemi ($T_c \sim 110\text{ K}$) (Maeda ve diğ. 1988), Tl-Sr-Ca-Cu-O sistemi ($T_c \sim 120\text{ K}$) (Sheng ve Hermann 1988^{a,b}). ve Hg-Ba-Ca-Cu-O sistemleri ($T_c \sim 130\text{ K}$) (Schilling ve diğ. 1993) keşfedilmiştir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, keşfedilmesinden bu yana birçok alanda potansiyel kullanım imkanı sunmaktadır. Bu malzemelerin elektriksel direnç göstermeksizin elektrik akımını iletebilme özelliği, enerji verimliliğini artırmak, yeni teknolojiler geliştirmek ve süperiletkenlik prensiplerinden faydalanmak için çeşitli uygulamalara olanak tanımaktadır. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin başlıca kullanım alanları;

Enerji İletimi ve Dağıtımı: Yüksek sıcaklık süperiletken kablolar, enerji iletimini daha verimli hale getirir. Bu kablolar, düşük kayıplarla büyük miktarda enerji taşıyabilir (Müller ve diğ. 2008).

Dağıtım sistemleri: Süperiletken kablolar, enerji dağıtımında daha az alan kaplar ve daha az maliyetle daha fazla enerji taşımaya olanak tanır.

Manyetik Alan Uygulamaları: Süperiletkenler, güçlü manyetik alanlar oluşturarak MRI makineleri ve manyetik levitasyon sistemlerinde kullanılmaktadır (López ve diğ. 2016).

MRI Makineleri: Manyetik rezonans görüntüleme (MRI) cihazlarında, yüksek sıcaklık süperiletkenleri kullanılarak daha güçlü ve stabilize edilmiş manyetik alanlar elde edilebilir.

Manyetik levitasyon: Süperiletkenlerin manyetik alanlarıyla etkileşimleri sayesinde, sürtünmesiz taşıma sistemleri (maglev trenler gibi) geliştirilebilir.

Enerji Depolama: Süperiletken Enerji Depolama Sistemleri (SMES), ani enerji taleplerini karşılamak ve dalgalanmaları dengelemek için kullanılabilir (D. N. D'Amore ve diğ. 2019).

Elektronik ve Telekomünikasyon: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, mikrodalga iletişim sistemlerinde ve yüksek hızlı elektronik devrelerde kullanılabilir (Wang ve diğ. 2017).

Hızlı devre elemanları: Süperiletken teknolojisi, hızlı hesaplama ve veri işleme için kullanılacak yüksek performanslı elektronik bileşenlerin geliştirilmesine olanak tanır.

Mikrodalga iletkenliği: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, telekomünikasyon cihazlarında, özellikle mikrodalga frekanslarında verimliliği artırabilir.

Araştırma ve Geliştirme: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, kuantum hesaplamada ve temel fizik deneylerinde kullanılmaktadır (Hwang ve diğ. 2020).

Savunma Sanayi: Süperiletken sensörler, savunma uygulamaları için kritik öneme sahip birçok uygulamada kullanılmaktadır. (Kaul ve diğ. 2017).

Medikal Uygulamalar : Süperiletken biyosensörler, hastalıkların teşhisi için kullanılacak yüksek hassasiyetli cihazların geliştirilmesinde kullanılmaktadır (Pastor ve diğ. 2014).

Süperiletken Biyosensörler: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, biyomolekülleri algılamak için kullanılan süperiletken biyosensörlerde kullanılmaktadır. Bu sensörler, yüksek hassasiyet ve hızlı tepkime süreleri sunarak hastalıkların erken teşhisini sağlar (Yang ve diğ. 2019, Fu ve diğ 2020).

Kanser Teşhisi ve Tedavi: HTS, kanser teşhisinde kullanılan TARE (Targeted Alpha Radioimmunotherapy) gibi tedavi yöntemlerinde potansiyel olarak kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra, özellikle moleküler görüntüleme için geliştirilmiş süperiletken dedektörler, düşük doz radyasyon kullanarak yüksek çözünürlükte görüntüleme sağlar (Lee ve diğ. 2012).

Hızlı Analiz ve Test Sistemleri: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, klinik testlerde kullanılan hızlı analiz yöntemlerinde de rol oynamaktadır. Bu sistemler, genetik testler, glukoz izleme ve hızlı patojen tespiti için kullanılmaktadır (Wang ve diğ. 2021).

Kalp ile İlgili Uygulamalar: Yüksek sıcaklık süperiletkenleri, kalp sağlığını izlemek için geliştirilmiş ilerici yöntemlerde kullanılmaktadır. Süperiletken manyetik alan dedektörleri, kalp elektriksel aktivitelerini yüksek hassasiyetle takip edebilir (Doniselli ve diğ. 2014).

2.7 Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Yapısal Özellikleri

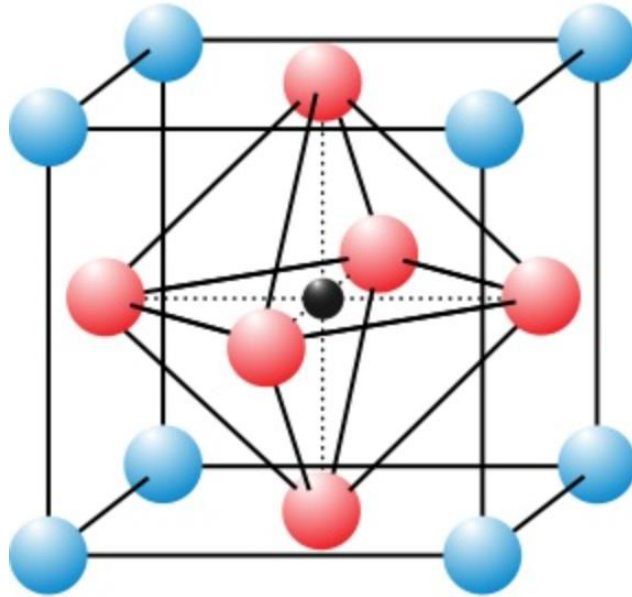
Bu tür malzemeler, genellikle seramik yapıda olan II. Tip süperiletkenler grubuna girerler ve karmaşık kristal yapılarıyla dikkat çekerler. Seramik yapıda olmalarından dolayı esnek olmayan kırılğan bir yapıya sahiptirler. Yapı, katmanlı bir karakter gösterir, Bakır-oksit düzlemleri ve ara katmalardan oluşur. Bakır-oksit düzlemleri (CuO_2), Süperiletkenliğin gerçekleştiği temel yapıdır. Ara katmanlar ise, bakır-oksit düzlemleri arasında bulunur ve süperiletkenliği dolaylı olarak etkiler. Genellikle lantan, baryum, itriyum gibi elementlerden oluşur. Elektron çiftleşmesi (Cooper çiftleri) bu düzlemlerde meydana gelir. Kristal yapılarında bulunan diğer atomlar ise periyodik tablonun sınırlı bir kısmından gelir. Bu atomlar ya 6s6p atomları (Hg, Tl, Pb, Bi) ve 3d (Ca), 4d (Rb, Sr, Y), 5d (Ba, La) ilk geçiş metal atomları, ya da toprak alkali atomlar (Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm) dir. Yüksek sıcaklık

süperiletkenleri kübik ($a=b=c$), tetragonal ($a = b \neq c$) ve ortorombik ($a \neq b \neq c$) kristal yapılarına sahiptirler. Burada a ve b örgü sabitleri, oksijen düzleminde c ise bu düzleme dik olarak yer almaktadır.

2.7.1 Y123'ün Genel Özellikleri

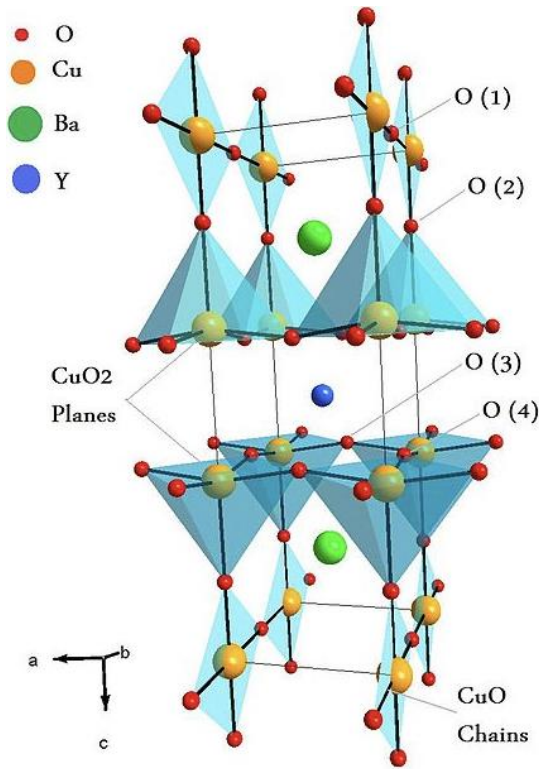
$YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ yüksek sıcaklık seramik süperiletkeni Y, Ba ve Cu metallere oluşur. YBCO, bileşimindeki metal iyonlarının bağıl sayıları oranlarından dolayı Y123 olarak adlandırılmaktadır. Son yıllarda bu malzemenin farklı bileşim oranlarında da süperiletkenlik gösterdiği gözlemlenmiştir. Y358, Y124 ve Y247 olarak adlandırılan farklı bileşikler araştırmacılar tarafından incelenmeye başlanmıştır.

YBCO'nun birim hücresi, genellikle peroksit şeklinde yüksek simetrik bir yapı sergiler (Şekil 2.7). Perovskite, genellikle kübik bir birim hücre ile tanınır. Yapı, A kationunun köşelerde yer aldığı ve B kationunun merkezde bulunduğu, oksijen anyonlarının ise yüzey merkezlerinde yer aldığı bir düzenlemeye sahiptir. A kationu birim hücrenin köşelerinde, B kationu birim hücrenin merkezinde ve X anyonları birim hücrenin yüzey merkezlerinde bulunur.



Şekil 2.7: ABX3 genel formüllü perovskite yapı
(https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Perovskite_ABO3.jpg)

YBCO'da Ba ve Y katyonları, oksijen atomları ile birlikte bir üç boyutlu yapı oluşturur. Bunun yanı sıra, CuO₂ katmanları YBCO'nun süperiletken özelliklerini belirleyen önemli bölgelerdir (Şekil 2.8). YBCO'nun birim hücresi neredeyse ortorombik olan üç perovskit birim hücresinden oluşur. Her perovskit hücrenin merkezinde bir Y veya Ba atomu (ortadaki birim hücrede Y atomu, alt ve üstteki hücrede Ba atomu) bulunur. Birim hücrenin tüm köşe noktaları, oksijene göre iki farklı koordinasyona sahip olan Cu (1) ve Cu (2) tarafından işgal edilir. Oksijen için dört olası kristalografik nokta vardır: O (1), O (2), O (3) ve O (4) (Hazen ve diğ. 1987). YBCO birim hücresinin temel özelliklerinden biri iki CuO₂ katmanının varlığıdır. Y düzleminin rolü iki CuO₂ düzlemi arasında bir ara parça görevi görmektir. YBCO'da, Cu–O zincirlerinin süperiletkenlik için önemli bir rol oynadığı bilinmektedir.



Şekil 2.8: Burada Y ve Ba atomu merkez A katyonları, Cu atomu ise B katyonudur.

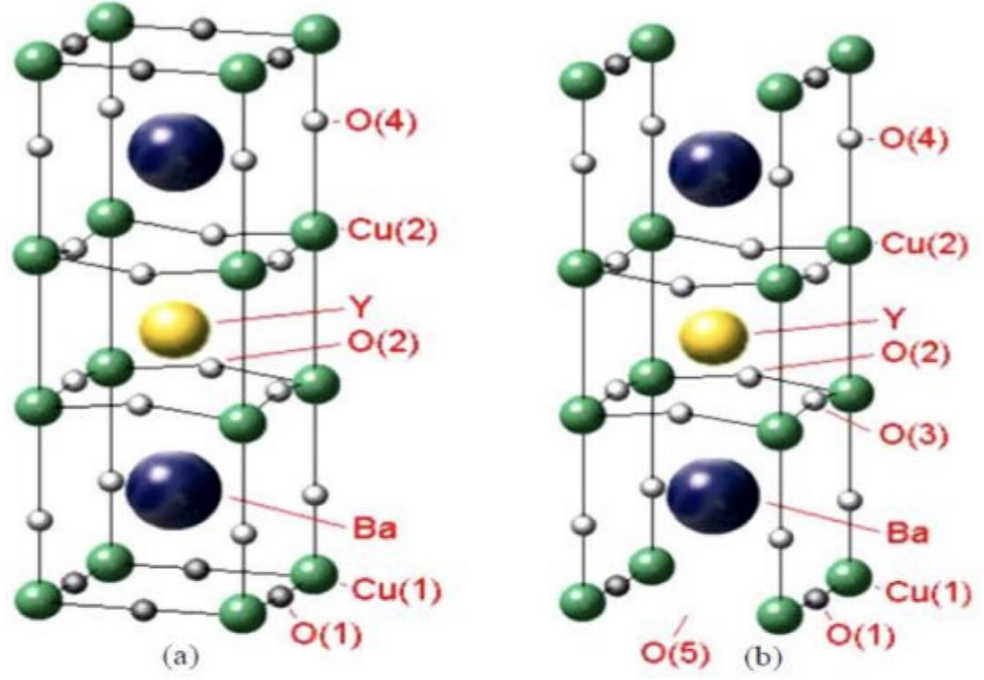
YBCO bileşiğinin kristal yapısı ve süperiletkenlik özellikleri oksijen miktarına bağlı olarak değişmektedir. YBa₂Cu₃O_{7-δ} formülündeki “δ” sembolü oksijen miktarının değişkenliğini tanımlamaktadır. δ değerinin 1 ile 0 arasındaki değişimi

kristalin yapısını deęiřtirmektedir (řekil 2.9). Yaklařık olarak 0,6'dan daha kck δ deęerleri iin $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ tetragonal ($a=b \neq c$), 0,6 dan daha byk δ deęerleri iin $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ortorombik ($a \neq b \neq c$) yapıya sahiptir. Bařka bir deęiřle bu yapıların oluřumu birim hcre kenarlarındaki son CuO tabakalarındaki oksijen daęılımı miktarına baęlıdır. Dřk oksijen konsantrasyonu iin, birim hcredeki alt ve st CuO dzlemlerindeki Cu atomları arasında oksijen bořlukları bulunmaktadır. Bu durum terogonal yapı oluřumuna sebep olurken δ 'nın sıfıra yakın deęerlerinde oksijen atomları, CuO tabakalardaki Cu atomlarının aralarına dzenli bir řekilde yerleřerek ortorombik yapıyı oluřtururlar. Bu tabakalar CuO zinciri olarak adlandırılırlar. YBCO sisteminde kristal yapıdaki bakır ve oksijenin, CuO zincirlerini ve CuO_2 dzlemlerini oluřturuyor olmaları YBCO speriletkenlerini dięer speriletkenlerden ayırır.

Ortorombik-tetragonal faz geiři oksijen difzyon kinetięi tarafından kontrol edilen evrimsel bir iřlemdir. Oksijen bořluklarının dzenlenmesi sonucu oluřan zincirler sadece ortorombik fazda grlr. Oksijen bořluklarının dzenlenmesi sonucu oluřan bu iki farklı yapının oluřması malzemenin ısıl iřlem srelerine ve tablet haline getirilme basıncına baęlıdır (Conder 2001). Speriletken $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ faz ortamdaki gazın tipine (hava, oksijen vs) ve oksijen basıncının deęerine baęlı olarak $600^\circ\text{C} - 750^\circ\text{C}$ aralıęındaki sıcaklıklarda ısıtma sresince ortorombik-tetragonal faz geiři gsterir (Balcı 2000).

Tetragonal faz speriletken deęildir ve yarıiletkenlerinkine benzer bir zdiren-sıcaklık eęrisi gsterir. Oksijen ierięindeki artıřdan dolayı tařıyıcılar Y-Ba-Cu-O bileřiklerindeki CuO_2 dzlemine katkı edileceęi iin ortorombik faz speriletken zellik gsterir ve speriletken geiř sıcaklıęının yukarısında metalik zdiren davranıřı sergiler (Shiohara ve Endo 1997).

Ortorombik yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ bileřięinin rg parametreleri: $a=3,823 \text{ \AA}$, $b=3,885 \text{ \AA}$, $c=11,7 \text{ \AA}$ iken, tetragonal yapıdaki $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ bileřięinin rg parametreleri ise, $a=b=3,86 \text{ \AA}$, $c=11,7 \text{ \AA}$ olarak bulunmuřtur (Saxena,2010).



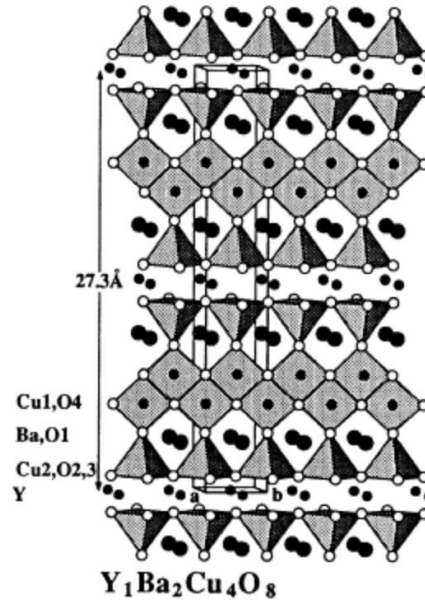
Şekil 2.9: Y123'ün (a) Ortorombik Faz, (b) Tetragonal Faz Kristal yapısı (Akdere, 2022)

2.7.2 Y358'in Kristal Yapısı

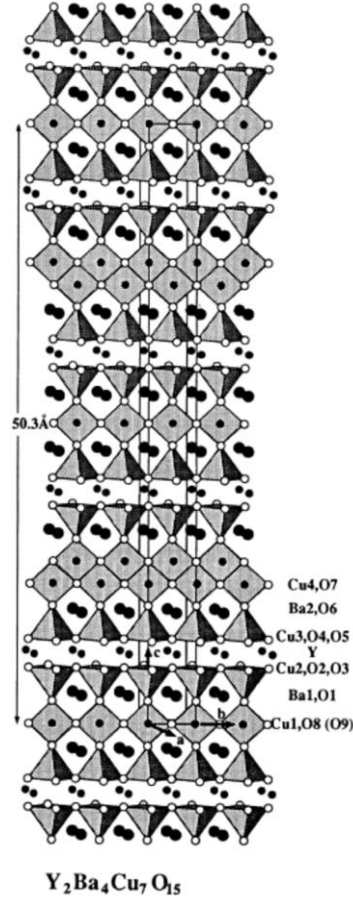
YBCO ailesi içerisindeki bileşiklere kimyasal katkılama ya da yapısal değişiklikler yapılarak ortam basıncında kritik sıcaklığın yükseltilebileceğini işaret edilmiş ve bu anlamda birçok katkılama işlemleri, farklı üretim teknikleri ve farklı basınç altında üretim aşamaları denenmiştir. Bu doğrultuda sadece yapısal değişiklikle de kritik sıcaklığın arttırılabileceği düşüncesi ile Y123'ün farklı fazları çalışılmaya başlanmıştır. Y124, Y247 ve Y358 bunlardan bazılarıdır.

Y-123 fazında CuO_2 düzlemleri taşıyıcı yükler içerirler, Cu-O zincirleri ise düzlemler arası yüklerin taşınması için yük deposu gibi davranırlar. Y-123'ün içerdiği oksijen miktarı, kristal yapıyı ve CuO_2 düzlemleri içindeki taşıyıcı yük konsantrasyonunu belirler. Örgüdeki oksijen miktarı kritik sıcaklığın değerini belirler. Yapılan nötron kırınımı çalışmalarından, oksijen boşluklarının düzenlenmesiyle kritik sıcaklığın belli oranda arttırılabileceği görülmüştür (Conder K. 2000). Y-124 fazının birim hücresinde bir CuO düzlemi ve çift CuO zinciri vardır. CuO zincirleriyle bitişik Cu'nun pozisyonu b ekseninde b/2 kadar ötelendiği için c parametresi ikiye katlanır (Şekil 2.10). Y-124 oksijen sitokiyometrisi açısından Y123'e göre daha karardır.

Ancak yapısını kararlı kılabilmek için yüksek sıcaklıklarda yüksek oksijen basıncı altında sentezlemek gerekmektedir. Y247 fazının birim hücresinde ise, c-doğrultusundaki yapı tekil CuO zincirli ve iki kat CuO zincirli blokları sırasıyla değiştirmeye dayanır. Ayrıca iki eşit olmayan düzlem ve buna ek tekil CuO zinciriyli bir çift CuO zinciri bulunur (Şekil 2.11).



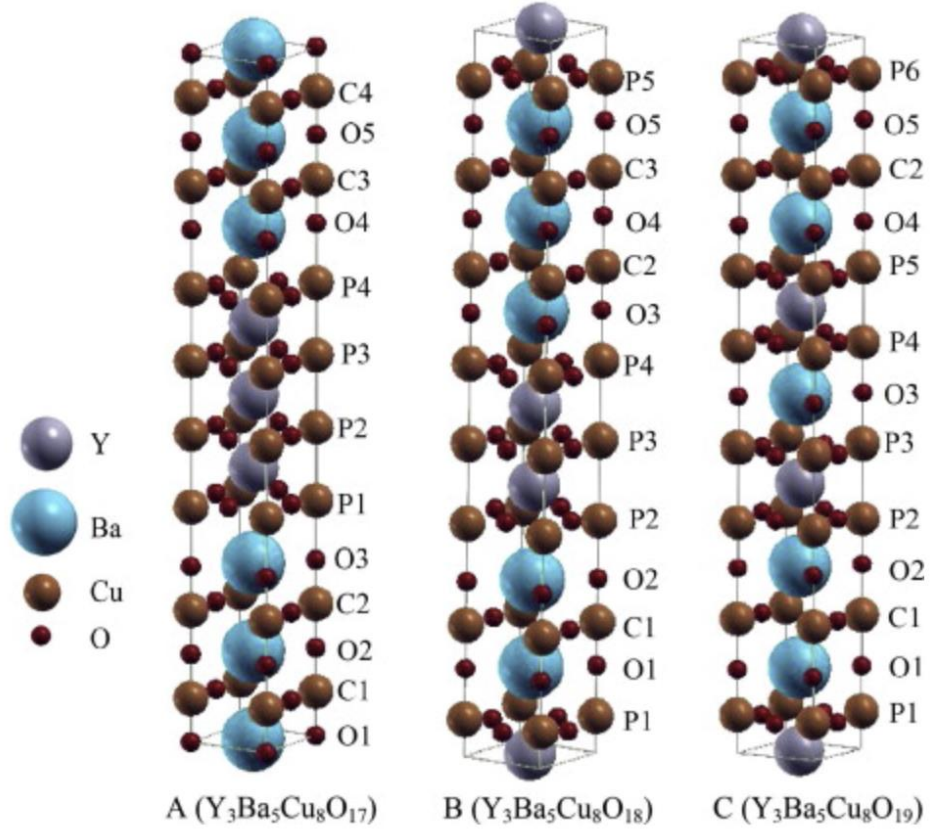
Şekil 2.10: Y-124 bileşiğinin kristalografik yapısı (Conder 2001)



Şekil 2.11: Y-247 bileşiğinin kristalografik yapısı (Conder 2001)

“ $Y_3Ba_5Cu_8O_{18-\delta}$ (Y358)”, bileşiği 2009’da keşfedilerek YBCO ailesine katılmıştır. Bu bileşiğin T_c ’si $T_c \geq 100$ K olarak tespit edilmiştir. Y358, beş CuO_2 düzlemi ve üç CuO zinciri içerir. CuO_2 düzlemlerinin sayısının ve ayrıca CuO zincirlerinin konumunun artırılmasının Y358 bileşiğindeki geçiş sıcaklığının değeri üzerinde önemli etkilere sahip olduğu görülmektedir (Aliabadi ve diğ. 2009). Bu yapıdaki üç CuO_2 düzlemi, BaO tabakalatıyla ayrılmış CuO_2 düzlemlerinin varlığı gözlenmiştir. Teorik hesaplara göre Y358 sistemindeki beş CuO_2 düzleminden dört tanesinde boşluk yoğunluğunun arttığı, diğer beşinci CuO_2 düzlemindeyse apikal oksijeni eksikliği gözlemlendiği ve oksijen eksikliğinin sebep olduğu yük taşıyıcı yoğunluğunun azaldığı rapor edilmiştir. Bu apikal oksijen, CuO_2 düzlemleri ile $Cu-O$ zincirleri arasındaki yük transferinde önemli bir yere sahiptir. Oksijen eksikliği sorunu, katkılama ile düzlem eklenmesi yöntemi ile çözülebilmektedir. Başka bir ifadeyle, daha yüksek geçiş sıcaklığı olan daha iyi YBCO süperiletkenlerini

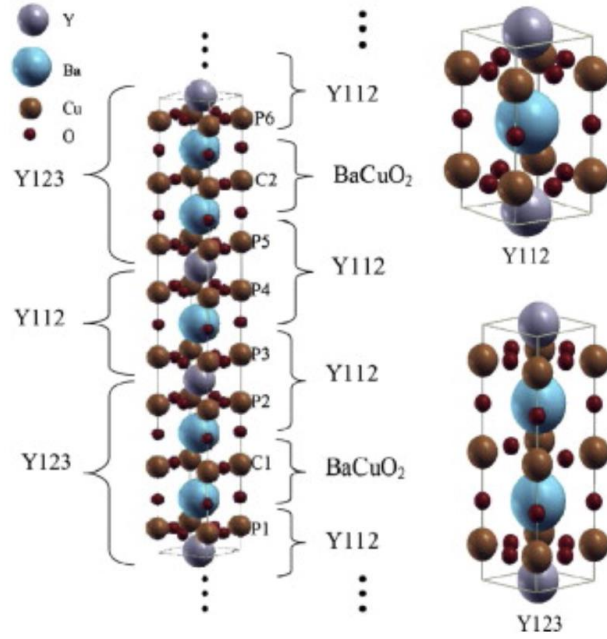
oluşturmak için Cu-O zincirlerinden CuO_2 düzlemlerine yük taşıyıcısı olarak oksijen pompalanmalıdır (Tavana ve Akhavan 2010).



Şekil 2.12: A ($\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{17}$), B ($\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$) ve C ($\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{19}$) bileşiklerinin kristal yapıları. C1-C4, P1-P6 ve O1-O5 sırayla Cu-O zincirlerini, CuO_2 düzlemlerini ve oksijen atomlarını göstermektedir (Khosroabadi ve diğ. 2014).

Khosroabadi ve diğ. Yaptıkları teorik çalışmada, Şekil 2.12’de gösterilen A, B ve C yapıları olarak adlandırılan Y358 sistemi için üç farklı kristal yapıyı ele aldılar. Bu yapıların özellikleri şunlardır: A yapısı dört CuO_2 düzlemi ve CuO zinciri ile 17 oksijen iyonuna sahiptir ; B yapısı beş CuO_2 düzlemi, üç CuO zinciri ile 18 oksijen iyonuna sahiptir; ve C yapısı altı CuO_2 düzlemi, üç CuO zinciri ile 19 oksijen iyonuna sahiptir. Bu üç yapı için yaptıkları çalışmada, daha yüksek oksijen konsantrasyonuna sahip yapının en düşük toplam enerji değerine sahip olduğu sonucuna vararak, deneysel kurulumda tam oksijen atmosferi sağlanırsa, Y358 için son denge fazı için C yapısına sahip olunabileceğini belirtmişlerdir. Ayrıca, bazı

HTSC kristal yapılarının alt yapısal bloklardan oluştuğu tahminine göre C yapısındaki Y358 bileşiğinin, iki Y123 bloğu arasına sıkıştırılmış bir YBaCu₂O₅ (Y112) bloğu veya Şekil 2.13’de gösterilen sırayla düzenlenmiş iki BaCuO₂ ve üç Y112 bloğu gibi alt yapısal bloklara ayrışabileceğini öngörmüşler. Tüm alt yapı blokları (Y112, Y123 ve BaCuO₂) kararlı fazlar olduğu için oluşan Y358 yapısının da kararlı bir faz olabileceğini belirtmişlerdir. Ancak C yapısı fazı, Y112 ve Y123’ün daha kararlı fazlarına ayrışmak için küçük bir enerji emerek kararsız olabilir. Bu durum malzeme hazırlama esnasında oluşabilir. Bu yüzden tek fazlı Y358 malzemesini üretmek oldukça zordur. Ayrıca yapısındaki 19 oksijen atomunu sağlamak için üretim aşamasında güçlü bir oksijen atmosferi gerekmektedir.



Şekil 2.13: C yapısındaki Y358 birim hüresini oluşturan Y112, Y123 ve BaCuO₂ alt yapı bloklarının kristal yapısı.

2.8 Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzeme Hazırlama Teknikleri

Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin özellikleri, hazırlanma yöntemlerine göre değişiklik göstermektedir. Kullanılan kimyasallar zehirli ve çalışma yüksek sıcaklıklarda olduğundan dolayı, malzemeler hazırlanırken güvenlik önlemlerine dikkat etmek gerekmektedir. Hazırlanan malzemelerin süperiletkenlik özellikleri hazırlama metoduna ve tavlama süresine bağlı olarak değişmektedir. Bu nedenle, külçe seramik süperiletkenlerin üretilmesinde farklı yöntemler uygulanmaktadır. En yaygın olarak kullanılanlar katı hal tepkime yöntemi ve eritme yöntemleridir. Farklı üretim tekniklerinin ortak hedefleri ise süperiletken malzemenin süperiletkenlik özelliklerini arttırabilmektir.

Katı Hal Tepkime Metodu, süperiletken malzemelerin üretiminde en yaygın kullanılan yöntemlerden biridir. Bu yöntem, katı haldeki başlangıç malzemelerinin bir dizi öğütme, karıştırma ve ısıtma işlemi aşamasından geçirilerek süperiletken fazın oluşmasını sağlar. Bu metodda, yüksek saflıkta Y_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO toz bileşikleri kullanılmaktadır. Tozlar iyice karıştırılır, YBCO numunesinin homojenliği başlangıç tozlarının iyi şekilde karıştırılmasıyla elde edilir. 850-950 °C'de kalsinasyon işlemi uygulanır. Bu aşama, başlangıç malzemelerinin birbiriyle reaksiyona girmesini sağlar ve ara fazların oluşumunu başlatır. Kalsinasyon işleminden sonra malzeme öğütülür. Sinterleme öncesi, şekil vermek ve tanecikler arası bağlantıları güçlendirmek için presleme yapılır. Toz yüksek basınçta preslendikten sonra 925 °C'nin altında sinterlenebilir. Sinterleme işlemi, numunenin sıcaklığının oda sıcaklığından belirlenen sıcaklığa kadar arttırılması ve belirli süre bekledikten sonra yavaşça oda sıcaklığına soğutulmasını içermektedir. Tanecik sınırlarında gerilimlerden kaynaklanan çatlamları ve yapısal kusurları önlemek için, yavaş soğutma gerekmektedir. Oksijen ortamında uzun süreli tavlama yoğun maddeye oksijen girişinde etkilidir.

Eritme-Yönlendirme-Büyütme (MTG) yöntemini, süperiletken malzemelerin üretiminde kullanılan bir yöntemdir ve genellikle yüksek sıcaklık süperiletkenleri (HTS) için tercih edilir. Bu yöntem, özellikle tane boyutlarını kontrol etmek ve yüksek kritik akım yoğunluğuna (J_c) sahip süperiletkenler elde etmek için kullanılan bir yöntemdir, Jin ve arkadaşları tarafından (1988) kullanılmışlardır. Süperiletken malzemeyi oluşturacak metal oksitler ve karbonatlar katı hal reaksiyonu yöntemi ile

karıştırılır ve kalsine edilir. Daha sonra karışım preslenerek bir pelet veya çubuk haline getirilir. Hazırlanan malzeme, kritik sıcaklığının üzerinde (1000–1200 °C) bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Bu işlem sırasında malzeme kısmen veya tamamen eriyerek sıvı bir faz oluşturur. Sıcaklık, belirli bir hızla kontrollü şekilde düşürülür. Bu sırada, kristaller, belirli bir yönde büyümeye başlar. Bu süreçte sıcaklık gradyanı kritik bir rol oynar. Eritme-Yönlendirme-Büyütme yöntemi, yüksek performanslı ve yönlendirilmiş kristal yapıya sahip süperiletken malzemelerin üretilmesini sağlar. Özellikle kritik akım yoğunluğu ve manyetik alan performansı gibi özelliklerin geliştirilmesi gereken uygulamalarda tercih edilir.

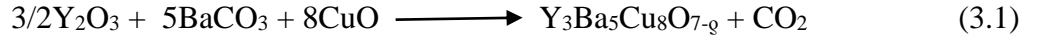
MTG yönteminde, geleneksel MTG yönteminin bazı zorluklarını aşmak ve süperiletken malzemelerin performansını optimize etmek için geliştirilmiş bir tekniktir. Bu yöntem, tane boyutlarını kontrol etmek, faz saflığını artırmak ve kritik akım yoğunluğunu (J_c) yükseltmek amacıyla süreçteki parametreleri ve ek mekanizmaları iyileştirir.

MPMG yöntemi, süperiletken malzemenin eritilmesi, toz haline getirilmesi ve yeniden eritilerek kristal büyütme sürecinin kontrollü bir şekilde gerçekleştirilmesi adımlarını içerir. Bu yöntem, malzemenin içerisinde istenmeyen fazları ve düzensizlikleri minimize ederek yönlendirilmiş bir kristal yapı sağlar. Eritme-Toz-Eritme-Büyütme (MPMG) yönteminde hızlı soğutma işleminden sonra numuneler ince toz haline getirilip iyice karıştırılır. Toz haline getirilmiş malzeme tekrar eritilir. Bu aşamada, malzeme sıcaklık gradyanına maruz bırakılır, böylece kontrollü bir kristal büyüme başlar. Sıcaklık, kontrollü bir şekilde düşürülerek kristallerin belirli bir yönde büyümesi sağlanır. Sonrasında ise numune yavaşça oda sıcaklığına soğutulur. MPMG yöntemiyle hazırlanan numunede Y(211) parçacıkları J_c ile ilgilidir ve süperiletken olmayan fazlar pinning merkezleri olarak görev yapmaktadırlar (Murakami 1992).

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

3.1 RE358 (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) Süperiletken Numunelerin Üretilmesi

RE358 süperiletkenlerinin üretimini gerçekleştirirken Y358 için meydana gelen ilk kimyasal reaksiyon;



dir. Burada ürün olarak $Y_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Y358) bileşiği elde edilmiştir. Benzer şekilde $Nd_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Nd358), $Sm_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Sm358), $Dy_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Dy358), $Gd_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Gd358), $Eu_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Eu358), $Ho_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Ho358) ve $Er_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Er358) süperiletken bileşikleri elde edilmiştir. Bu reaksiyonları gerçekleştirmek için yüksek saflıkta ve toz halinde bulunan Y_2O_3 , Nd_2O_3 , Sm_2O_3 , Dy_2O_3 , Gd_2O_3 , Eu_2O_3 , Ho_2O_3 , Er_2O_3 , $BaCO_3$ ve CuO bileşiklerinin belirli orandaki karışımları kullanıldı. Kütlelerin korunumu yasasına göre, fiziksel ve kimyasal değişimlerin tamamında tepkimeye giren maddelerin (reaktifler) kütleleri toplamı, ürünlerin kütleleri toplamına eşittir. Buna göre, üretmek istenen RE358 süperiletken bileşiklerinin kütlelerini hesaplamak için öncelikle bileşiklerin atom ve molekül ağırlıklarının hesaplanması gerekir.

Bir bileşiğin molekül ağırlığı, bileşiği oluşturan elementlerin atomik ağırlıkları toplanarak hesaplanabilir. Örneğin, Y_2O_3 bileşiği 2 tane yitrium (Y) ve 3 tane oksijen (O) atomundan meydana gelir. Yitriumun atom ağırlığı 88,9059 g/mol dür (1 mol'ünde 88,9059 gram atom bulunur), oksijenin atom ağırlığı 15,9994 g/mol'dür (1 mol'ünde 15,9994 gram atom bulunur). Böylece Y_2O_3 bileşiğinin molekül ağırlığı;

$$\text{Yitrium için } Y_2: 2 \times 88,9059 = 177,8118 \text{ g/mol}$$

$$\text{Oksijen için } O_3: 3 \times 15,9994 = 47,9982 \text{ g/mol}$$

Yitriyumoksitin molekül ağırlığı Y_2O_3 : $177,8818 + 47,998 = 225,88 \text{ g/mol}$

şeklinde hesaplanır. Benzer şekilde, diğer bileşiklerin molekül ağırlıkları da

Baryum için Ba: $1 \times 137,33 = 137,33 \text{ g/mol}$

Karbon için C: $1 \times 12,011 = 12,011 \text{ g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,9982 \text{ g/mol}$

Baryum karbonatın molekül ağırlığı $BaCO_3 = 197,35 \text{ g/mol}$

Bakır için Cu: $1 \times 63,546 = 63,546 \text{ g/mol}$

Oksijen için O: $1 \times 15,9994 = 15,9994 \text{ g/mol}$

Bakıroksitin molekül ağırlığı $CuO = 79,5454 \text{ g/mol}$

Neodyum için Nd_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Neodyumoksitin molekül ağırlığı Nd_2O_3 : $+ 47,998 = 336,48 \text{ g/mol}$

Samaryum için Sm_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Samaryumoksitin molekül ağırlığı Sm_2O_3 : $+ 47,998 = 348,70 \text{ g/mol}$

Disprosyum için Dy_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Disprosyumoksitin molekül ağırlığı Dy_2O_3 : $+ 47,998 = 373,00 \text{ g/mol}$

Gadalyonyum için Gd_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Gadalyonyumoksitin molekül ağırlığı Gd_2O_3 : $+ 47,998 = 362,50 \text{ g/mol}$

Evropiyum için Eu_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Evropiyumoksitin molekül ağırlığı Eu_2O_3 : $+ 47,998 = 351,92 \text{ g/mol}$

Holyum için Ho_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Holyumoksitin molekül ağırlığı Ho_2O_3 : $+ 47,998 = 377,86 \text{ g/mol}$

Erbiyum için Er_2 : $2 \times = \text{g/mol}$

Oksijen için O_3 : $3 \times 15,9994 = 47,998 \text{ g/mol}$

Erbiyumoksitin molekül ağırlığı Er_2O_3 : $+ 47,998 = 382,56 \text{ g/mol}$

olarak hesaplanır. Denklem 3.1'e göre tepkimeye giren bileşiklerin katsayıları o bileşiğe ait molekül ağırlığı ile çarpılarak gerekli miktarlar bulunur. Yani istenen tepkime için $3/2$ mol Y_2O_3 , 5 mol $BaCO_3$ ve 8 mol CuO tepkimeye girer. Örneğin, $Y_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ için (3.1) denklemine göre tepkimeye girecek olan bileşiklerin ağırlıkları;

$$3/2Y_2O_3 \text{ için} = 3/2(225,81) = 338,72 \text{ g}$$

$$5BaCO_3 \text{ için} = 5(197,34) = 986,70 \text{ g}$$

$$8CuO \text{ için} = 8(79,54) = 636,32 \text{ g}$$

şeklinde bulunur. Böylece 1 mol $Y_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ bileşiği içeren numune elde etmek için reaksiyona giren bileşiklerin toplam molekül ağırlıkları $338,72 + 986,70 + 636,32 = 1961,74$ g olarak hesaplanır. Deneysel çalışmalarda kullanılmak üzere yaklaşık 10 g. bileşik üretimi yapmak yeterli olacaktır. Bu elde edilen bileşik yaklaşık 5 g. olmak üzere iki tablet haline getirilir. Buna göre tepkimeye girmesi istenilen bileşiklerin toplam ağırlığının 10 g. olması istenirse, $Y_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ bileşiğini kaç mol olması gerektiğini basit bir orantı ile hesaplanarak 0,00510 mol olduğunu bulunabilir. Böylece $Y_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ numunesini elde etmek için gereken bileşiklerin ağırlıkları;

$$338,72 \times 0,00510 = 1,7274 \text{ g } Y_2O_3$$

$$986,70 \times 0,00510 = 5,0286 \text{ g } BaCO_3$$

$$636,32 \times 0,00510 = 3,2452 \text{ g } CuO$$

şeklinde hesaplanır.

RE358 (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) numuneleri için yapılan hesaplamalara göre;

10 g $Nd_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Nd358) numunesi için

$$Nd_2O_3 : 2,3710 \text{ g}$$

$$BaCO_3 : 4,6392 \text{ g}$$

$$CuO : 2,9896 \text{ g}$$

10 g $Sm_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Sm358) numunesi için

$$Sm_2O_3 : 2,4362 \text{ g}$$

$$BaCO_3 : 4,5996 \text{ g}$$

$$CuO : 2,9640 \text{ g}$$

10 g $Dy_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Dy358) numunesi için

$$Dy_2O_3 : 2,5624 \text{ g}$$

$$BaCO_3 : 4,5228 \text{ g}$$

$$CuO : 2,9146 \text{ g}$$

10 g $Gd_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Gd358) numunesi için

Gd_2O_3 : 2,5084 g

$BaCO_3$: 4,5556 g

CuO : 2,9356 g

10 g $Eu_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Eu358) numunesi için

Eu_2O_3 : 2,4532 g

$BaCO_3$: 4,5892 g

CuO : 2,9574 g

10 g $Er_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Er358) numunesi için

Er_2O_3 : 2,6110 g

$BaCO_3$: 4,4932 g

CuO : 2,8954 g

10 g $Ho_3Ba_5Cu_8O_{7-q}$ (Ho358) numunesi için

Ho_2O_3 : 2,5872 g

$BaCO_3$: 4,5076 g

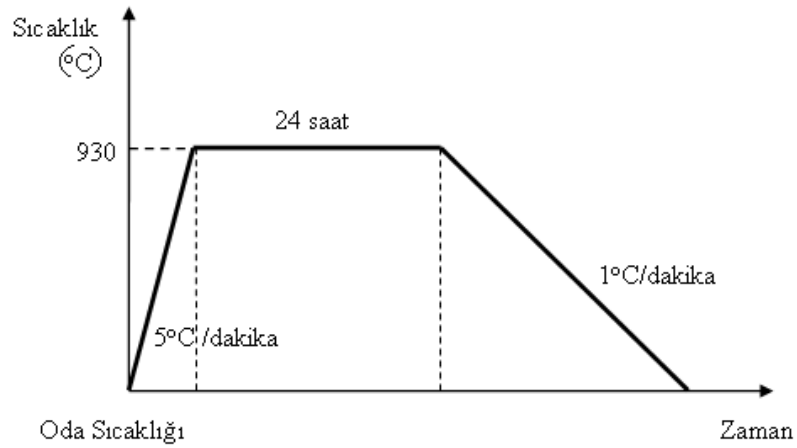
CuO : 2,9048 g

olarak hesaplandı. Örnekleri hazırlamak için %99,99 saflıkta kimyasallar kullanılmış olup, ölçümlerde 4 haneli hassas ölçüm yapabilen Sartorius marka terazi kullanılmıştır.

Örnekleri şu şekilde hazırlandı: toz haldeki bileşikler uygun miktarlarda tartıldı, agat havan kullanılarak homojenlik için yaklaşık 3 saat karıştırıldı. Honeywell sıcaklık kontrol ünitesi Protherm marka kare fırın kullanılarak, karışım alümina (Al_2O_3) pota içerisine kalsinasyon işlemi için konuldu (Şekil 3.1). Fırın, oda sıcaklığından itibaren, 5 °C/dakika sıcaklık artışıyla 930 °C 'ye kadar ısıtıldı ve 24 saat bu sıcaklıkta bekletildikten sonra 1°C/dakika hızla oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Bu işlem boyunca uygulanan ısıtma işlemi Şekil 3.2'de verilmiştir.

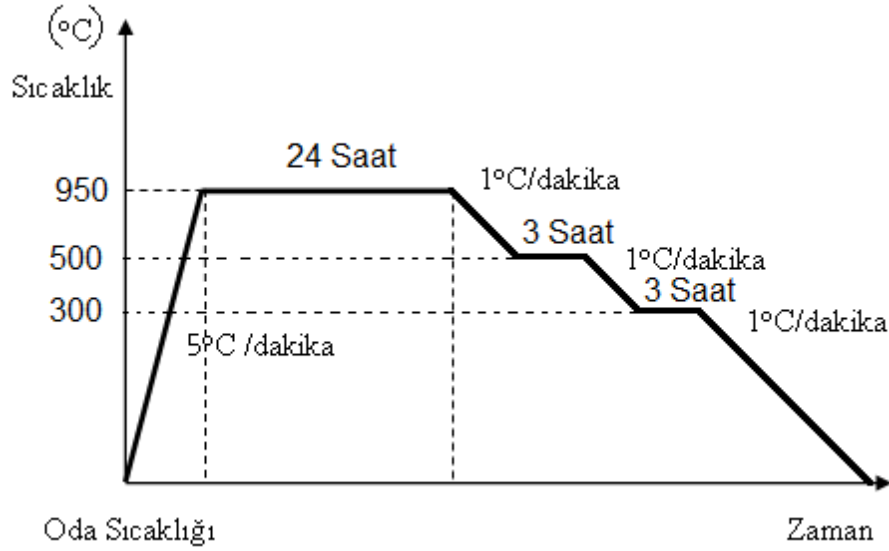


Şekil 3.1: Honeywell sıcaklık kontrol üniteli Protherm marka kare fırın.



Şekil 3.2 : Kalsinasyon ısıl işlem şeması.

Kalsinasyon işlemi sonrasında, malzeme tekrar agat havanda dövülerek toz haline getirildi. Specac marka presleme aleti kullanılarak 300 MPA basınç uygulanmak sureti ile 10 mm çapında ve yaklaşık 1,5 cm kalınlığında tabletler hazırlandı. Hazırlanan bu tabletler Şekil 3.3'deki sıcaklık profili uygulanmak sureti ile sinterleme işlemi gerçekleştirildi. Fırın oda sıcaklığından 5 °C/dakika sıcaklık artışıyla 950 °C 'ye kadar ısıtıldıktan sonra bu sıcaklıkta 24 saat bekletildi. Sonrasında 1°C/dakika hızla 500 °C'ye soğutuldu, bu sıcaklıkta 3 saat bekletildikten sonra 1°C/dakika hızla 300 °C'ye soğutuldu, sonrasında tekrar bu sıcaklıkta 3 saat bekletildikten sonra son aşamada 1°C/dakika hızla oda sıcaklığına soğutulularak sinterleme işlemi tamamlandı.



Şekil 3.3: Sinterleme ısıl işlem şeması.

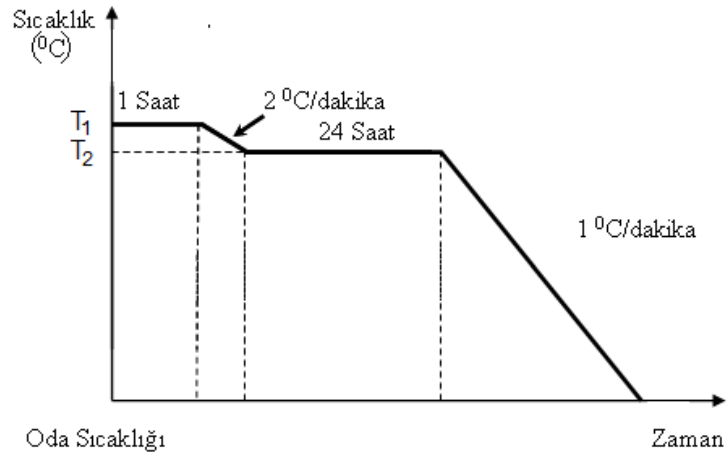
Sinterleme işlemiyle seramik kıvamında sertlik derecesine ulaşan tabletler tekrar agat havanda dövülerek toz haline getirildi. İnce toz halindeki malzeme 2 dakika süre ile 300 MPa basınç altında tutularak 10 mm çapında, yaklaşık 5 g. ağırlığında tablet haline getirildi. Elde edilen tablet kristal büyütme işlemi için, yapılan DTA analizleri sonucunda tablo de verilen sıcaklıklarda kristal büyütme işlemi yapıldı. Kristal büyütme sıcaklığına tüp fırın içine tablet haldeki numune T_1 sıcaklığındaki fırına ısısal şoka uğramaması için 10 dakika sürede yavaş yavaş yerleştirildi (Şekil 3.4). Tablet bu sıcaklıkta 1 saat bekletildi, sonrasında 2 °C/dakika hızla T_2 sıcaklığına soğutuldu ve bu sıcaklıkta da 24 saat kadar tutuldu. Sonrasında 1 °C/dakika hızla oda sıcaklığına soğutulularak büyütme işlemi tamamlandı. Kristal büyütme işlemi için gerçekleştirilen ısıl işlem şeması Şekil 3.5'de gösterilmektedir. Kristal büyütme işleminden sonra oluşabilecek kirliliklerden kurtulmak için, tablet numunenin alümina pota ile temas halinde olan yüzeyi tarafından yaklaşık 1 mm kalınlığındaki kısmı kesme makinesiyle kesilerek atıldı. Hazırlanan örneklerin oksijen miktarlarının dengelenmesi için Şekil 3.6'da şeması gösterilen oksijenleme ısıl işlemi uygulanmıştır.

Tablo 3.1: Kristal büyütme sıcaklıkları.

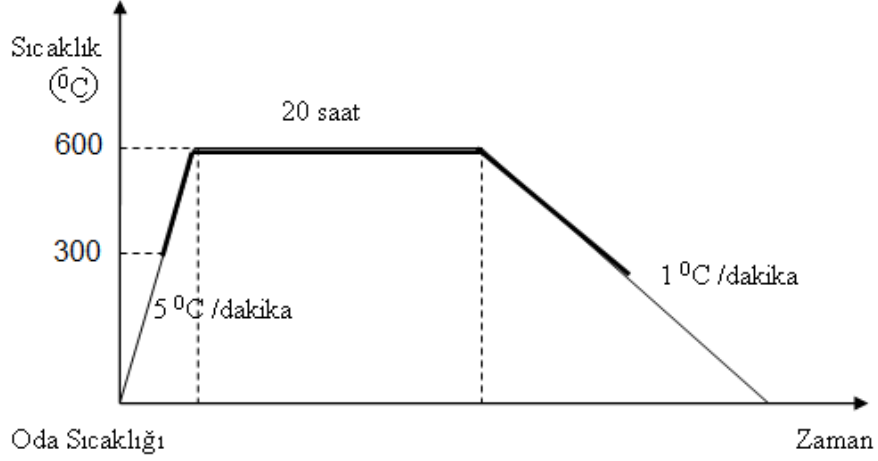
Numune	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)
Y358	1040	930
Dy358	1040	920
Er358	1040	900
Ho358	1040	900
Eu358	1070	930
Gd358	1070	930
Sm358	1070	930
Nd358	1070	900



Şekil 3.4: Honeywell sıcaklık kontrol ünitesi Protherm marka tüp fırın.



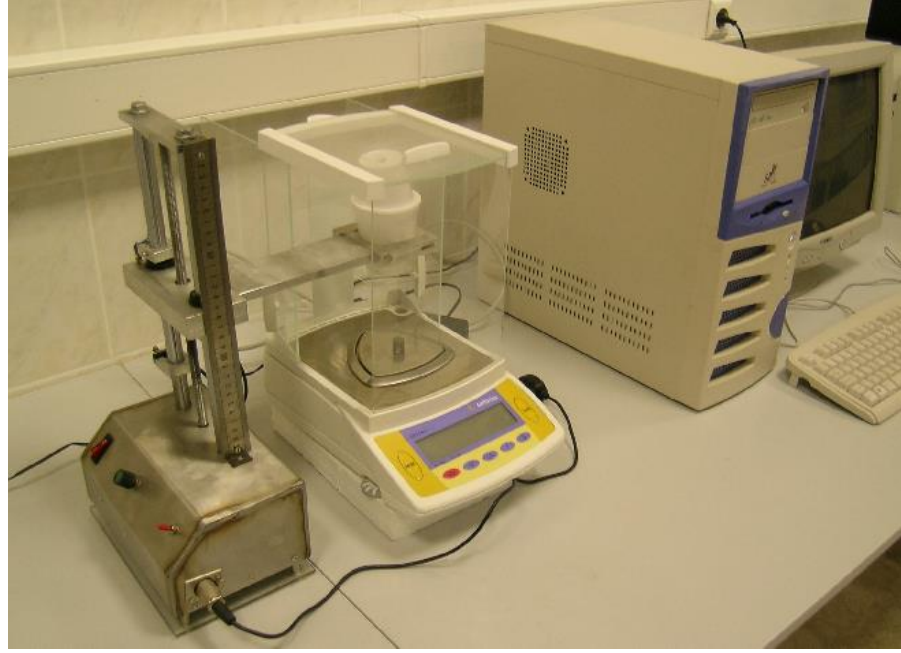
Şekil 3.5: Kristal büyütme işlemi ısıl işlem şeması.



Şekil 3.6: Numunelere oksijen verilme ısıl işlem şeması.

3.2 Kaldırma Kuvveti Ölçümleri

Kaldırma kuvveti ölçümleri için Şekil 3.7’ de gösterilen deneysel düzenek kullanılmıştır. Sistem; 10^{-4} hassasiyetli Sartorius marka bir hassas terazi, yakın mesafede 420 mT ve 8 mm mesafede 280 mT değerinde manyetik alan oluşturan Nd-Fe-B mıknatıs, numunenin yerleştirildiği plastik numune tutucu, adaptör, numuneyi adım motoru yardımıyla sabit bir hızla mıknatısa yaklaştırıp uzaklaştırabilen bir düzenekten oluşmaktadır. Yapılan ölçümler bilgisayar yazılımı kullanılarak kaydedilmektedir. Ölçümler hem manyetik alan yokluğundaki soğutma (ZFC) hem de manyetik alan altında soğutma metodu (FC) uygulanarak gerçekleştirildi. Mıknatıs hassas terazinin kefesine üzerine yerleştirilerek darası alındı. Numune dikey doğrultuda terazinin kefesinden 100 mm yukarıda bulunan cihazın manyetik alana etkisi olmayan kollarına tutturulmuş bir plastik bardak içine monte edildi. Sıvı azot kullanılarak numunenin soğuması sağlandı. Böylece, manyetik alan yokluğunda numune soğutulmuş oldu. Sıvı azot içerisinde bulunan numune, yavaş ve sabit bir süpürme hızıyla 100 mm mesafeden mıknatısa 8 mm mesafe kalıncaya kadar yaklaştırıldı ve beklemeden aynı hızla 100 mm mesafeye çıkarıldı.



Şekil 3.7: Kaldırma kuvveti deney sistemi.

Adım motoru kullanılarak, mıknatısa 8 mm mesafeden başlayarak 100 mm mesafeye sabit hızla uzaklaştırılarak ve devamında tekrar 8 mm mesafeye yaklaştırıldı. Böylelikle manyetik alan altında itici ve çekici kuvvetler ölçümü yapıldı. Süperiletken numune ile mıknatıs arasında yaklaşımdaki itici kuvvet ile uzaklaşmadaki çekici kuvvet terazi kullanılarak kütle cinsinden (g) okundu ve bilgisayara kaydedildi.

Yaklaşma ve uzaklaşma mesafesi bilgisayara aktarılan veri 75 adım olarak belirlenmiştir. Gram cinsinden kaydedilen veriler kütle çekim ivmesi ile çarpılıp numunenin kütlesine bölünmek suretiyle, mesafenin fonksiyonu olarak birim kütle başına kaldırma kuvveti verileri hesaplandı.

3.3 Mikroyapı

Tablet halindeki numunelerin yüzeyleri düz bir zemin üzerinde sırasıyla 180, 320, 600 ve 1500 kumluk SiC zımparalar ile zımparalanarak iyice düzeltildi. Yüzeyleri zımparalanarak düzeltilen bu numuneler sırasıyla 3, 1, 0.5 ve 0.25 mikronluk elmas pastalar kullanılarak parlatıldı. Parlatılan yüzeyler elmas pasta kalıntılarından alkolle temizlendi. Daha sonra bu numuneler 5x, 10x, 20x ve 50x büyütmelerinde yüzey

fotoğrafları Nikon ECLİPSE ME600 marka polarize ışık metal mikroskobuyla (Şekil 3.8) çekilerek bilgisayar ortamına aktarıldı.



Şekil 3.8: Nikon ECLİPSE ME600 marka polarize ışık mikroskobu.

3.4 Elektriksel Direnç Ölçümleri

Üretilen kristallerin elektriksel davranışlarını ve kritik geçiş sıcaklıklarını belirleme için 20-300 K sıcaklık aralığında sıcaklık bağımlı direnç ölçümleri gerçekleştirildi. Elektriksel ölçümleri için, öncelikle 10 mm çapında ve yaklaşık 1 cm kalınlığında disk şeklinde tabletler hazırlandı. Hazırlanan örnekler üzerine gümüş pasta kullanılarak dört noktadan kontak yapıldı. Direnç ölçümlerinde Janis marka kapalı devre He gazı soğutmalı bir kriyostat kullanıldı. Ölçümlerde kullanılan deney sisteminin fotoğrafı Şekil 3.9 da görülmektedir. Sistem kriyostat, turbo moleküler vakum pompası, kompresör, sıcaklık kontrol ünitesi, akım kaynağı, nanovoltmetre, bilgisayar, ölçüm verisini bilgisayara aktaran yazılım ve bütün sistemi kontrol etmek için yazılan bilgisayar programından oluşmaktadır. Örnekler kriyostat içerisine numune tutucu üzerine yüksek termal iletkenliğe sahip yapıştırıcı ile yerleştirildikten sonra vakum pompası aracılığıyla kriyostatın iç basıncı 10^{-5} torr basınca kadar

düřürülmüřtür. Sıcaklık kontrol ünitesi kullanılarak sistem 20 K'e kadar sođutulmuř, bu sıcaklıkta ısısız dengeye gelinceye kadar beklenmiř, sonrasında ise 0,5 K sıcaklık adımları ile ısıtılarak veriler alınmıřtır. Sıcaklık bađımlı direnç ölçümleri; yapılan kontaklara 10 mA deđerinde akım uygulanması ve her 0,5 K sıcaklık aralıđında kontaklar arasında oluřan gerilimin ölçülmesi řeklinde uygulanmıřtır. Direnç ölçümleri, bilgisayar programı marifeti ile yapılmıř olup her sıcaklıđa karřı gelen direnç deđerleri hesaplanarak kaydedilmiřtir. Elde edilen sonuçlar kullanılarak üretilen malzemelerin direnç-sıcaklık grafikleri çizilmiř ve T_c (süperiletkenlik geçiř sıcaklıđı) belirlenmiřtir.

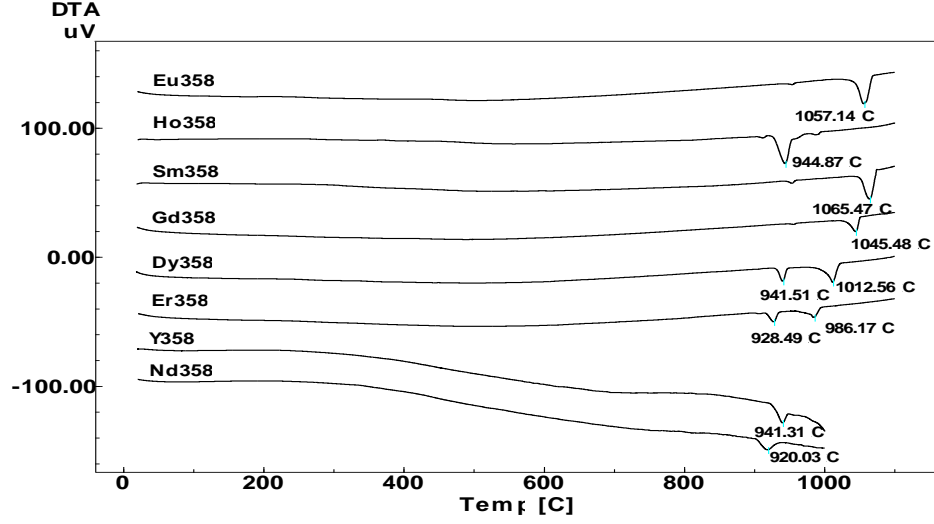


řekil 3.9: Sıcaklıđa bađlı direnç ölçüm sistemi.

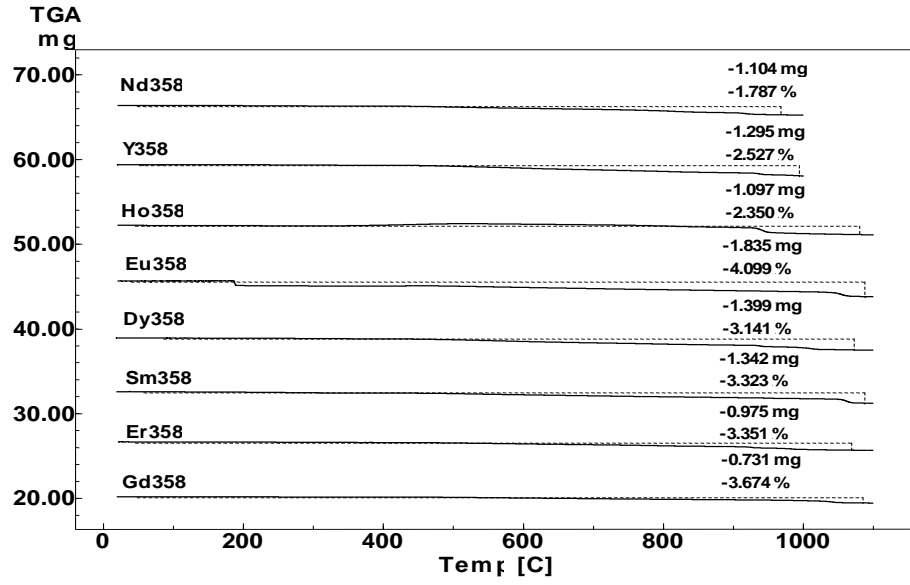
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1 DTA ve TGA Analiz Sonuçları

Süperiletken RE358 bulk numunelerini üretmeden önce, kristal büyütme ve oksijen alma sıcaklıklarını belirlemek için sinterlenmiş numunelerin DTA ve TGA ölçümleri alınmış ve sonuçlar sırasıyla Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de verilmiştir. Tablo 3.1’de verilen sıcaklıklar Şekil 3.6’ da numunelere uygulanan kristal büyütme ısıl işlem şemasında verildiği şekilde kullanılmıştır. Başlangıçta homojen olarak karıştırılmış toz halindeki numunelere uygulanan kalsinasyon işlemi tüm numuneler için sıcaklık $T_{p,s}$ ’nin altında olan 930°C olarak seçildi. Tüm numuneler için sinterleme sıcaklığı 950°C olarak belirlendi. Sinterlenen tüm numuneler Shimadzu DTG-60 marka ve model cihaz ile Şekil 4.1 – Şekil 4.2 de verilen DTA ve TGA ölçümleri yapılan MTG numuneleri için kristal büyütme işlem sıcaklığı Tablo 3.1 de görüldüğü gibi Y358 ve Nd358 numuneleri dışında $T_{p,s}$ değerine yakın sıcaklık seçildi. Sinterlenmiş Y358 ve Nd358 numunelerinin kristal büyütme sıcaklığını $T_{p,s}$ değerinin yaklaşık 1000°C üzerinde olması uygun görüldü. Tüm numunelerin oksijen alma sıcaklığının Şekil 3.6’da görüldüğü gibi $300 - 600^{\circ}\text{C}$ aşamalı olmasına karar verildi.



Şekil 4.1: DTA analiz sonuçları



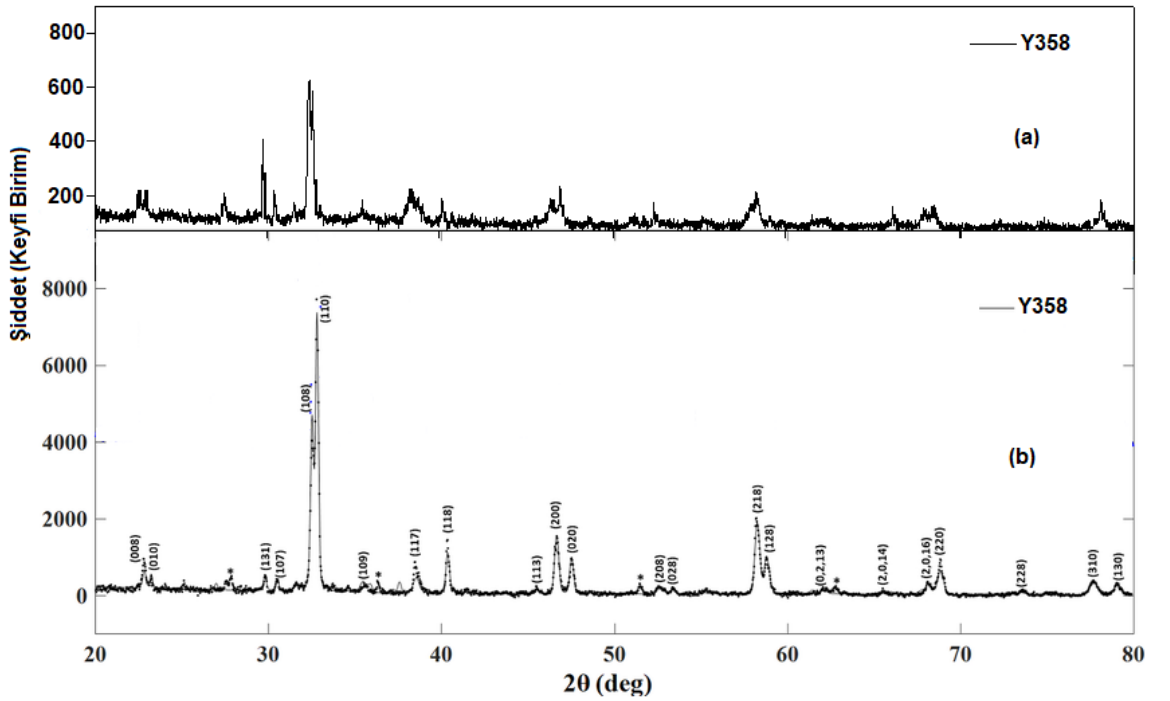
Şekil 4.2: TGA analiz sonuçları.

4.2 XRD Analizi

Üretilen süperiletkenlerin kristal yapılarını ve faz durumlarını incelemek için XRD ölçümleri yapılmış ve sonuçlar Şekil 4.3'de gösterilmiştir. Aynı grafik üzerinde, Khorramshahi ve Mohammadizadeh'nin hesaplamış olduğu XRD grafiği karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Şekilden de anlaşılacağı gibi, Y358 ortorombik yapısının oluştuğunu gösteren piklerin mevcut olduğu görülmektedir. Y358'in yapısı

beş CuO_2 düzlemi ve üç CuO zincirinden oluşmaktadır. $2\theta \approx 55.58^\circ$ ve 68.50° ikiz tepelerinin varlığı, RE-358 bileşiği için ortorombik doğayı doğrular; iki tepenin eşzamanlılığı $\sim 55.58^\circ$ için (200)/(020) yönünde ve $\sim 68.50^\circ$ için (218)/(128) yönünde indekslenmiştir. İkiz tepeler, RE'nin küçük atom yarıçapına sahip örneklerde daha düşük değerlere sahiptirler (Saavedra Gaona, 2020). Y358 süperiletken bileşiği ortorombik olup Pmm/2 simetrisine sahiptir. RE358'in kristal yapısının ortorombik olduğunu gösteren (108) ve (018), (218) ve (128), (0,2,16) ve (2,0,16) çiftlenmiş pikleridir.

Şekil 4.3 den de görüldüğü gibi, üretilen Y358 numunesinin kristal yapısı teorik olarak hesaplanan literatür bilgileriyle uyumludur (Khorramshahi, & Mohammadzadeh, 2021).

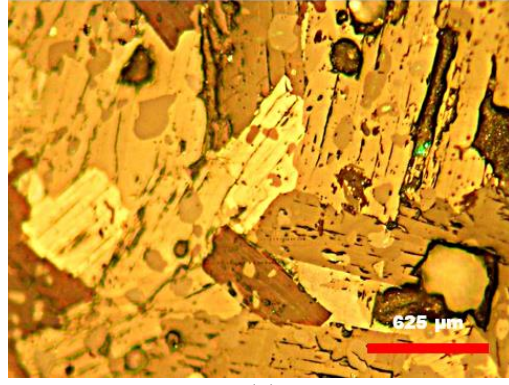


Şekil 4.3: (a) MTG yöntemi ile Y358 üretilen numunenin, (b) Y358 literatür XRD analizi sonuç grafiği.

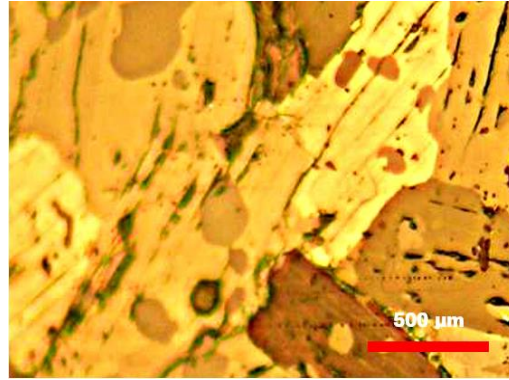
4.3 Mikroyapısal Analiz Sonuçları

Kristal yapılarının yüzey pürüzlülüğünü, morfolojisini, homojenliğini, tane boyutlarını ve sınırlarını anlamak için üretilen süperiletken malzemelere yüzey fotoğraflama yöntemi ile mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu analizler, süperiletkenlik özelliklerinin geliştirilmesi ve malzeme performansının optimize edilmesi için vazgeçilmezdir. Kritik akım yoğunluğu (J_c) süperiletkenliğin özgün bir değeridir ancak malzemeye göre değişen bir özelliktir. Bu sebeple mikroyapıya kuvvetli bir şekilde bağlıdır. Kullanılan yöntemler, malzemenin üretim kalitesinin değerlendirilmesi ve potansiyel uygulamalarının belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır.

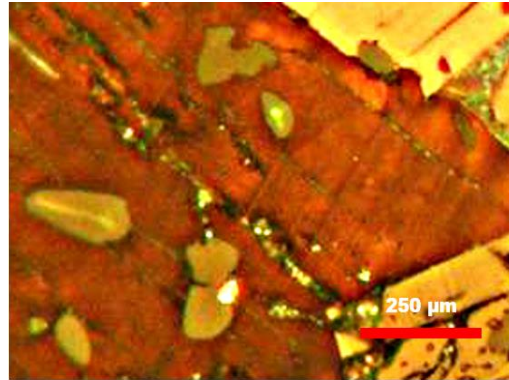
Kristal büyütme işlemi sonrası örnekler üzerine 5x, 10x, 20x, 50x büyütmelerde polarize optik mikroskobu ile fotoğraflama işlemi yapılmış ve elde edilen fotoğraflar Şekil 4.4 - 4.11'de verilmiştir. Hazırlanan örneklerin aynı büyütmelerdeki mikroskop fotoğrafları ise karşılaştırmalı olarak Şekil 4.12- 4.15'de verilmiştir. Y358'in mikroskop fotoğrafları Şekil 4.4'de verilmiştir. Bu fotoğraflardan, tanelerin genellikle büyük ve homojen olduğu, Y211 fazlarının olduğu ve düzgün dağıldığı gözlemlenmiştir. Nd358'in fotoğrafları Şekil 4.5'de verilmiştir. Y358'e göre tane boyutlarının daha küçük olduğu görülmektedir. Benzer tane büyüklükleri ve dağılımı Ho358 örneklerinde (Şekil 4.11) de gözlenmiş ve her iki örnekte de 211 fazlarının iyi dağılmış olduğu, tane sınırlarının daha düzgün olduğu görülmektedir. Şekil 4.6'da görüleceği gibi Sm358' in tane büyüklükleri Y358' in ki kadar iyi görünse de Y211 fazlarının düzgün dağılmadığı gözlenmiştir. Tane sınırları düzgün olup yapıda çatlak oluşumları gözlenmemiştir. Er358'in fotoğrafları Şekil 4.7'de verilmiştir. Tanelerin farklı düzlemlerde yöneldiği, yapıda çatlakların olduğu ve 211 fazlarının düzgün dağılmadığı görülmektedir. Eu358, Gd358 ve Dy358'in fotoğrafları sırasıyla Şekil 4.8, 4.9 ve 4.10'da verilmiştir. Fotoğraflardan tane boyutlarının büyük oluşu, tane sınırlarının düzgün oluşu ve 211 fazlarının ise benzer şekilde düzgün dağılmış olduğu görülmektedir.



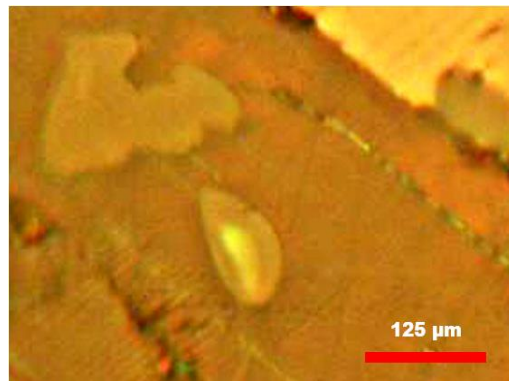
(a)



(b)

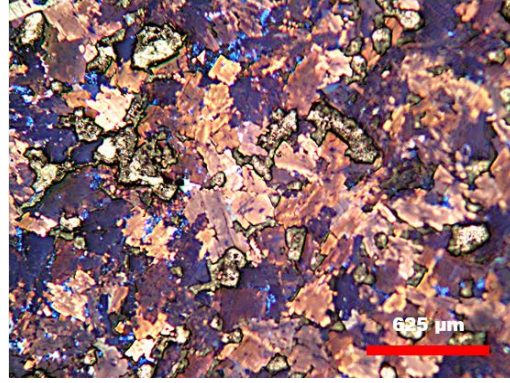


(c)

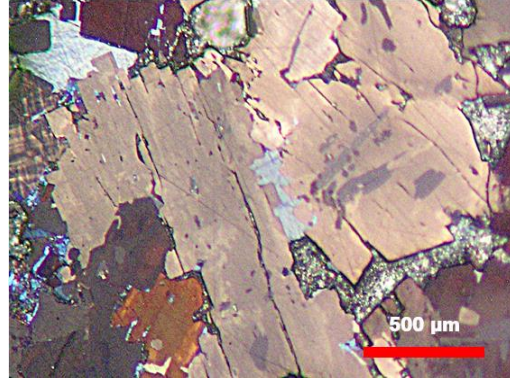


(d)

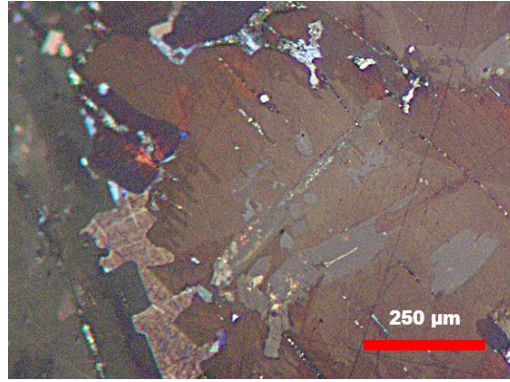
Şekil 4.4: Y358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



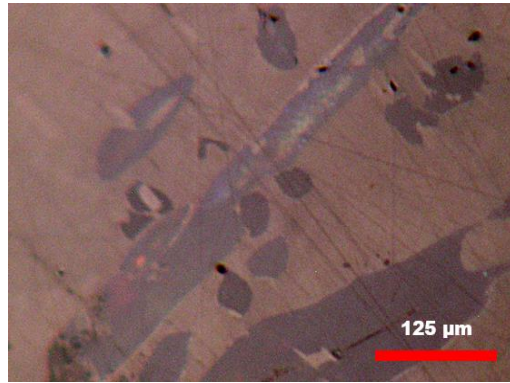
(a)



(b)

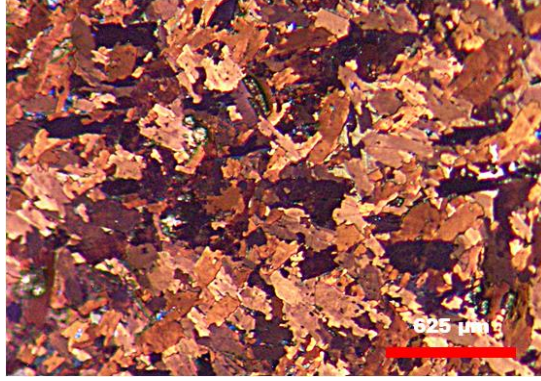


(c)

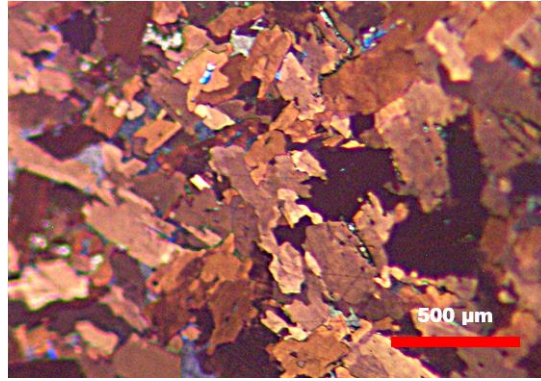


(d)

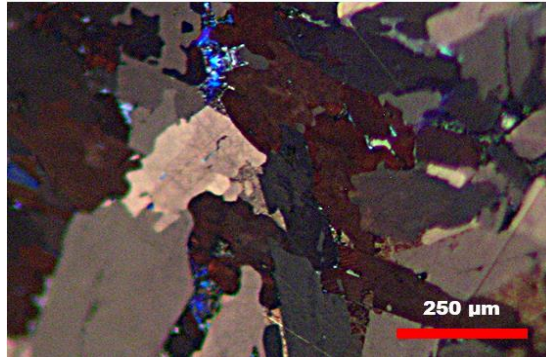
Şekil 4.5: Nd358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



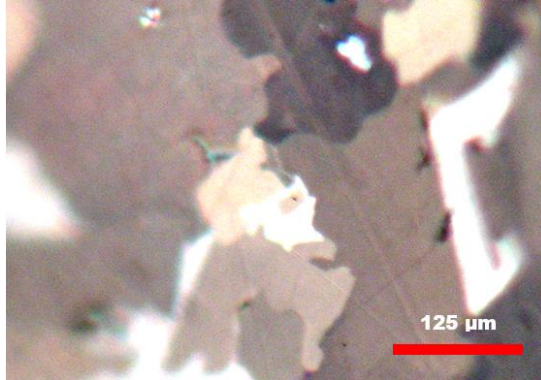
(a)



(b)

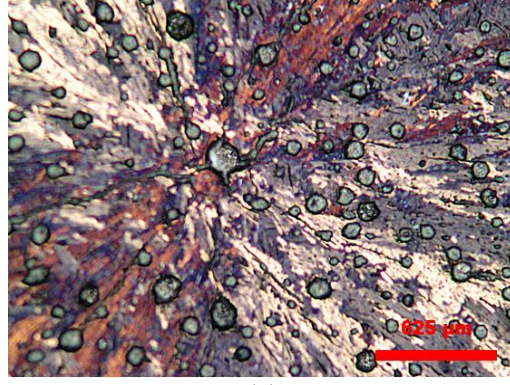


(c)

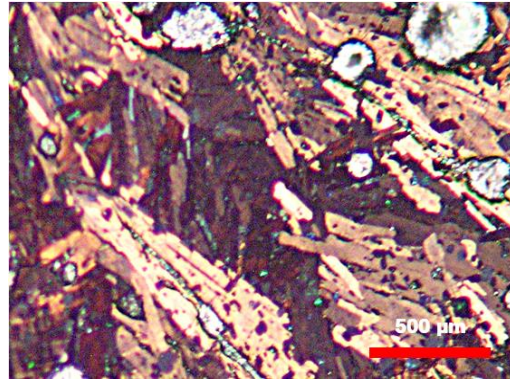


(d)

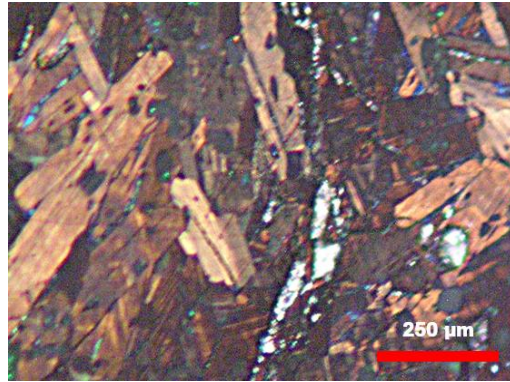
Şekil 4.6: Sm358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



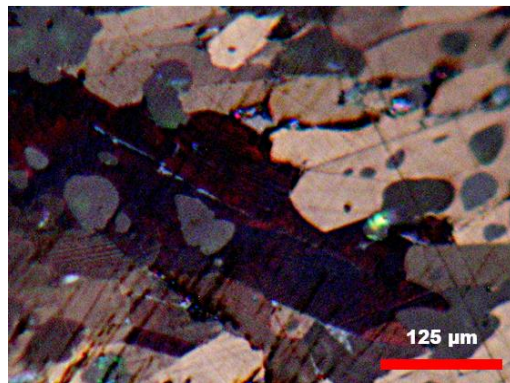
(a)



(b)

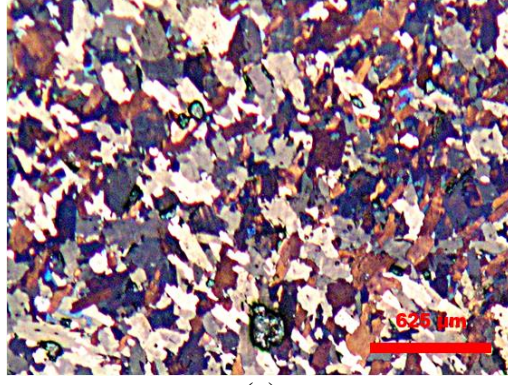


(c)

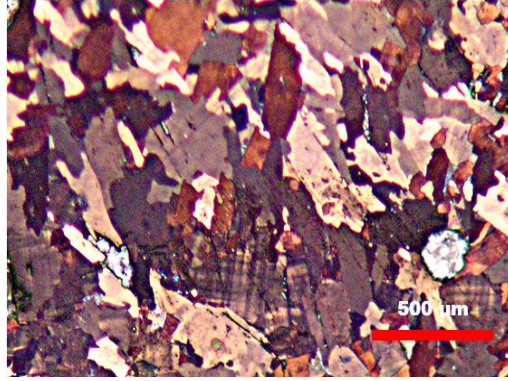


(d)

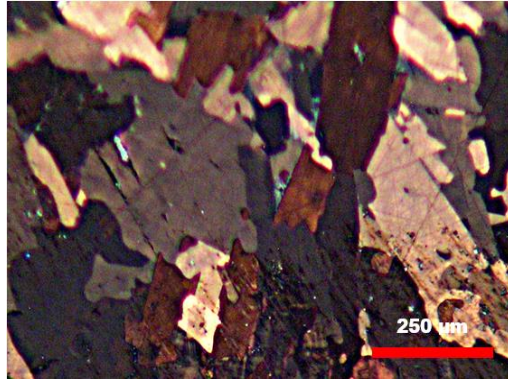
Şekil 4.7: Er358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



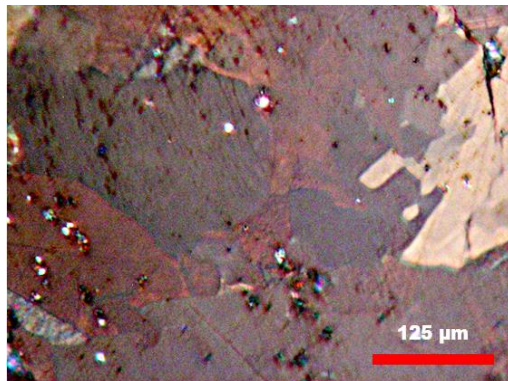
(a)



(b)

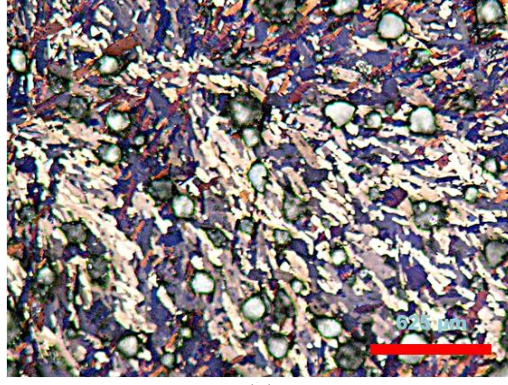


(c)

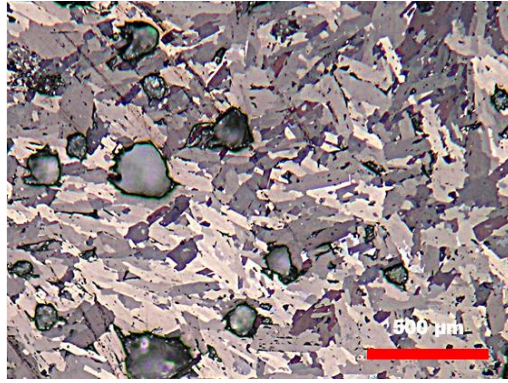


(d)

Şekil 4.8: Eu358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



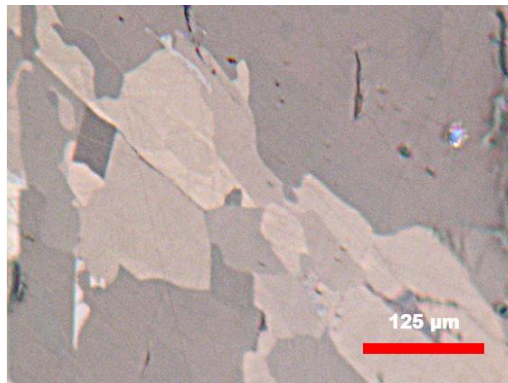
(a)



(b)

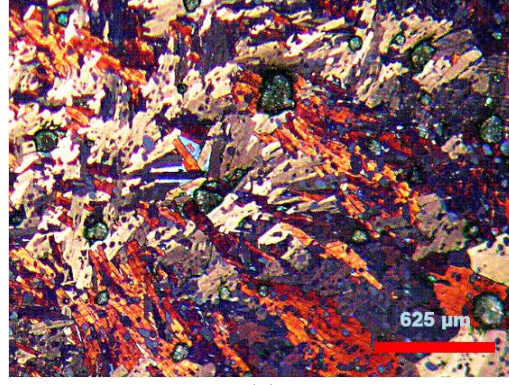


(c)

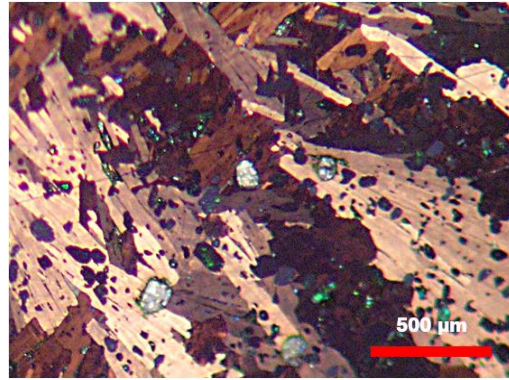


(d)

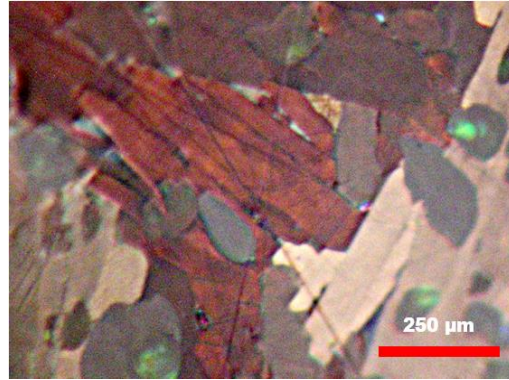
Şekil 4.9: Gd358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



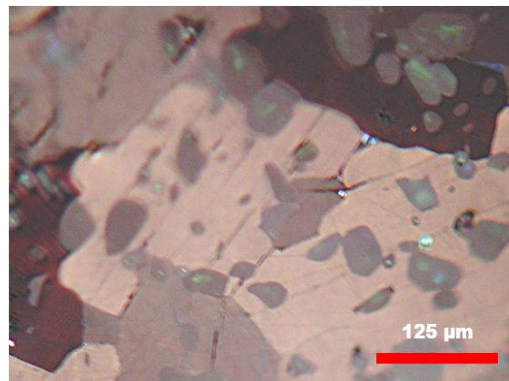
(a)



(b)

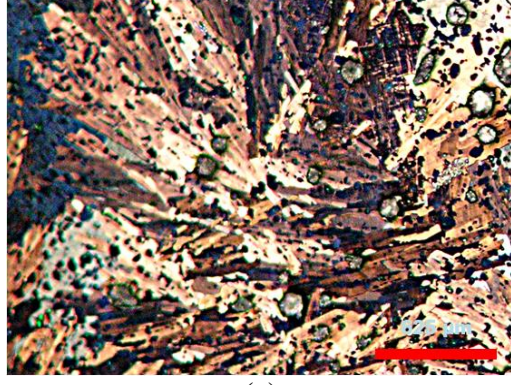


(c)

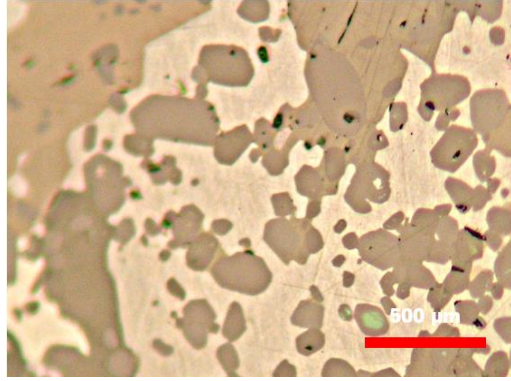


(d)

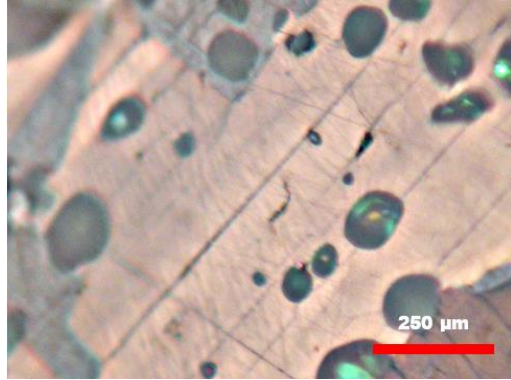
Şekil 4.10: Dy358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.



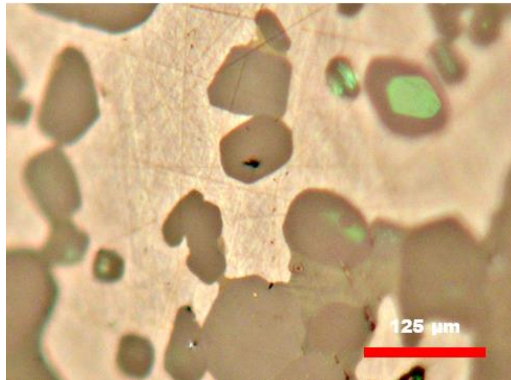
(a)



(b)



(c)



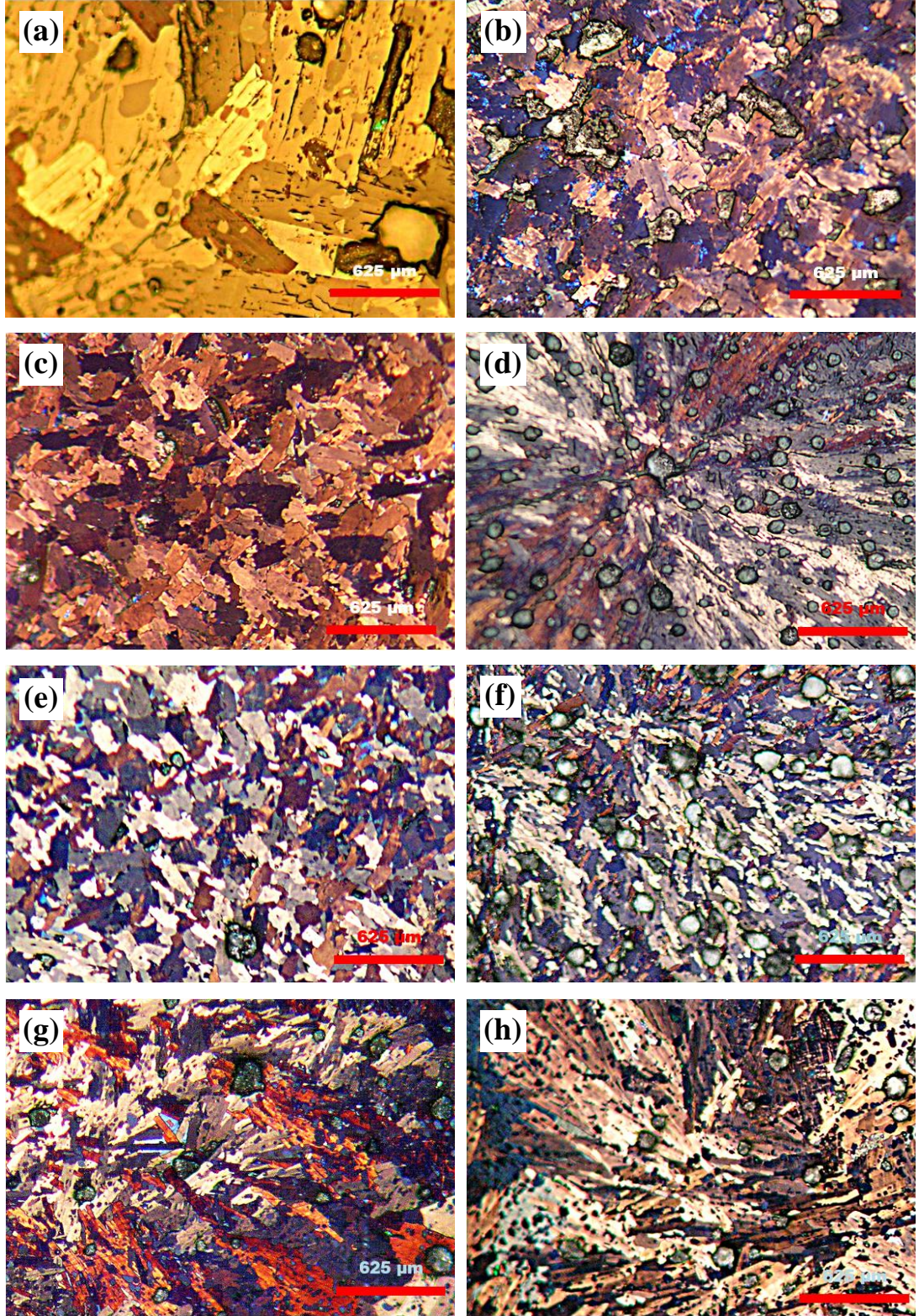
(d)

Şekil 4.11: Ho358 Kristal büyütme işlemi sonrası (a) 5x, (b) 10x, (c)20x, (d) 50x optik mikroskop fotoğrafları.

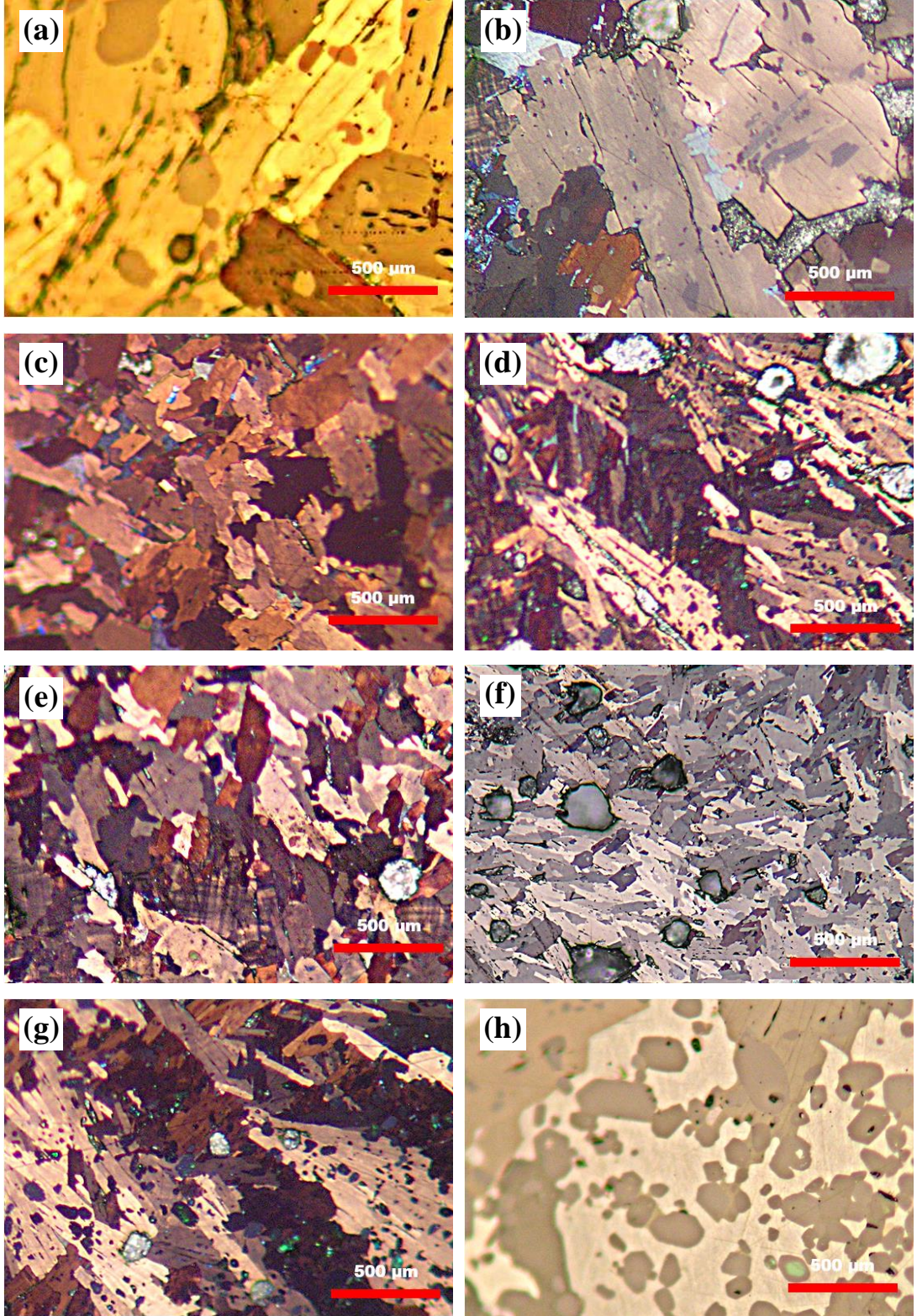
Hazırlanan örneklerin aynı büyütmelelerdeki mikroskop fotoğrafları karşılaştırmalı olarak Şekil 4.12- 4.15’de verilmiştir. Örneklerin tane büyüklüklerinin dağılımı ve yönelimleri Şekil 4.12’de 5x büyütmede verilmiştir. Nadir toprak elementleri kullanılarak elde edilen örneklerin tane büyüklüklerinin Y358 örneğine kıyasla daha küçük olduğu görülmektedir. Bununla birlikte tane büyüklükleri kendi arasında da küçük farklılıklar göstermektedir. Şekil 4.13’de 10x büyütmede ise tane sınırları ve yapıdaki çatlakları daha net olarak görülmektedir. Y358 örneğinde tane büyüklüklerinin diğerlerine göre daha büyük ve 211 fazlarının ise daha belirgin olduğu anlaşılmaktadır. 211 fazlarının dağılımını daha ayrıntılı gözlemlemek için, 20x ve 50x büyütmede çekilen fotoğraflar Şekil 4.14 ve Şekil 4.15’de verilmiştir. Bu büyütmelele ile alınan polarize fotoğraflardan, tane sınırlarının daha belirgin hale geldiği gözlenmektedir. Eu358, Gd358 ve Dy358 örneklerinin tane sınırlarının Y358 örneğine kıyasla daha küçük olmakla birlikte, diğer örneklerden daha düzgün bir yapıya sahip olduğu ve 211 fazlarının düzgün dağıldığı sonucuna varılabilir.

Nadir toprak elementlerinin kullanılması tane boyutlarını düşürmüş sınırlarının kalitesini arttırmış ve taneler arası bağlantıyı güçlendirmiştir. Buna bağlı olarak tanelerin ve tane sınırlarının düzgün şeklini bozup iyice iç içe girmelerini sağlayarak taneler arası bağlantıyı iyileştirmiştir. 211 parçacıklarının sayısı, tane içinde azalmış olsa da tane sayısına bağlı olarak artmıştır.

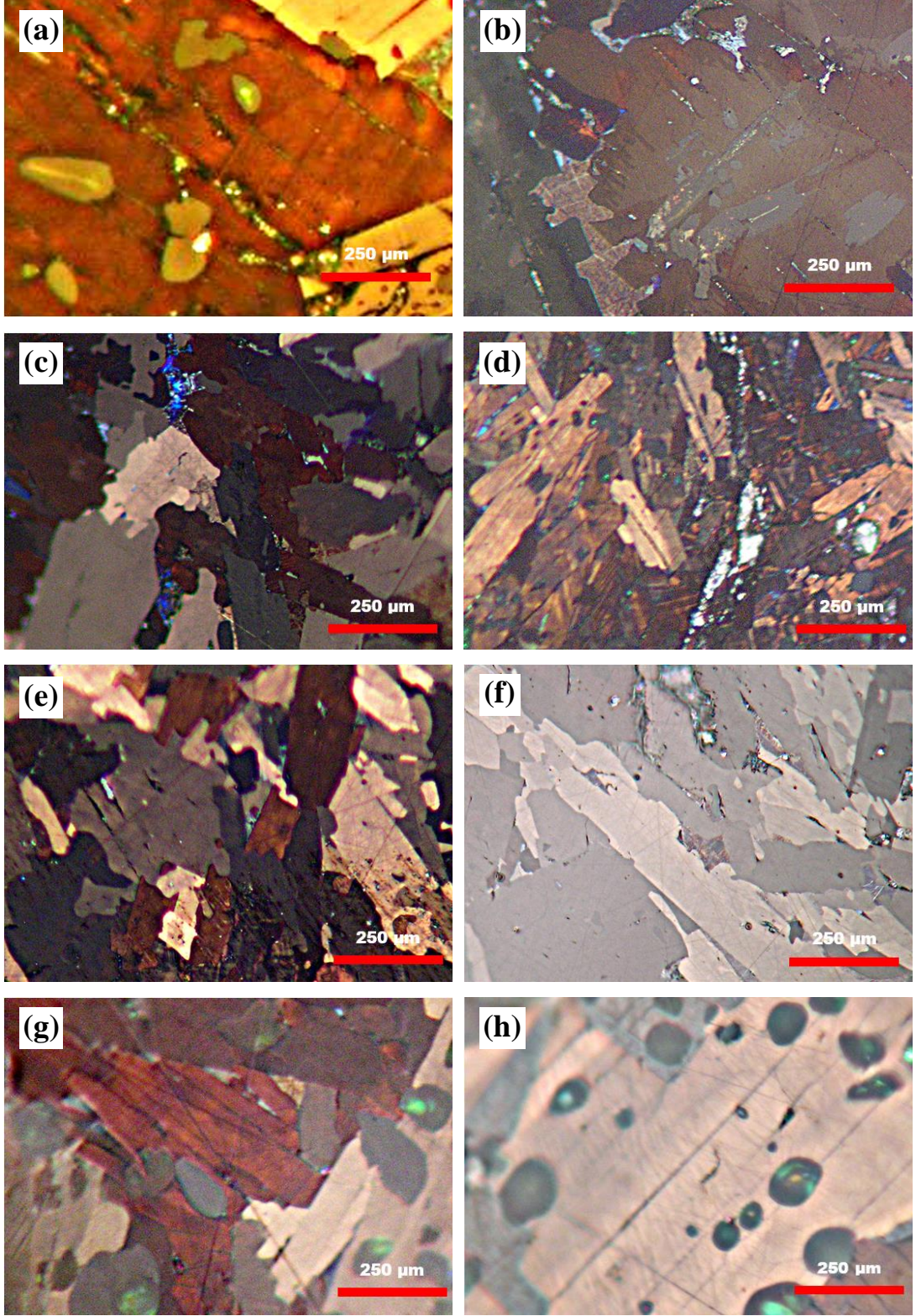
Eritme yöntemiyle üretilen polikristal RE358 örneklerinin tane sınırlarının yapısı, süperiletkenin iletim özelliklerini belirlemede önemli bir faktördür. Süperiletkenlerin tane boyutları; akı pinning mekanizmaları, kritik akım yoğunluğu, kritik sıcaklık ve manyetik özellikler üzerinde doğrudan etkilidir. Küçük ve homojen taneler genellikle daha iyi süperiletkenlik performansı sağlar, ancak optimum tane boyutları, malzemenin üretim sürecine ve kullanım amacına bağlı olarak değişir. Bu nedenle, süperiletken malzemelerin tasarımında ve üretiminde tane boyutlarının kontrolü büyük önem taşır.



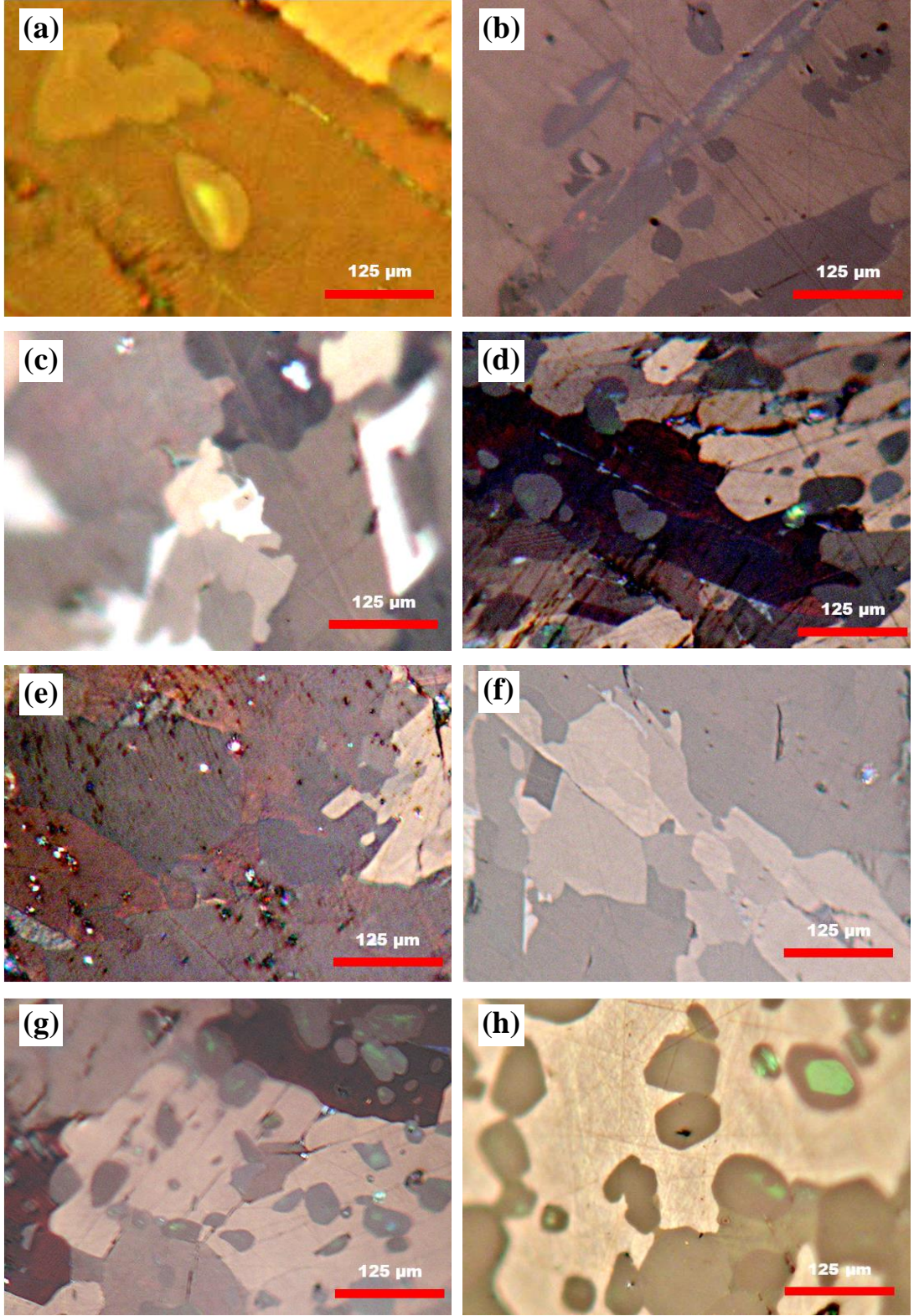
Şekil 4.12: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 5x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.



Şekil 4.13: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 10x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.



Şekil 4.14: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 20x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.



Şekil 4.15: Y358 (a), Nd358 (b), Sm358 (c), Er358 (d), Eu358 (e), Gd358 (f), Dy358 (g), Ho358 (h) örneklerinin 50x büyütme ile alınan polarize optik fotoğrafları.

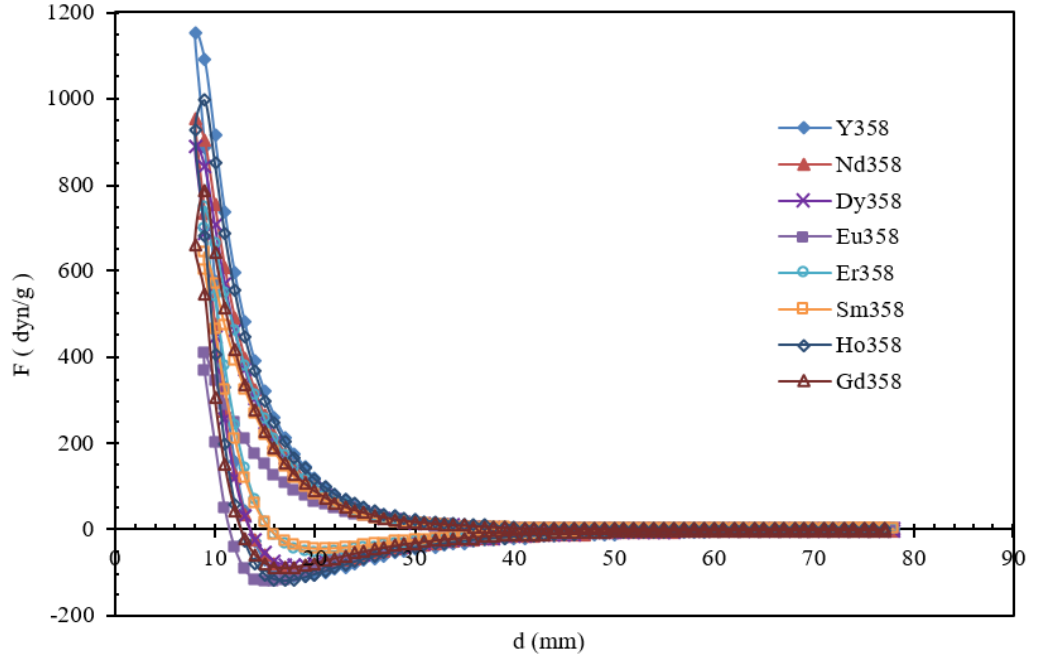
4.4 Kaldırma Kuvveti Ölçümü Sonuçları

Süperiletken malzemelerin iki temel özelliğinden birincisi elektriksel direncinin hemen hemen sıfır olması ve buna bağlı olarak süper akıma sahip olmasıdır. İkinci temel özelliği ise süperiletken durumunda içindeki manyetik alanı dışarlamasıdır (Meissner Olayı). Bu ikinci özelliğinden dolayı; manyetik mil yatakları, uçan trenler, kalıcı mıknatıslar, manyetik kaldırma kuvveti vasıtasıyla taşıma sistemleri ve benzeri teknolojik uygulamalar için süperiletken malzemeler tercih edilmektedir.

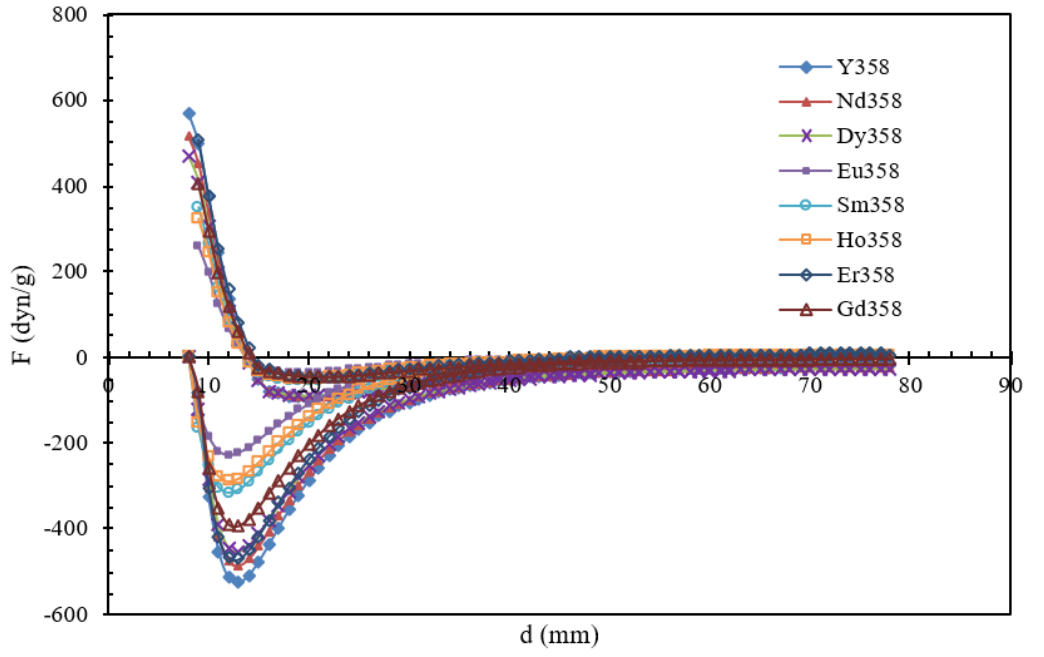
Örneklerin manyetik alan yokken (ZFC) ve manyetik alan altında (FC) soğutularak ölçülen kaldırma kuvveti histerezis eğrileri Şekil 4.16'de verilmiştir. Örnekler içinde, en büyük histerisiz ilmeğine, dolayısıyla en yüksek kaldırma kuvvetine Y358 katkılı örnek, sonra sırasıyla Ho358, Nd358, Dy358, Gd358, Er358, Sm358 ve Eu358 örnekleri sahiptir. Bununla birlikte, Şekil 4.16 b'deki FC rejiminde Nd358 ve Ho358 örneklerinin histerisiz eğrileri dolayısıyla kaldırma kuvvetleri birbirine çok yakındır. Daha önce bahsedildiği gibi kaldırma kuvvetini etkileyen faktörlerin başında tane büyüklüğü ve 211 fazlarının dağılımı gelmektedir. Nd358 ve Ho358 tane büyüklüklerinin aynı olduğu optik mikroskop resimlerin de de görülmektedir.

Kaldırma kuvveti histersiz ilmeğinin üst tarafı pozitif bölge itici kuvveti, alt tarafındaki negatif bölge ise çekici kuvveti karşı gelir. İtici kuvvetin büyüklüğü, süperiletken yapının oluşumunun bir ölçüsüdür. Çekici kuvvetin büyük olması ise, numune tarafından daha fazla manyetik akı tuzaklanabildiğini ve daha güçlü pinning merkezlerine sahip olduğunu gösterir. Numunelerin ZFC ve FC rejimindeki itici kuvvetlerinin mesafeye göre değişimleri Şekil 4.17 de, çekici kuvvetlerinin mesafeye göre değişimleri de Şekil 4.18 de verilmiştir. Çekici kuvvetin değeri, örnek içerisindeki pinnig (akı sabitleştirme) noktalarına, yani (211) normal fazlara bağlıdır.

Sonuç olarak, yeterli oranda sıcaklık gradyenti uygulanmak şartıyla, 211 fazlarının boyutlarını küçültmesi ve sayılarını arttırılması akı sabitlenmesinin iyileşmesine ve dolayısıyla kritik akım yoğunluğu J_c 'nin artmasına sebep olacağından, kaldırma kuvvetini iyileştirdiği sonucuna varılmıştır.

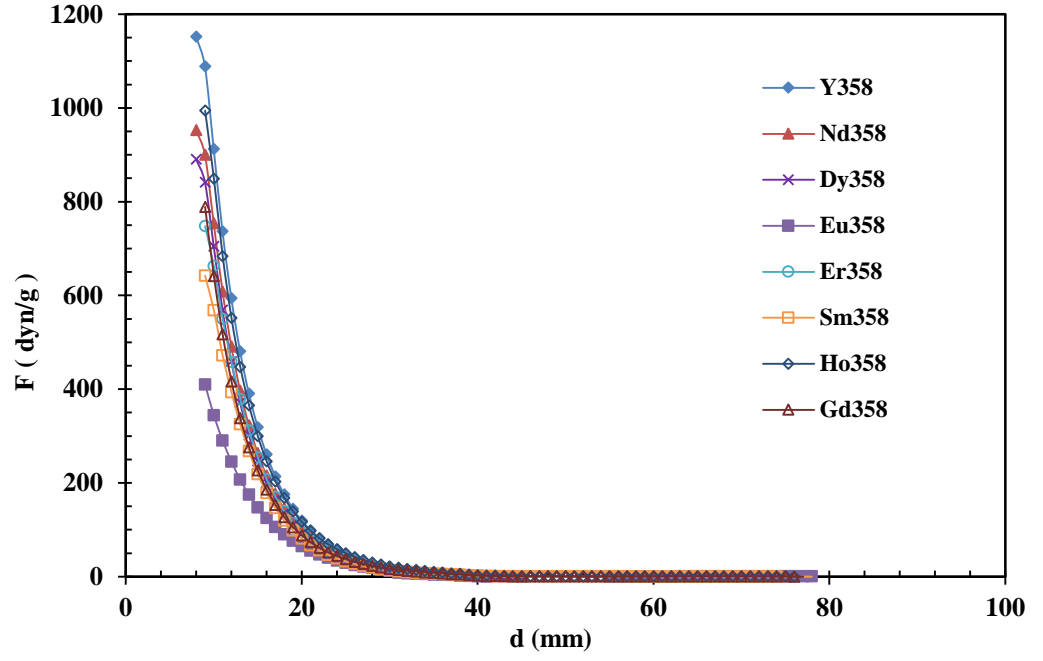


(a)

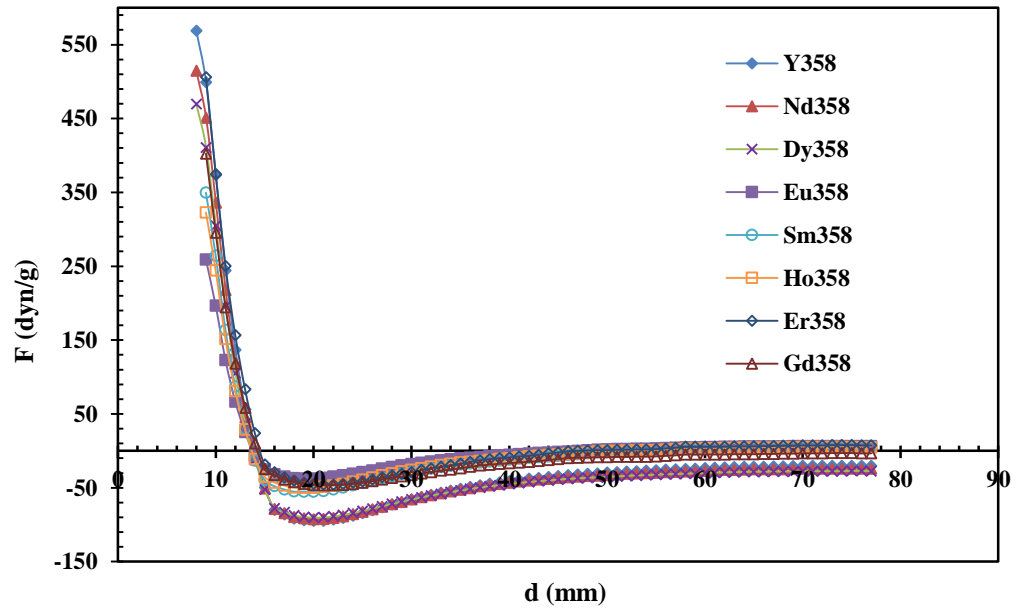


(b)

Şekil 4.16: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde ölçülen kaldırma kuvveti histerezis eğrileri.

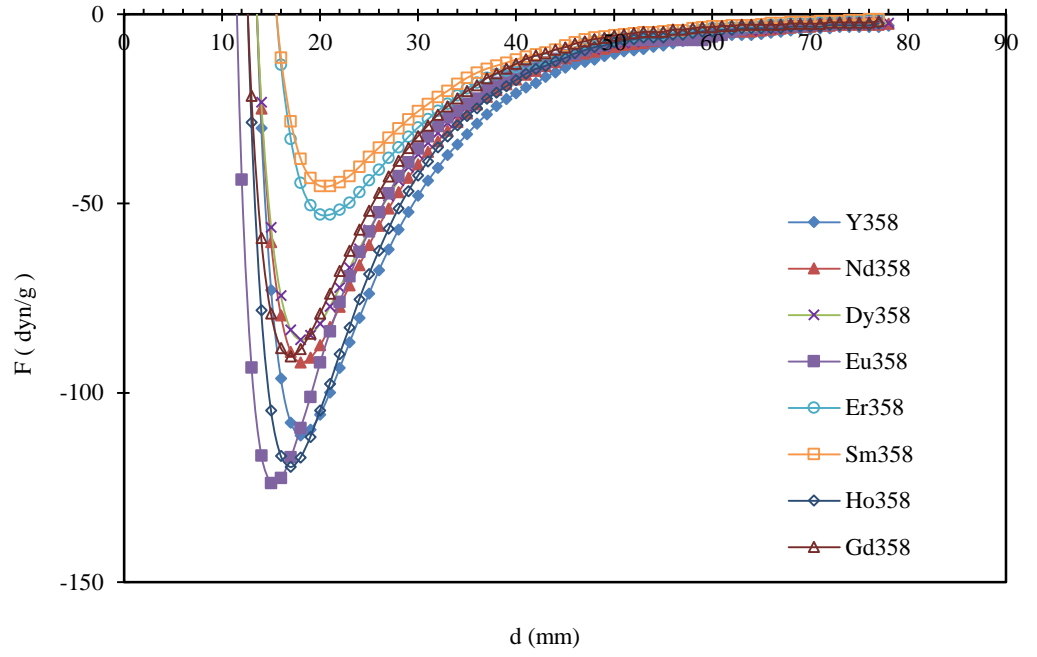


(a)

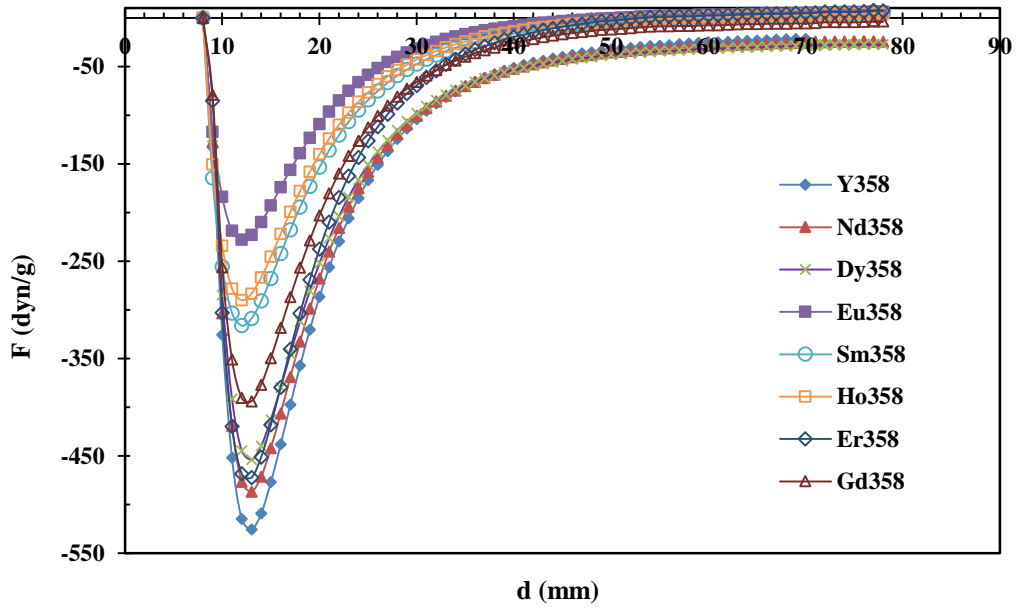


(b)

Şekil 4.17: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde ölçülen itici kuvvet eğrileri.



(a)



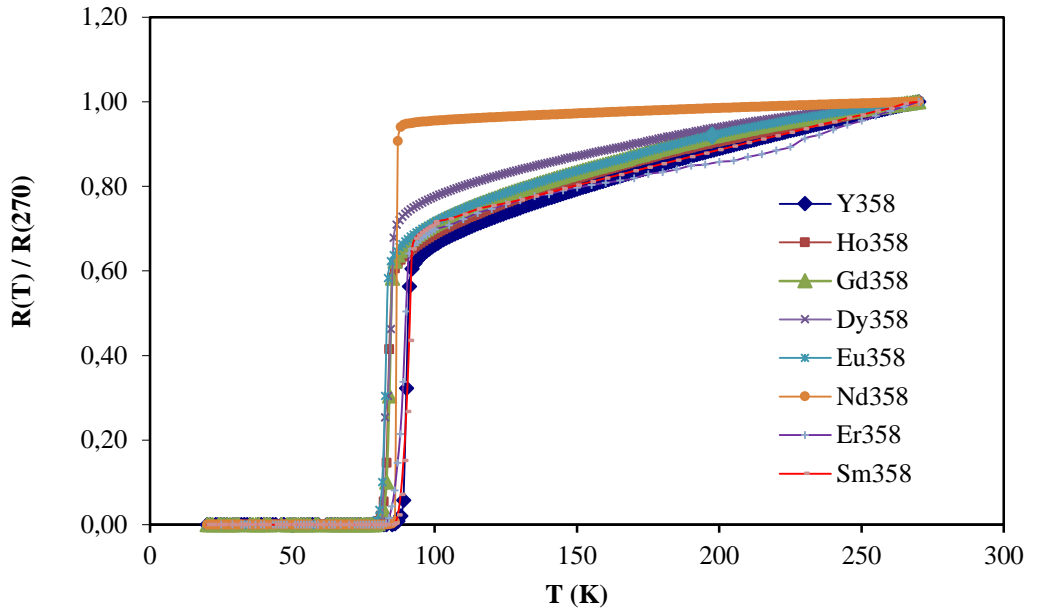
(b)

Şekil 4.18: Örneklerin (a) ZFC rejiminde, (b) FC rejiminde çekici kuvvet eğrileri.

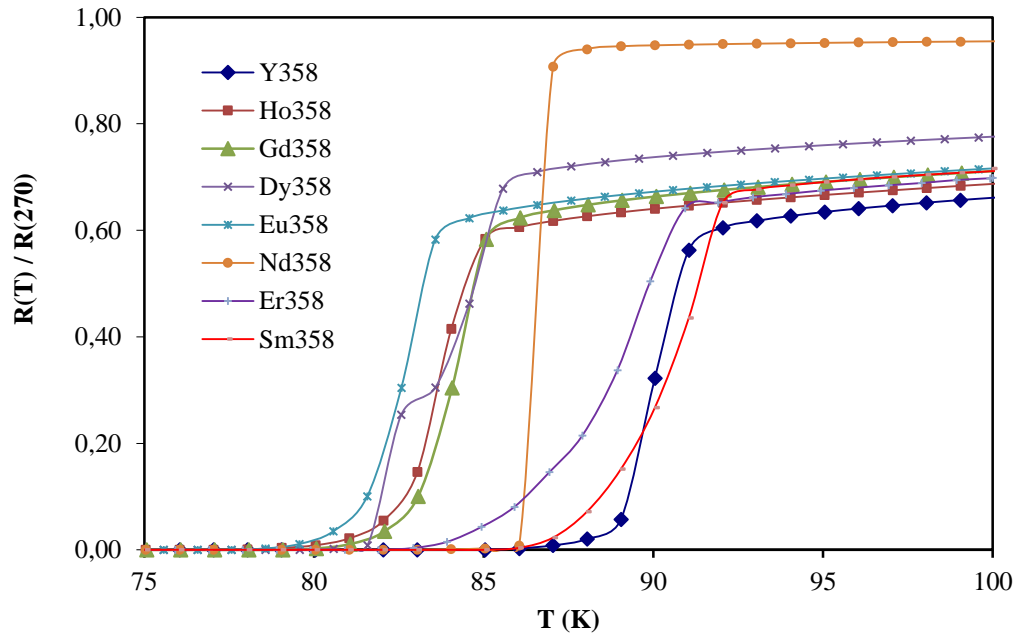
4.5 Elektriksel Direnç Ölçümü Sonuçları

Örneklerin sıcaklığa bağlı direnç ölçümleri 20–270 K sıcaklık aralığında yapılmış olup, normalize edilmiş direnç-sıcaklık eğrileri karşılaştırmalı olarak Şekil 4.19 ve 4.20 da verilmiştir. Örneklerin tamamında kritik sıcaklığın üzerinde, malzeme içindeki elektronların ve atomların termal hareketlerinin artmasından dolayı metalik davranış sergilediği gözlenmiştir. Bütün örnekler üzerinde azalan sıcaklıkla birlikte dirençte lineer bir azalma gözlenmiştir. Sıcaklık daha da azalırken bütün örnekler yaklaşık 89-93 K civarında 3 – 6 K arasındaki bir sıcaklık aralığında direncin sıfıra düşmesiyle süperiletken duruma geçiş gözlenmiştir. Nd358 için geçiş sıcaklık aralığı 1 K olup düşüşün çok keskin bir şekilde olduğu gözlenmiştir. Geçiş aralığının geniş olması, örneklerde ikinci fazların taneler arası sınıra yerleşmeleri, taneler arası bağlantının zayıf olması ve mikro çatlakların oluşmasıyla yakından ilgilidir (Ayache 2006). Dy358 örneğinin R-T değişiminden, diğer örneklerden farklı olarak ikincil faz oluşumundan kaynaklanan 2. pik oluşumu 82 K civarında gözlenmiştir. Bütün örneklerin T_C^{onset} (süperiletken duruma geçiş başlama sıcaklığı), T_C (süperiletken duruma geçiş sıcaklığı) ve T_C^0 (süperiletken duruma geçişin tamamlandığı sıcaklık) sıcaklıkları Tablo 4.1 de verildi. Numuneler arasında en düşük geçiş sıcaklığına Eu358 numunesi sahiptir (85 K).

Bütün numunelerin süperiletken duruma geçişin başlama sıcaklığı, T_C^{onset} , süperiletken duruma geçiş sıcaklığı, T_C ve süperiletken duruma geçişin tamamlandığı sıcaklık T_C^0 sıcaklıkları Tablo 4.1’de verilmiştir. Bütün numuneler arasında en düşük geçiş sıcaklığına Er358 numunesi sahiptir (85 K). Bu çalışmada referans numunesi olan Y358 numunesinin geçiş sıcaklığı 92 K olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.19: Numunelerin normalize edilmiş geçiş sıcaklığı grafiği.



Şekil 4.20: Numunelerin 75-100K aralığında normalize edilmiş geçiş sıcaklığı grafiği.

$Y_3Ba_5Cu_8O_{7-\delta}$ şeklinde verilen YBCO yüksek sıcaklık süperiletken sisteminde itriyum (Y) yerine toprak alkali elementlerin (RE) kullanılmasıyla elde edilen Sm358 dışındaki numunelerin geçiş sıcaklıkları Y358 numunesinin geçiş sıcaklığından daha

düşük çıkmıştır. Gerçekte, Y358 numunesinin, yani $Y_3Ba_5Cu_8O_{7.8}$ nin literatürde verilen en yüksek geçiş sıcaklığı 102 K dir. Ancak literatürdeki diğer Y358 geçiş sıcaklıkları bizim bulduğumuz değer ile uyumludur.

Tablo 4.1: Numunelerin süperiletken geçiş sıcaklıkları.

Numune	T_C^{onset} (K)	T_C (K)	T_C^0 (K)	ΔT (K)
Y358	92	91	86	5
Nd358	88	87	86	1
Ho358	86	85	80	5
Gd358	86	85	80	5
Eu358	85	83	79	4
Er358	91	90	83	7
Sm358	93	92	86	6
Dy358	87	85	82	3

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada; RE358 olarak adlandırılan $RE_3Ba_5Cu_8O_{7-\delta}$, (RE=Y, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er) nadir toprak (RE) yüksek sıcaklık süperiletkenleri, Eritme-Yönlendirme-Büyütme metodu ile üretilmiştir. DTA ve TGA ölçümleri alınarak, her bir numune için bulunan erime sıcaklıklarına uygun olarak, Eritme-Büyütme-Yönlendirme tekniği ile numuneler hazırlanmıştır. X-Işını Difraktometresi (XRD) analizleri, Optik Mikroskop Resimleri, Elektriksel Direnç ölçümleri ve Kaldırma Kuvveti ölçümleri yapılmıştır.

Numuneler hazırlanırken kullanılan kalsinasyon ve sinterleme işleminin sıcaklıklarının uygunluğu ve her bir örneğin kendine özgü olan erime sıcaklığına uygun olarak kristal büyütme yapılmış olması, yapının homojen dağılması ve iyi süperiletkenlik özellikleri göstermesine sebep olmaktadır. Yapılan ölçümlerin geneline bakıldığında ve literatür bilgileriyle kıyaslandıklarında kullandığımız ısıtma işlem sıcaklıklarının, üretilen numuneler için uygun olduğu gözlenmiştir.

Optik mikroskop fotoğraflarına göre, tane büyüklükleri olarak Sm, Y kadar iyi görünse de 211 fazlarının düzgün dağılmış olmadığı gözlenmiştir. Nd ve Ho'un tane büyüklükleri diğer malzemelere göre daha küçük olmasına rağmen, Y211 fazlarının iyi dağılmış olduğu, tane sınırlarının daha düzgün olduğu görülmektedir.

Kaldırma kuvveti ölçümlerinden; en iyi histerisiz eğrisinin sırasıyla Y358, Ho358 ve Nd358 numunelerine ait olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar optik mikroskop sonuçlarıyla uyumludur.

Direnç sıcaklık eğrilerinden T_C^{onset} değerinin, diğer örneklere kıyasla Sm358, Y358 ve Er358 numunelerinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Ancak, $T_C(K)$ ve $T_C^0(K)$ arasındaki geçiş sıcaklığı değerinin en az olduğu numune 1 K ile Nd358 ve 3K ile Dy358'dir. Diğer numuneler ise 5-7 K aralığında geçiş göstermektedir. Numunelerin bazılarında nispeten daha geniş geçiş sıcaklığı aralığı gözlenmiş olması uygulanan ısıtma işlem ve oksijenleme prosedürünün o numuneler için uygun olmadığı şeklinde yorumlanabilir.

6. KAYNAKLAR

Antipov,E.V., Loureiro,S.M., Chaillout,C., Capponi,J.J., Bordet,P., Tholence, J.L., Putilin,S.N., Marezio,M., Physica C, 215 (1993), p. 1

Aydiner, A., Çakır, B., Seki, H., Başoğlu, M., Wongsatanawarid, A., Murakami, M. ve Yanmaz, E. The effect of Y₂O₃ buffer layer on the magnetic properties of melt-processed YBCO superconductor. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 24, 5, 1397-1401. (2011).

Bardeen J., Cooper L. N. and Schrieffer J. R. Theory of Superconductivity. Phys. Rev. 108: 1175-1204.(1957)

Bednorz J.G. and Müller K. A. Possible High T_c Superconductivity in The Ba-La-Cu-O System. Z. Phys. B 64: 189-193. (1986).

Capponi, J.J., Kopnin, E.M., Loureiro, S.M., Antipov, E.V., Gautier, E., Chaillout, C., Souletie, B., Brunner, M., Tholence, J.L., Marezio, M., Physica C, 256 , p. 1, (1996).

Ginzburg, V.L. and Landau, L.D., On the theory of superconductivity. Soviet Physics Journal Experimental and Theoretical Physics, 20, 1064. (1950).

Gor'kov, L.P., Microscopic Derivation of The Ginzburg-Landau Equations in The Theory of Superconductivity, Institute for Physical Problems, Academy of Sciences, U.S.S.R. Submitted to JETP editor February 3, 1959 J. Exptl. Theoret. Phys. (U.S.S.R.) 36, 1918-1923 (June, 1959)

Hazen, R.M., Finger, L.W., Angel, R.J., Prewitt, C.T., Ross, N.L., Hadjilacos, C.G., Heaney, P.J., Veblen, D.R., Sheng, Z.Z., El Ali A., Hermann, A.M., 100-K superconducting phases in the Tl-Ca-Ba-Cu-O system, Phys Rev Lett, Apr 18;60(16):1657-1660. (1988)

Hosono H., Kamihara Y., Watanabe T. ve Hirano M. Iron-based layered superconductor La[O_{1-x}F_x]FeAs (x=0.05-0.12) with T_c 26 K. American Chemical Society 130, 11, 3296-3297. (2008).

<https://doi.org/10.1098/rsnr.2013.0047>

<https://en.wikipedia.org/wiki/Superconductivity#>

Khorramshahi, M., & Mohammadzadeh, M., Y₃Ba₅Cu₈O_x Superconductor Under Hydrostatic Pressure. Journal of Low Temperature Physics. 203. 10.1007/s10909-021-02583-x. (2021).

London, F. and London, H.,. Alternating current losses in superconductors of the second kind. Proceedings of the Royal Society A, 149, 71. (1935).

Ma K. B., Postrekhin Y. V. and Chu W. K. Superconductor and Magnet Levitation Devices. Rev. Sci. Instrum. 74: 4989-5017. (2003).

Maeda, H., Tanaka Y., Fukutomi, M. and T., Asano , A New High- T_c Oxide Superconductor without a Rare Earth Element, Japanese Journal of Applied Physics, Volume 27, Number 2A (1988).

Mankowsky, R., Subedi A., Först M., Mariager S. O., Chollet M., Lemke H. T., Cavalleri A. Nonlinear lattice dynamics as a basis for enhanced superconductivity in YBa₂Cu₃O_{6.5}. Nature, 561, 71-73. (2014).

Meissner W.H., and Ochsenfeld, R., Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit. Naturwiss 21: 787-788. (1933).

Michel,C., Hervieu,M., Borel,M.M., A., Grandin, Deslandes, F., Provost,J., and Raveau, B., Superconductivity in the Bi- Sr- Cu- O System, Z. Phys. B - Condensed Matter 68, 421-423 (1987)

Murakami M., Yoo S.I., Higuchi T., Sakai N., Weltz J., Koshizukza N. and Tanak S., Flux Pinning in Melt-Grown NdBa₂Cu₃O_y and SmBa₂Cu₃O_y Superconductors. Jpn. J. Appl. Phys. 33: L715-717. (1994)

Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. ve Akimitsu, J. superconductivity at 39 K in magnesium diboride. Nature, 410, 63-64. (2001).

Onnes, H.K., Superconductivity and Magnetizm, Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden, 119. (1911).

Putilin,S.N. Antipov, E.V., Chmaissem, O., Marezio, M., Nature, 362, p. 226 (1993),

Putilin,S.N., Antipov, E.V., Marezio, M., Physica C, 212, p. 266 (1993)

Schilling, A., Cantoni, M., Guo, J.D., Ott, H.R., Nature, 363 , p. 56. (1993).

Sheng, Z. Z. & Hermann, A. M., Superconductivity in the rare-earth-free Tl–Ba–Cu–O system above liquid-nitrogen temperature, *Nature* volume 332, pages55–58 (1988).

Shlyk L., Schüpp B., Krabbes G., Nenkov K. and Fuchs G. Microstructure and Superconducting Properties of Melt-processed YBCO with Periodic Morphology. Physica C 406: 107-114. (2004)

- Wang R., Ren H., Xiao L., He Q., Wang C. and Yu D. Microstructure of An MTG $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Superconductor. *Supercond. Sci. Technol.* 3: 344-346. (1990).
- Wu, M.K., Ashburn, J.R., Torng, C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z. J., Wang, Y.Q. and Chu, C.W., Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure, *Phys. Rev. Lett.* 58, 908 – Published 2 March 1987
- Yamaguchi K., Murakami, M., Fujimoto H., Gotoh S., Oyama T., Shiohara Y., Koshizuka N. and Tanaka S. Microstructures of The Melt-Powder-Melt-Growth Processed YBaCuO . *J. Mater. Res.* 6: 1404-1407. (1991)
- Yoo S. I., Sakai N., Takaichi H., Higuchi T. and Murakami M. Melt Processing for Obtaining $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Superconductors with High T_c and Large J_c . *J. Appl. Phys.* 65: 633-635. (1994)
- Yu Z. M., Zhang C. P., Xiong X. M., Wang J. R., Feng Y. and Zhou L. Improvement of Superconducting Properties by Y-211 Particle Size and Oxygenation Temperature Control for Bulk Y-Ba-Cu-O. *Physica C* 386: 236-240. (2003)
- Zanota A., Kvam E. P., Balkin D. and McGinn P. J. Crystalline Linkage and Defect Structures in Bulk Zone Melt-Textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Observed by Transmission Electron-Microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 62: 2722-2724. (1993)
- Zeng R., Murashov V., Beales T. P., Liu H. K. and Dou S.X. High Temperature Superconducting Magnetic Levitation Train. *Appl. Supercond.* 5: 201-204. (1997)
- Zhao Y., Han S.H., Zhang H., Choi C.H. Reduction of Y_2BaCuO_5 Particle size in Melt-Textured $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ Crystals. *Physica C* 337: 106-110. (2000)
- Zhou L., Chen K., Wang K.G., Wu X.Z., Zhang P.X, Feng Y. Synthesis of Ultrafine Y_2BaCuO_5 Powder and its Incorporation into YBCO Bulk By Powder Melting Process. *Physica C* 363: 99-106. (2001).
- Zhou L., Zhang P.X, Ji P., Wang K., Wang J. and Wu X. The Properties of YBCO Superconductors Prepared by A New Approach- The Powder Melting Process. *Supercond. Sci. Technol.* 3: 490-492. (1990).

- “ $Y_{1-x}Gd_xBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($x=0.0,0.1,0.3,0.5,0.7,1.0$) ve $Bi_2Sr_2Ca_{1-x}Ce_xCu_2O_8$ ($x=0.0,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0$) Yüksek Sıcaklık Süperiletken Sisteminin Elektriksel ve Manyetik Özelliklerini İncelenmesi” adlı ve “2004FEF003” nolu projede görev aldım. Bu proje Ağustos 2006 tarihinde tamamlanmıştır.
- “Kurşun ve alüminyum levhaların alfa, beta ve gama parçacıklarını soğurma katsayılarının ölçülmesi, lazer ışınlarının, mikrodalgaların dalga özelliklerinin incelenmesi” adlı ve “2002FEF005” nolu projede görev aldım. Bu proje Nisan 2004 tarihinde tamamlanmıştır.