



**ÇOK DUVARLI KARBON NANOTÜP KATKILI MgB₂
SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL, MANYETİKSEL VE YAPISAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Naki KAYA

**DOKTORA TEZİ
FİZİK ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

HAZİRAN 2020

Naki KAYA tarafından hazırlanan “ÇOK DUVARLI KARBON NANOTÜP KATKILI MgB_2 SÜPERİLETKENİNİN ELEKTRİKSEL, MANYETİKSEL VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Fizik Ana Bilim Dalında DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Haluk KORALAY

Fizik Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Başkan: Prof. Dr. Ziya MERDAN

Fizik Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Üye: Prof. Dr. Sefer Bora LİŞESİVDİN

Fizik Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Üye: Prof. Dr. Nihat TUĞLUOĞLU

Enerji Sistemleri Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Giresun
Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Üye: Doç. Dr. Serap SAFRAN

Fizik Ana Bilim Dalı, Ankara Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

.....

Tez Savunma Tarihi: 08/06/2020

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Doktora Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Sena YAŞYERLİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Naki KAYA

08/06/2020

ÇOK DUVARLI KARBON NANOTÜP KATKILI MgB_2 SÜPERİLETKENİNİN
ELEKTRİKSEL, MANYETİKSEL VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

(Doktora Tezi)

Naki KAYA

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Haziran 2020

ÖZET

Bu çalışmada ülkemiz için stratejik bir öneme sahip olan bor elementi ile elde edilen ve teknolojik açıdan çok geniş ölçekli bir kullanım alanına sahip olan magnezyum diborür, % 0, 1, 2, 3, 4 oranında çok duvarlı karbon nanotüp katkılanması ile klasik katıhâl reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Stokiyometrik oran ile karıştırılan tozlar belirli bir basınç altında tabletler hâline dönüştürülerek, kapalı ortamda 650 °C’de 1 saat boyunca argon atmosferinde fırınlanmıştır. Elde edilen numunelerin yapısal, elektriksel ve manyetiksel özellikleri incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda, elde edilen numunelerde MgB_2 ’ye ait karakteristik piklerin keskin bir şekilde görüldüğü, tüm numunelerin diyamanyetik karaktere sahip olduğu, numunelerin mikrosertlik özelliklerini en iyi açıklayan modelin çentici kaynaklı yarılma modeli olduğu, tüm numunelerin çentik boyut etkisi davranışı sergilediği saptanmıştır. Ayrıca çok duvarlı karbon nanotüp katkılamanın kritik geçiş sıcaklığını düşürdüğü ve kritik akım yoğunluğunu arttırdığı görülmüş olup dielektriksel açıdan ise çok duvarlı karbon nanotüp katkısının MgB_2 üzerinde kapasitans etkisini azaltıp iletkenlik özelliğini arttırdığı saptanmıştır.

Bilim Kodu : 20206
Anahtar Kelimeler : Çok duvarlı karbon nanotüp, MgB_2
Sayfa Adedi : 105
Danışman : Prof. Dr. Haluk KORALAY

INVESTIGATION OF ELECTRICAL, MAGNETIC AND STRUCTURAL
CHARACTERISTICS OF MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE ADDITIVE MgB_2
SUPERCONDUCTOR

(Ph. D. Thesis)

Naki KAYA

GAZİ UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

June 2020

ABSTRACT

In this study, magnesium diboride, which is obtained with the boron element, which has a strategic importance for our country, and has a very large-scale usage area, was produced by using classical solid state method with the addition of 0, 1, 2, 3, 4 % multi-walled carbon nanotube. The powders mixed with stoichiometric ratio were converted into tablets under certain pressure and baked in argon atmosphere at 650 °C for 1 hour in a closed environment. Structural, electrical and magnetic properties of the samples obtained were analyzed. As a result of the examinations, it has been determined that the characteristic peaks of MgB_2 are seen sharply in the samples obtained, that all samples have diamagnetic character, the approach that best explain the microhardness properties of the samples is indentation induced cracking approach, and all samples exhibit indentation size effect behavior. In addition, it has been observed that multi-walled carbon nanotube admixture decreases the critical transition temperature and increases the critical current density, and dielectrically, it has been determined that multi-walled carbon nanotube admixture reduces the capacitance effect on MgB_2 and increases its conductivity feature.

Science Code : 20206
Key Words : Multi-walled carbon nanotube, MgB_2
Page Number : 105
Supervisor : Prof. Dr. Haluk KORALAY

TEŞEKKÜR

Tez çalışması boyunca engin bilgilerini benden esirgmeden paylaşan, akademik çalışmalarında önümde ışık tutan, tüm imkânlarını hiç tereddüt etmeden öğrencileri için feda edebilen saygıdeğer bilim insanı değerli danışmanım Prof. Dr. Haluk KORALAY Hoca'ma;

Deneysel çalışma ortamı ve karakterizasyon laboratuvarlarını rahatça kullanmamıza olanak sağlayan, Sayın Prof. Dr. Şükrü ÇAVDAR, Sayın Prof. Dr. Ali GENCER, Sayın Doç. Dr. Serap SAFRAN, Sayın Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK, Sayın Prof. Dr. Nihat TUĞLUOĞLU, Sayın Dr. Öğr. Üyesi Elif AŞIKUZUN Hocalarıma;

Bilimsel çalışma heyecanını yaşam biçimi hâline getirip bu heyecanı bana da aşılayan değerli yüksek lisans tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Kemal DELİHACIOĞLU Hoca'ma;

Karakterizasyon basamağında desteklerini esirgemeyen Sayın Murat ARTUÇ'a;

Laboratuvar arkadaşlarım, Gökhan KILIÇ, Selçuk İZMİRLİ, Çağrı Öcal BARIŞ ve Yusuf ÖZNAL'a;

Maddi ve manevi imkânları ile hep yanımda olan saygıdeğer annem, babam ve kardeşlerime, ayrıca tez çalışma sürecim boyunca manevi desteğini hep hissettiren sevgili eşim Yeşim KAYA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER	3
2.1. Karbon Nanotüpler ve Uygulama Alanları	3
2.2. Süperiletkenlik ve Temel Kavramlar	7
2.2.1. Elektriksel direnç	7
2.2.2. Kritik geçiş sıcaklığı	9
2.2.3. Kritik manyetik alan.....	10
2.2.4. Kritik akım yoğunluğu	10
2.2.5. Nüfuz derinliği	11
2.2.6. Eşyuum uzunluğu.....	13
2.2.7. Meissner etkisi	14
2.2.8. I. Tip ve II. Tip süperiletkenler	15
2.2.9. Ginzburg-Landau Teorisi	16
2.2.10. London teorisi	16
2.2.11. BCS (Bardeen, Cooper, Schrieffer) Teorisi	18
2.3. Magnezyum Diborür	18

	Sayfa
2.3.1. MgB ₂ 'nin keşfi ve avantajları	18
2.3.2. MgB ₂ 'nin kristal yapısı	20
2.3.3. MgB ₂ 'nin İzotop Etkisi	21
2.3.4. MgB ₂ 'nin eşyuyum uzunluğu	22
2.3.5. MgB ₂ 'de anizotropi.....	23
2.4. Dielektrikler.....	23
2.4.1. Dielektrik kutuplanma.....	23
2.4.2. Dielektrik karakteristikler	25
2.5. Literatür özeti	26
3. DENEYSEL YÖNTEMLER.....	35
3.1. Numune Hazırlama.....	35
3.2. X-ışını Kırınım Analizi	36
3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	38
3.4. Mikrosertlik Ölçümü	40
3.4.1. Meyer kanununa göre sertlik ölçümü.....	42
3.4.2. Orantılı numune direnci modeline göre sertlik ölçümü	43
3.4.3. Hays-Kendall yaklaşımına göre sertlik ölçümü	43
3.4.4. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre sertlik ölçümü.....	44
3.4.5. Çentici kaynaklı yarıma modeline göre sertlik ölçümü	45
3.5. Manyetizasyon Ölçümü.....	45
3.6. Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı	49
3.7. Sıcaklığa Bağlı Elektriksel Direnç Ölçümü	49
3.8. Dielektrik Ölçüm Yöntemi.....	52
4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME	53
4.1. Numunelerin Hazırlanması.....	53

Sayfa

4.1.1. Bor, magnezyum ve karbon nanotüplerin tartımı ve tartılan tozların karıştırılması.....	54
4.1.2. Karıştırılan tozların tablet hâline dönüştürülmesi	57
4.1.3. Elde edilen tabletlerin fırınlanması	58
4.1.4. Numunelerin analizler için hazırlanması	60
4.2. X-ışını Kırınımı Ölçüm Sonuçları.....	60
4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçüm Sonuçları	65
4.4. Mikrosertlik Analiz Sonuçları	72
4.4.1. Meyer kanununa göre mikrosertlik analizi sonucu	74
4.4.2. Orantılı numune direnci modeline göre mikrosertlik analizi sonucu.....	76
4.4.3. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre mikrosertlik analizi sonucu	78
4.4.5. Hays-Kendall yaklaşımına göre mikrosertlik analizi sonucu	79
4.4.6. Çentici kaynaklı yarıma modeline göre mikrosertlik analizi sonucu.....	81
4.7. Sıcaklığa Bağlı Elektriksel Direnç Ölçüm Sonucu	82
4.5. Dış Manyetik Alana Karşı Gösterilen Manyetik Tepki Ölçüm Sonucu.....	84
4.6. Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplama Sonuçları	85
4.8. Dielektrik Ölçüm Sonuçları.....	86
5. SONUÇLAR.....	89
KAYNAKLAR	97
ÖZGEÇMİŞ	105

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Bazı bileşik ve elementlerin kritik geçiş sıcaklıkları	9
Çizelge 2.2. Bor ve magnezyumun bazı fiziksel özellikleri	21
Çizelge 2.3. α' nın maddeden maddeye gözlenen değerleri	22
Çizelge 4.1. Elde edilen numunelerin örgü parametreleri	64
Çizelge 4.2. Tüm numuneler için hesaplanan mikrosertlik parametreleri	73
Çizelge 4.3. Meyer kanununa göre deneysel verilerden elde edilen parametreler	75
Çizelge 4.4. Orantılı numune direnci modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler	77
Çizelge 4.5. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler	79
Çizelge 4.6. Hays-Kendall yaklaşımına göre deneysel verilerden elde edilen parametreler	80
Çizelge 4.7. Çentici Kaynaklı Yarıлма modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler	81
Çizelge 4.8. Elde edilen numunelere ait geçiş sıcaklık değerleri ilişkisi	83
Çizelge 5.1. Elde edilen MgB_2 numunelerine ait h-k-l düzlemleri ve bunlara karşılık gelen 2θ açıları	91

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Tek duvarlı zigzag, koltuk ve kiral yapı nanotüplerin şematik gösterimi	4
Şekil 2.2. a) Tek duvarlı karbon nanotüpün şematik gösterimi b) Çok duvarlı karbon nanotüpün şematik gösterimi	5
Şekil 2.3. Metal, süperiletken ve yarıiletken e ait sıcaklığa bağı elektriksel direnç değışimi	8
Şekil 2.4. Bir süperiletkende sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğı arasındaki ilişki	11
Şekil 2.5. Manyetik alanının, numune yüzeyinden x uzaklığı ile değışimi	12
Şekil 2.6. 1.tip ve 2.tip süperiletkenlerde numune sınırındaki eşuyum uzunluğı ve nüfuz derinliğı	13
Şekil 2.7. 1. Tip ve 2. Tip süperiletkenlere ait faz diyagramları.....	15
Şekil 2.8. MgB ₂ 'ye ait XRD deseni	19
Şekil 2.9. MgB ₂ 'nin kristal yapısı.....	20
Şekil 2.10. Dielektrik malzemede elektrik alansız ve elektrik alan uygulamalı polar molekül tepkileri	24
Şekil 2.11. Kompleks dielektrik sabitinin gerçel (ϵ') ve sanal (ϵ'') bileşenlerinin frekans bağı değışimi.....	26
Şekil 3.1. X-ışını kırınım ölçerinin şematik olarak çalışma prensibi.....	37
Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimi	39
Şekil 3.3. Mikrosertliğı test yüküne göre değışimi	41
Şekil 3.4. Manyetik malzemelerin dipol düzenleri	47
Şekil 3.5. VSM sisteminin şematik gösterimi.....	48
Şekil 3.6. Herhangi bir süperiletkene ait direnç-sıcaklık grafiğı	50
Şekil 4.1. Farklı sıcaklıklarda üretilen MgB ₂ numunelerine ait x-ışını kırınımı grafiğı.....	61
Şekil 4.2. Elde edilen numunelere ait x-ışını kırınımı grafiğı.....	62
Şekil 4.3. Vickers yöntemine göre numunelere ait mikrosertlik değıerlerinin uygulanan yük ile değışim grafiğı	72

Şekil	Sayfa
Şekil 4.4. Meyer kanununa göre numunelerin $\ln F$ - $\ln d$ grafiği.....	75
Şekil 4.5. Orantılı numune direnci modeline göre numunelerin F/d - d grafiği	76
Şekil 4.6. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre numunelerin $F^{1/2}$ - d_p grafiği.....	78
Şekil 4.7. Hays-Kendall yaklaşımına göre numunelerin F - d^2 grafiği.....	80
Şekil 4.8. Çentici Kaynaklı Yarılma modeline göre numunelerin $\ln(H_V)/\ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiği.....	81
Şekil 4.9. Numunelere ait sıcaklığa karşı elektriksel direnç değişim grafiği.....	83
Şekil 4.10. Numunelere ait manyetik alana karşı manyetik moment değişim grafiği	84
Şekil 4.11. Numunelere ait manyetik alana karşı kritik akım yoğunluğu değişimi grafiği	86
Şekil 4.12. Numunelerin 0 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği	87
Şekil 4.13. Numunelerin -5 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği.....	87
Şekil 4.14. Numunelerin 5 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği	88

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. Taramalı elektron mikroskobu.....	39
Resim 3.2. Mikrosertlik cihazı.....	41
Resim 3.3. Sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümü için hazırlanan numune	51
Resim 3.4. Soğutucu üniteli direnç ölçüm cihazı	51
Resim 3.5. LCR Meter ST 2826 cihazı.....	52
Resim 4.1. Hassas tartı.....	55
Resim 4.2. Otomatik karıştırıcı.....	55
Resim 4.3. Agat havanda elle karıştırma	56
Resim 4.4. Toz hâldeki karışım	57
Resim 4.5. a) Manuel presleme aleti b) Tablet kalıpları.....	57
Resim 4.6. Elde edilen tablet	58
Resim 4.7. Herbir tabletin tantalyum folyoya sarılması	59
Resim 4.8. Yatay fırın.....	59
Resim 4.9. a) Struers Accutom-5 marka kesim cihazı b) Kesilmiş hâldeki numuneler	60
Resim 4.10. X-ışını kırınım ölçer cihazı.....	61
Resim 4.11. Çok duvarlı karbon nanotüplerin SEM fotoğrafları.....	66
Resim 4.12. Katkısız MgB ₂ 'nin SEM fotoğrafları.....	66
Resim 4.13. 0 numunesine ait SEM fotoğrafları.....	67
Resim 4.14. 1 numunesine ait SEM fotoğrafları.....	68
Resim 4.15.2. numunesine ait SEM fotoğrafları.....	69
Resim 4.16. 3 numunesine ait SEM fotoğrafları.....	70
Resim 4.17. 4 numunesine ait SEM fotoğrafları.....	71
Resim 5.1. Numunelere ait SEM fotoğrafları	92

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

d_e

Açıklamalar

Elastik deformasyon

d_p

Plastik deformasyon

F

Uygulanan yük

H

Dış manyetik alan

H_v

Vickers sertlik değeri

T_c

Kritik geçiş sıcaklığı

J_c

Kritik akım yoğunluğu

Kısaltmalar

Açıklamalar

SEM

Scanning electron microscopy

XRD

X-ray diffraction

VSM

Vibrating sample magnetometer

1. GİRİŞ

Her geçen gün gerçekleşen toplumsal yaşantının hızlı değişimi beraberinde de yeni teknolojilere ihtiyacı doğurmaktadır. İnsanoğlunun aktarımsal bilgi birikimi, her tarihsel dönemin kendisine has birtakım teknolojileri geliştirdiğini göstermektedir. Mağara duvarlarına çizilen resimler için kullanılan sivriltilmiş spatulalardan 3D yazıcılara, tekerleğin ilk kullanılışından yüksek hızlı trenlere değin, bu gelişim büyük bir yelpazeye sahiptir. Teknolojinin etkinliği açısından bu gelişim, çağın yaşam koşulları ile beraber düşünüldüğünde, üretilecek ürünün fiziksel boyutuyla da doğrudan ilişkilendirilmektedir. Nanoteknolojide boyut nano mertebelere kadar inmiştir ki bu durum araştırmacılara oldukça küçük boyutlarda çalışabilme imkânı sunmuştur.

Günümüzde elektronik aletlerden, tekstil sektörüne, savunma sanayisinden, tıp çalışmalarına kadar birçok sahada nanoteknoloji kullanılmaktadır. Nanoteknolojinin uygulama alanlarından birisi de karbon nanotüplerdir. Karbon nanotüplerin olumlu fiziksel özelliklerinden ötürü karbon nanotüpler üzerine bazı çalışmalar yoğunlaşmıştır. Buna paralel olarak karbon nanotüplerin sentezlenme teknikleri de gelişmiştir. Günümüzde yoğun olarak karbon nanotüplerin sentezleme yöntemlerinden, ark boşalım, lazer aşındırma ve kimyasal buhar biriktirme yöntemleri ile kullanılmaktadır [1].

1950'li yılların başlarında beri bilinmesine rağmen 2001 yılında süperiletkenlik özelliği saptanan MgB_2 bileşiği basit kristal yapısı, elde edilme kolaylığı, maliyetinin nispeten ucuzluğu, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyi olması gibi olumlu özelliklerinden ötürü birçok çalışmanın konusu olmuştur [2]. Ülkemiz açısından dünya rezervleri arasında en üst sırada olan bor elementinin MgB_2 bileşiğini oluşturmada kullanılması, bizler için ayrı bir önem taşımaktadır.

Bu çalışmada MgB_2 , katkısız ve çok duvarlı karbon nanotüp katkılı olacak şekilde üretilmiştir. Karbon nanotüp katkı oranı % 0, 1, 2, 3 ve 4 olacak şekilde belirlenip stokiyometrik oran hesabına bağlı kalınarak bor, magnezyum ve çok duvarlı karbon nanotüp tartılıp belli süre karıştırılmıştır. Karışım hâldeki tozlar belli basınç altında tablet hâle dönüştürülerek argon gazı altında kapalı ortamda fırınlanmıştır. Elde edilen MgB_2 bileşiğinin yapısal, manyetiksel ve elektriksel özellikleri incelenmiştir.

Bu tezin birinci bölümünde genel bir bakış açısı ile birtakım bilgileri verilmiştir. İkinci bölümde kuramsal kısım olarak tezde var olan bilgiler temel düzeyde açıklanmıştır. Üçüncü bölümde çalışmada kullanılan deneysel yöntem ve analiz yöntemleri hakkında bilgiler verilmiştir. Dördüncü bölümde deney basamakları ve deneysel bulgular anlatılmıştır. Beşinci bölümde ise sonuçlara yer verilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Karbon Nanotüpler ve Uygulama Alanları

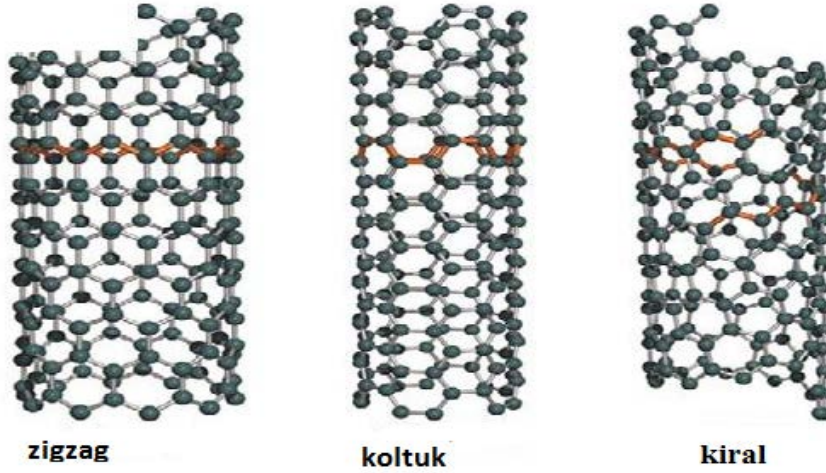
Canlı yapılarda var olan tüm organik bileşikler içeriklerinde karbon atomlarını barındırırlar. Genetik materyallerimiz olan DNA'dan RNA'lara, tüm vücut yapımızdan hücrelerimize ve proteinlere kadar organik olarak adlandırılan tüm yapılarda karbon elementi bulunmaktadır. Karbon elementi doğrudan elementel olarak ya da dolaylı olarak bir organik bileşiğin içerisinde bulunması hâli ile tıptan biyomühendisliğe, nanoteknolojiden tekstile, otomotiv sanayisinden enerji sistemlerine kadar birçok farklı sahada kullanılmaktadır [3]. Karbon elementinin atomlarının uzayda farklı şekillerde dizilerek farklı geometrilere yapılar oluşturmaları yani çok sayıda allotropunun bulunması, karbonu diğer birçok elemente kıyasla daha kullanılabilir hâle getirmektedir [4]. Öyle ki hâli hazırda nano yapılar üzerinde yapılan çalışmaların çoğu karbon temelli malzemelerden oluşmaktadır. Elmas, grafit, camsı karbon, siyah karbon, karbinler, karbolitler, amorf karbon ve sıvı karbon, karbon esaslı yapıların genel olarak gruplarıdır.

Karbon nano yapılar karbon toparlar, karbon tüpler, karbon çubuklar ve karbon halkalar olarak sınıflandırılırlar. 1991 yılında Sumio Iijima tarafından keşfedilen karbon nanotüpler yapısal, mekanik, elektriksel ve termal iletkenlik gibi olumlu özelliklere sahiptir [5]. Bu gibi özelliklerinden dolayı karbon nanotüpler, nanoteknolojik çalışmalarda diğer karbon nano yapılarından daha fazla tercih edilmektedir. Karbon nanotüpler teknolojik cihazların yanı sıra, kanserli hücrelerin tespiti, ilaç sanayi ve genetik çalışmalar gibi tıp sahasında da etkin bir biçimde kullanılmaktadırlar.

Karbon nanotüpler, yuvarlanmış katmanlı karbon atomu tabakalarından (grafen) oluşan silindirik moleküllerdir. Karbon nanotüpler güçlü bir kimyasal bağ ile bağlandığından, elektriksel ve termal iletkenlikleri yüksek, mekaniksel olarak dayanıklı ve düşük ağırlıklı olarak üretilebilmektedirler. Çap ölçüleri ve katman sayılarına göre, tek duvarlı ya da çok duvarlı karbon nanotüpler olarak adlanmaktadırlar. Silindirik sarım şekline bağlı olarak tek duvar karbon nanotüpler; koltuk, kiral ve zikzak gibi üç farklı formda bulunur.

Tek duvarlı bir karbon nanotüp yapısı, kiral vektörü tanımlayan ve doğrudan nanotüplerin elektriksel özellikleri üzerinde bir etkiye sahip olan bir çift (n, m) katsayıları ile karakterize edilirler.

Şöyle ki; $m=0$ ise yapı zigzag nanotüp, $n=m$ ise yapı koltuk nanotüp ve bu iki durumun dışında olan durumlar ise kiral nanotüp yapıları olarak adlanırlar. Şekil 2.1.'de bu üç yapı şematik olarak gösterilmektedir ve Şekil 2.2. tek duvarlı ve çok duvarlı karbon nanotüpün şematik gösterimidir [6].

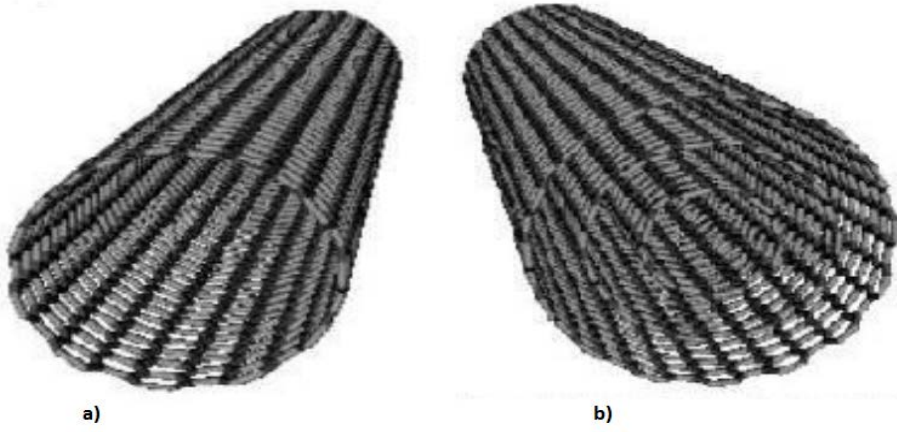


Şekil 2.1. Tek duvarlı zigzag, koltuk ve kiral yapı nanotüplerin şematik gösterimi

Tek katmanlı karbon nanotüpler, uzun bir içi boş tüp oluşturmak için yuvarlanmış grafen tabakalarıdır. Mekanik açıdan esnekliği fazladır ve kolayca bükülebilirler. Fakat her malzemede olduğu gibi bu yapılarda da bükülmeye dayanabilecekleri belli bir kuvvet sınır değerleri vardır. Bu değer üzerinde bir kuvvet uygulandığı takdirde, karbon nanotüplerde onarımı mümkün olmayan deformasyonlar oluşabilmektedir.

Tek katmanlı karbon nanotüpler saflık dereceleri düşük ve tek bir grafen tabakasından oluşmasına rağmen, atmosferik ortamda kontrollü olarak üretilmesi oldukça zordur. Çevresel kontaminasyonlara maruz kalmaması açısından kapalı sistemlerde üretilmesi daha uygundur. Çok katmanlı (duvarlı) karbon nanotüpler ise birden fazla eş merkezli tabakadan meydana gelmiştir. Bu yapılar elektriksel ve ısı olarak oldukça iyi iletkenlerdir.

Karbon nanotüpler birçok malzemeye entegre edilebilir ve kullanım alanları yaygındır. Fiziksel olarak bir kuvvet uygulanıp gerilmeye tabi tutulduklarında mekanik dirençleri oldukça fazladır.



Şekil 2.2. a) Tek duvarlı karbon nanotüpün şematik gösterimi b) Çok duvarlı karbon nanotüpün şematik gösterimi

Karbon nano tüplerin keşfedilen olumlu yönlerinden sonra, karbon nanotüp sentezleme yöntemleri de geliştirilmeye çalışılmıştır. Gaz fazı işlemleri içeren karbon nanotüp yapılarını üretmek için birkaç yöntem geliştirilmiştir. Bu kapsamda kullanılan yöntemler, ark boşalım yöntemi, lazer aberasyon yöntemi ve kimyasal buhar biriktirme yöntemidir.

Her bir karbon nanotüp üretim yönteminin kendisine has olumlu ya da olumsuz özellikleri mevcuttur. Kullanım yoğunluğu açısından bakıldığında da, yüksek sıcaklıklarda karbon nanotüp üretim yöntemlerinden lazer aberasyon ve ark boşalım yöntemleri, 800 °C' nin altında üretim imkânı veren kimyasal buhar biriktirme yöntemine yerini devretmiş durumdadır.

Tarihsel akış içerisinde bakıldığında, ilk kullanılan yöntem ark boşalım yöntemidir. Diğer karbon nanotüp sentez yöntemlerine kıyasla, yapısal kusur oluşturmamak için oldukça yüksek sıcaklıklarda uygulanabilmektedir. Genel olarak çok katmanlı karbon nanotüp üretiminde katalizör öncülleri kullanılmadan, tek katmanlı karbon nanotüp üretiminde ise katalizör öncülleri kullanılarak gerçekleşir. Ark boşalım yönteminin en büyük avantajı çok miktarda karbon nanotüp üretim imkânı sağlaması iken, en büyük dezavantajı ise üretilen karbon nanotüplerin geometrik açıdan sıralanma zorluğudur. Bir diğer dezavantaj ise reaksiyon için kullanılan metal katilizörden dolayı oluşabilecek safsızlık durumlarıdır.

Bir diğerkarbon nanotüp sentezleme yöntemi ise lazer aberasyon yöntemidir. Bu yöntemin temel prensibinde, karbon kaynağı olarak belirli oranlarda metal içeren grafitin yüksek sıcaklıklarda karbon nanotüp formuna dönüştürmek vardır. Bu yöntemde üretilen malzemede yapı kusurlarının artmaması ve istenilen karbon nanotüplerin elde edilmesi için, sıcaklık değeri 900 °C altına inmemelidir. Çünkü 900 °C'nin altında yapı kusurları artmaktadır ve buna ek olarak da 200 °C'nin altındaki sıcaklıklarda da karbon nanotüpler oluşmamaktadır [7].

Ark boşalım yöntemi ile karşılaştırıldığında, lazer aşındırma yönteminde karbon nanotüp oluşumu çok daha fazla görülmektedir ve amorf karbon yapılarının oluşma oranı daha azdır. Ancak lazer aşındırma yöntemi ark boşalım yöntemine göre uygulama maliyetleri daha yüksek bir yöntemdir. Bu yöntemin temel avantajı, nispeten yüksek verim ve düşük safsızlıktır. Dezavantajı ise, elde edilen karbon nanotüplerin, geometrik açıdan düzgün olma zorluğu, bir miktar yapı içerisinde dallanmaların olmasıdır.

Oldukça sık kullanılan bir diğerkarbon nanotüp üretim yöntemi ise kimyasal buhar biriktirme yöntemidir. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi, karbon nanotüplerin farklı malzemeler üzerinde büyümesini sağlar ve bir hidrokarbonun bir alt taş üzerindeki kimyasal parçalanması temeline dayanmaktadır. Esas olarak ark boşalım yönteminin uygulanma mantığı ile oldukça benzemesine rağmen bu yöntemde karbon nanotüplerin metal hedefe temas etmesi söz konusudur. Bu sayede yapı üzerinde karbon nanotüpler büyüdüğü gibi, metal yapı karbonla tamamen katkılanabilmektedir.

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi, diğerkarbon nanotüp oluşturma yöntemlerine kıyasla birçok avantaja sahiptir. Homojen yapı elde edilebilmesi, karbon nanotüp üretim veriminin yüksek olması (%70), gaz akış hızı, sıcaklık, deney süresi, hidrokarbon kaynağın belirlenmesi gibi deney şartlarının araştırmacı tarafından tayin edilebilmesi, diğerkarbon nanotüp üretim yöntemlerine kıyasla üretim maliyetleri daha düşük olması, hem tek duvarlı, hem de çok duvarlı karbon nanotüp üretimi için elverişli olması kimyasal buhar biriktirme yönteminin avantajlarından bazılarıdır [8].

Reaksiyon süresi, reaksiyon sıcaklığı, karbon kaynağı olarak kullanılan gazın ve inert gazın akış hızı, karbon nanotüp sentezinin şartlarını optimize etmek ve kaliteli bir üretim yapmak maksadı ile oldukça önemli parametrelerdir [9].

Kimyasal buhar biriktirme yönteminin temeli, karbonca zengin gazların yüksek sıcaklıklarda metal katalizörleri varlığında pirolizi ve açığa çıkan parçalanma ürünlerinin karbon nanotüpe dönüştürülmesidir [10]. Yani kimyasal buhar biriktirme yöntemi, hidrokarbon içeren gazın katalizör üzerinde birikimi olarak adlandırılabilir. En çok kullanılan hidrokarbon türleri asetilen ve etilendir. Bu gazlar 550–750 °C arasında tüp reaktörde dekompoze olurlar [11]. Kimyasal buhar biriktirme yönteminde Fe, Ni, Mg, Mn, Al, Zn, Cu veya Co gibi katalizörler kullanılır. Karbon yüksek sıcaklıklarda bu metaller içinde çözünmez ve nanotüp oluşturmak üzere çökeltme meydana gelir [12].

Karbon nanotüpler; boyutları ve elektriksel, mekanik, termal özellikleri gibi birçok olumlu fiziksel özelliklerinden dolayı, teknolojiye geniş bir kullanım alanına sahiptir. Karbon nanotüpler, kompozit malzemelerde, gaz sensörlerinde, biyoprop ve biyosensörlerde, yakıt hücrelerinde, lityum iyon pillerinde, kapasitörlerde, organik güneş pillerinde, lityum iyon pillerinde, süper kapasitör elektrotlarda, bataryalar ve kapasitörlerdeki elektrotlarda, elyaf ve kumaş gibi tekstil ürünlerinde, iletim hattı kablolarında ve daha birçok alanda kullanılmaktadır.

Karbon nanotüplerin burada bahsedilen ve bahsedilmeyen birçok çalışma sahası mevcuttur. Bu tez çalışmasında çok duvarlı karbon nanotüpler MgB_2 bileşiğinin mevcut fiziksel özelliklerini olumlu açıdan etkileyeceği düşüncesi ile kullanılmıştır.

2.2. Süperiletkenlik ve Temel Kavramlar

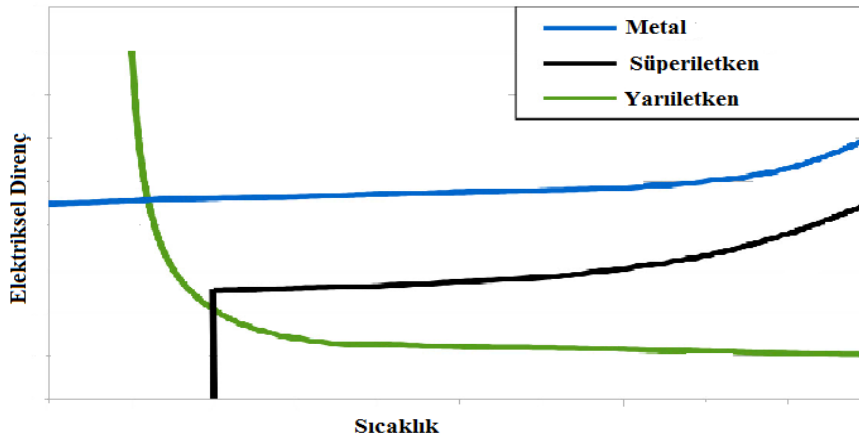
1908 yılında Onnes tarafından helyumun 4,2 K değerinde sıvılaştırılması ile başlayan süperiletkenlik çalışmaları, günümüzde oldukça farklı çalışma gruplarınca incelenmektedir. Teknolojik gelişmelerin büyük ölçüde enerji transferlerine dayandığı düşünüldüğünde, enerji transferinin kayıpsız gerçekleşmesinin önemi ön plana çıkmaktadır.

2.2.1. Elektriksel direnç

Herhangi bir malzemenin elektriksel iletkenliğinin anlaşılabilmesi için, malzemeden geçmeye çalışan elektrik akımının maruz kaldığı direncin bilinmesi gerekmektedir. Bir malzemede ilerleyen elektrik akımının maruz kaldığı elektriksel direnç, malzemenin öz

direnci, malzeme içerisindeki fonon titreşimleri ve malzemenin yapı kusurları ile bağlantılıdır. Genel olarak metaller düşünüldüğünde, metalin sıcaklığının artması, metal içerisinde enerjinin artmasına bağlı olarak titreşim hareketlerinin de artmasına sebep olacaktır. Metalde bulunan elektronlar ne kadar çok çarpışmaya maruz kalırsa ilerlemesini o kadar zor sürdürecektir. Dolayısı ile metallerde elektriksel iletim sıcaklığın artmasına bağlı olarak azalış gösterecektir. İletkenliği izah etmeye çalışan birçok model olsa da band modeli hem elektronları hem de iyonları dikkate aldığı için nispeten daha başarılı bir modeldir. Bu modele göre kabaca özetlenecek olursa; bir cismin iletken olabilmesi için elektron hareketi gerçekleşmelidir. Elektronun hareket etmesi içinde orbitalin tam dolu veya tam boş olmaması gerekmektedir. Elektriksel iletimin band diyagramına bağlı yorumu yapılacak olursa, valans bandı ve iletim bandı arası enerji boşluğu tartışılmalıdır. Öyle ki iletken maddelerde, valans bandı ile iletim bandı arasında enerji aralığı neredeyse yok gibi iken, yalıtkan maddede, bu aralık oldukça fazladır, yarıiletken maddelerde ise bu enerji aralığı nispeten yalıtkan ve iletken enerji aralığının ortasında bir değerdedir. İletim bandında olan elektronlar elektriksel iletimden sorumlu olduklarından yarıiletken maddeye belli bir eşik seviyesinde enerji verildiğinde valans bandında bulunan elektronlar iletim bandına taşınır ve elektriksel iletkenlik gerçekleşmiş olur.

Süperiletkenlerde ise iletkenlik mekanizması diğer malzemelerden farklıdır. Normal koşullar altında metal veya ametal özelliği gösteren malzeme, eğer süperiletken özellik taşıyorsa, belli bir sıcaklık ve manyetik alan değerinde elektriksel direncini neredeyse sıfıra düşürerek süperiletken özelliğe geçebilmektedir. Şekil 2.3. metal, süperiletken ve yarıiletkenine ait sıcaklığa bağlı elektriksel direnç değişimini gösteren grafik.



Şekil 2.3. Metal, süperiletken ve yarıiletkenine ait sıcaklığa bağlı elektriksel direnç değişimi

Şekil 2.3. incelendiğinde sıcaklığa karşı malzemelerin vermiş oldukları elektriksel direnç tepkileri gözlenmektedir. Bu şekil incelendiğinde metal malzeme için sıcaklığın artması ile beraber elektriksel direncinden arttığı görülmektedir. Yarıiletken malzemede ise metal malzemenin sıcaklığa karşı vermiş olduğu elektriksel direnç tepkisinin tersi bir elektriksel direnç tepkisi gözlenmektedir. Süperiletken malzemede sıcaklığın azalan değerinde elektriksel direncin azaldığı ve belli bir kritik sıcaklık değerinden sonra ise elektriksel direncin tamamen kaybolduğu görülmektedir.

2.2.2. Kritik geçiş sıcaklığı

Bir element ya da bileşik eğer doğasında süperiletkenlik özelliği var ise, belli bir manyetik alanda belli bir değere kadar soğutulduğunda elektriksel direncini sıfıra düşürür ve normal durumdan süperiletken duruma geçiş yapar. Bu eşik sıcaklık değeri T_c ile simgelenir ve kritik geçiş sıcaklığı olarak adlandırılır. Her süperiletkenin kendisine has bir kritik geçiş sıcaklığı vardır. Çizelge 2.1. Bazı bileşik ve elementlerin sahip oldukları kritik geçiş sıcaklıklarını vermektedir [13].

Çizelge 2.1. Bazı bileşik ve elementlerin kritik geçiş sıcaklıkları

Bileşik	T_c (K)	Element	T_c (K)
Nb ₃ Sn	18,05	Ga	1,08
Nb ₃ Ge	23,20	Al	1,20
Nb ₃ Al	17,50	Th	1,38
BSCCO (Bi-2234)	104,00	Cr	3,00
V ₃ Si	17,10	La	4,88
Rb ₂ CsC ₆₀	31,30	Hg	4,15
MgB ₂	39,00	Sn	3,72
C ₆ Li ₃ Ca ₂	11,15	Cd	0,52
C ₈ K	0,14	Ir	0,12
C ₈ KHg	1,40	Hf	0,13
FeSe	65,00	Ru	0,49
NaFeAs	20,00	Os	0,66
GdBCO	91,00	Zr	0,61
C ₆₀ K ₃	19,80	Mo	0,92
LaB ₆	0,45	Be	0,03

Çizelge 2.1. incelendiğinde her bir element ya da bileşiğin kendisine has bir kritik geçiş sıcaklığı değerinin olduğu anlaşılmaktadır. Aynı zamanda bazı element ya da bileşiklerin kelvin cinsinden oldukça küçük kritik geçiş sıcaklık değerine sahip olduğu, bazı bileşiklerin ise kelvin cinsinden oldukça yüksek kritik geçiş sıcaklık değerine sahip olduğu görülmektedir. Hem süperiletken faz halleri ile teknolojide malzemelerin kullanılabilir olması açısından soğutucu sistemlerin maliyetinin azaltılması hem de süperiletkenin daha yaygın kullanımı noktasından kritik geçiş sıcaklık değerinin kelvin cinsinden yüksek bir değerde olması istenilen bir durumdur.

2.2.3. Kritik manyetik alan

Kritik geçiş sıcaklığı altında bir sıcaklık değerinde süperiletkene belli bir manyetik alan uygulandığında, belli bir sınır değerine kadar süperiletkenlik özelliği korunabilirken belli bir eşik değerinden sonra süperiletkenlik özelliği olumsuz yönde etkilenir ve süperiletkenlik kaybolur. Manyetik alanın bu eşik değerine kritik manyetik alan denir. Kritik manyetik alan değeri Denklem 2.1.'de gösterildiği gibi sıcaklığa bağlı olarak hesaplanır.

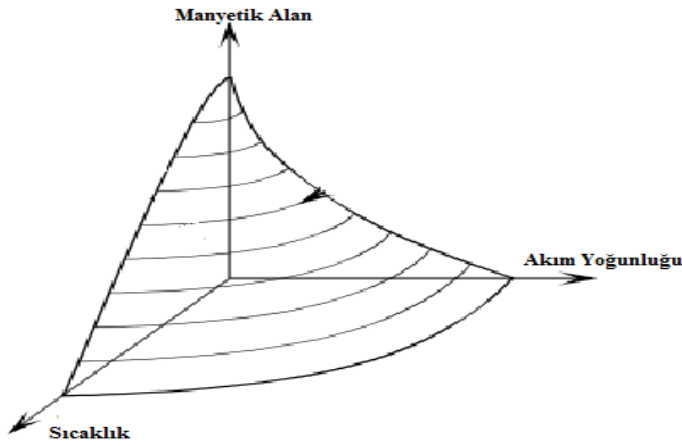
$$H_c T = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (2.1.)$$

Burada $H_c(T)$, T sıcaklığındaki manyetik alan değeri, $H_c(0)$ ise $T=0$ K sıcaklığındaki manyetik alan değeridir.

2.2.4. Kritik akım yoğunluğu

Süperiletken bir malzemenin taşıyabileceği akım yoğunluğunun değeri sınırlıdır. Belli değerin üzerinde malzeme, akımı kaldıramaz ve süperiletkenlik özelliği malzemede kaybolur. J_c ile gösterilen kritik akım yoğunluğu denilen bu sınır değer, malzemedan malzemeye değişiklik gösterir. Süperiletkende istenen durum, kritik akım yoğunluğu değerinin yüksek olmasıdır. Süperiletkenlikte; sıcaklık, manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu birbirleri ile bağlantılı kavramlardır. Şekil 2.4. bu kavramları tek bir diyagram üzerinde gösterimini temsil etmektedir [14]. Şekil 2.4.'te belirlenen sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu değerinin sınırları verilmiştir.

Bu sınır değerlerinden herhangi birisinin aşılması durumunda yapının süperiletkenlik özelliği kaybolur. Dolayısı ile Şekil 2.4. bize süperiletkenlik fazının bozulmaması için çıkılabilecek maksimum sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu sınırlarını belirtebilmektedir.



Şekil 2.4. Bir süperiletkende sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu arasındaki ilişki

Kritik akım yoğunluğu deneysel yollarla hesaplanacağı gibi bu tez çalışmasında kullanılan yarı deneysel olan Bean Yöntemi ile de hesaplanabilmektedir. 1962 yılında Bean tarafından bulunan [15] ve teorik hesaplamalara olanak sağlayan Bean Yöntemi oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Denklem 2.2. Bean Yöntemi'nin formülünü temsil etmektedir.

$$J_c = \frac{20\Delta M}{a\left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (2.2.)$$

Burada M manyetizasyon değeri, a ve b ise malzemenin boyutlarıdır. Bu tez çalışmasında, numunelere ait M-H grafiğinden yola çıkılarak ΔM değeri bulunup numune boyutları ve ΔM denklemde yerine yazılarak kritik akım yoğunluğu hesaplanmıştır.

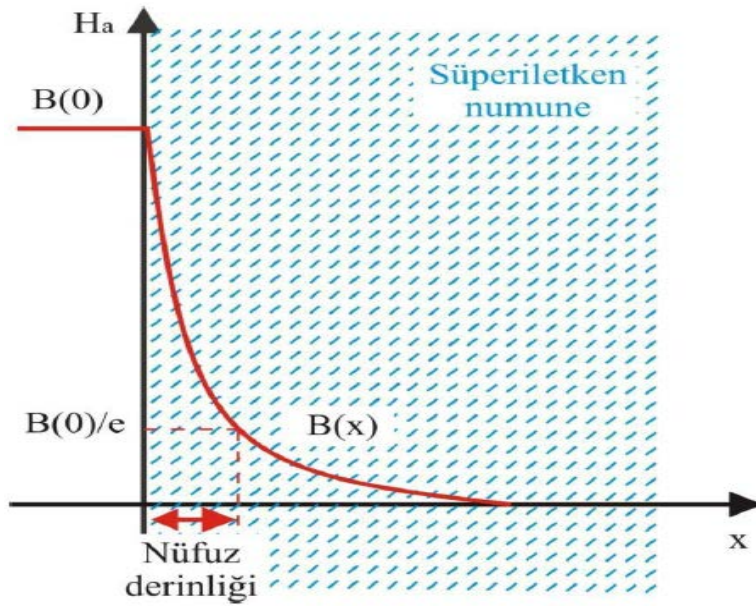
2.2.5. Nüfuz derinliği

London kardeşler tarafından bulunan nüfuz derinliği λ ile temsil edilir ve kuramsal açıdan London Denklemleri ile açıklanmaktadır [16]. Süperiletken malzemeler belli bir sınır

değerine kadar kendilerine uygulanan dış manyetik alanı dışarlar. Bu dışarlama esnasında malzemenin yüzeyinde akımlar var olmaya başlar. Yüzeyde oluşan akımlar zamanla malzemenin içerisine nüfuz etmeye başlar. Bu durumda akımın malzeme içerisinde nüfuz durumuna nüfuz derinliği denilir. Nüfuz derinliği sıcaklığa bağlı olarak Denklem 2.3. ile hesaplanabilmektedir.

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (2.3.)$$

Burada λ nüfuz derinliği, T_c kritik geçiş sıcaklığıdır. Rose ve Rhoderick yaptıkları çalışmada manyetik alanın, malzeme yüzeyinden uzaklığı ile değişimini incelemişlerdir ve Şekil 2.5. bu değişimi grafik üzerinden göstermektedir [17].



Şekil 2.5. Manyetik alanının, numune yüzeyinden x uzaklığı ile değişimi

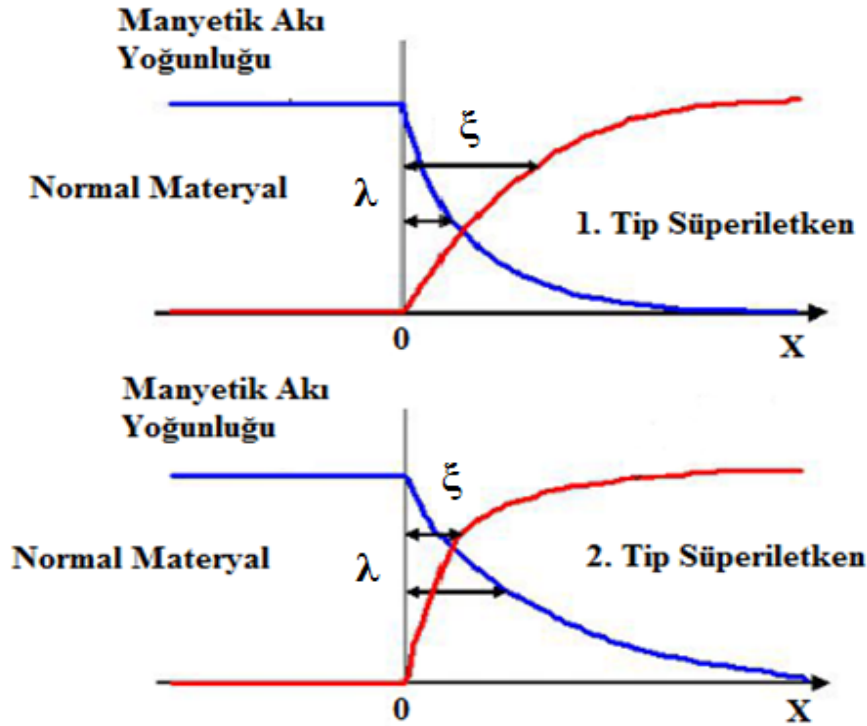
Şekil 2.5. incelendiğinde dışardan H ekseninin keskin bir şekilde düşüş göstermediği aksine üssel bir azalış davranışı sergilediği gözlenmektedir. Bu durum manyetik alanın yapı içerisine sızmaya başlamasının, yapı içerisinde üssel bir manyetik akı azalışı doğrduğunu ifade etmektedir.

2.2.6. Eşuyum uzunluğu

ξ ile temsil edilen eşuyum uzunluğu süperiletkenler için önemli bir parametredir. Süperiletken malzeme üzerine, konuma bağlı olarak değişen bir manyetik alan uygulandığında, elektron derişiminin yaklaşık olarak sabit kaldığı uzaklığın ölçüsüne eşuyum uzunluğu adı verilir. Kuramsal açıdan bu ifadeye ilk olarak Landau-Ginzburg denklemlerinde karşılaşılır. Malzemelerin özgül eşuyum uzunluğu adında bir de karakteristik ξ_0 değerleri vardır ki bu değer Fermi yüzeyi ile bağlantılıdır. Denklem 2.4. özgül eşuyum uzunluğunu vermektedir.

$$\xi_0 = \frac{2\hbar v_F}{\pi E_g} \quad (2.4.)$$

Bu denklemde v_F Fermi yüzeyindeki elektron hızıdır. Saf olmayan malzemelerde ve alaşımlarda eş uyum uzunluğu, özgül eş uyum uzunluğundan daha kısadır [18]. Şekil 2.6. 1. tip ve 2. tip süperiletkende, eşuyum uzunluğu ve nüfuz derinliğini temsilen çizilmiştir.



Şekil 2.6. 1.tip ve 2.tip süperiletkenlerde numune sınırındaki eşuyum uzunluğu ve nüfuz derinliği

Şekil 2.6. incelendiğinde eşuyum uzunluğu değerinin ok ile aralık halinde gösterildiği görülmektedir. 1. Tip ile 2. Tip süperiletken arasında bu aralık değeri genişliği farklı değerlerdedir. Süperiletkene konuma bağlı bir manyetik alan uygulandığında süperiletkenin ortalama elektron yoğunluğunun sabit kaldığı değer olan eşuyum uzunluğunun süperiletken üzerine uygulanan konuma bağlı manyetik alan altında nasıl değiştiği Şekil 2.6. sayesinde saptanabilmektedir.

2.2.7. Meissner etkisi

Meissner etkisi veya mükemmel diyamanyetizma olarak da adlandırılan bu özellik süperiletkenlere has bir manyetik karakterdir. Dış manyetik alandan bağımsız olarak soğutulan malzeme kritik geçiş sıcaklığına ulaştığında iç manyetik alanı dışarılayarak malzemenin içinde manyetik alanı sıfıra düşürür. Bu durum Meissner etkisi veya mükemmel diamanyetizma olarak adlanır [19].

Kritik geçiş sıcaklığına ulaşmamış olan süperiletken malzeme henüz süperiletken özelliğine sahip olmadığından, bir dış manyetik alana maruz bırakılırsa manyetik alan çizgileri malzemenin içerisine nüfuz eder. Kritik geçiş sıcaklığına ulaşıldıktan sonra ise manyetik alan çizgileri malzeme içerisinden dışarılanarak iç manyetik alan sıfır değerine düşer. Bu dışarlama hâli, uygunlaştırılmış sıcaklık ve manyetik alan şartları var oldukça devam etmektedir.

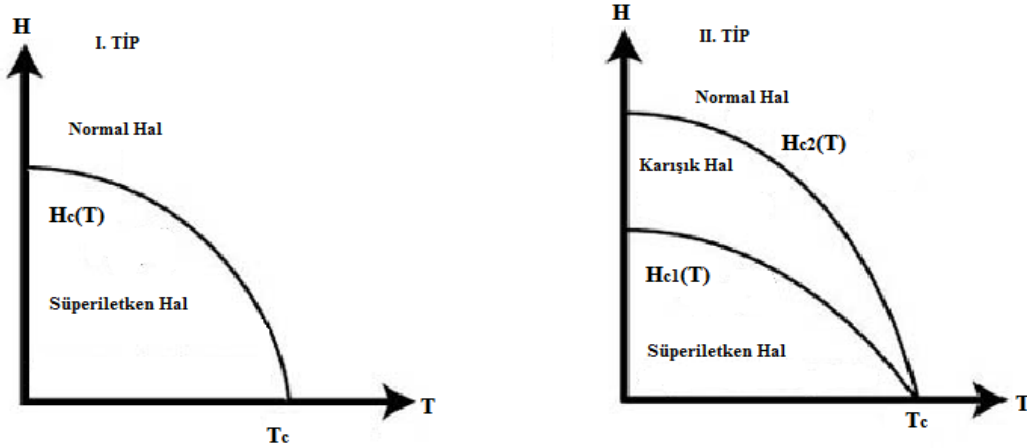
Malzemelerin manyetik karakterlerini belirlemede kullanılan manyetik hassasiyet χ_m birimsizdir ve bağıl geçirgenlik katsayısı μ_r ile ilişkilidir. Denklem 2.5. manyetik hassasiyet ve bağıl geçirgenlik katsayılarını ilişkilendirmektedir.

$$\chi_m = \mu_r - 1 \quad (2.5.)$$

Diyamanyetizmada uyarılarak elde edilen manyetik momentin şiddeti çok küçüktür ve manyetik moment uygulanan alanın yönüne göre zıt yönlüdür. Dolayısı ile bağıl geçirgenlik değeri 1'den küçüktür. Denklem 2.5. düşünüldüğünde bağıl geçirgenlik değeri 1'den küçük hangi değeri alırsa alsın manyetik hassasiyet hep negatif çıkacaktır ki bu da manyetik hassasiyetin negatif çıkması durumunun diyamanyetizmanın bir ölçütü olduğu anlamındadır.

2.2.8. I. Tip ve II. Tip süperiletkenler

Süperiletkenlerin manyetik alan karşısında vermiş oldukları tepkileri farklılıklar göstermektedir ve bu farktan ötürü süperiletkenler 1. Tip ve 2. Tip olarak gruplanmaktadır [20]. Şekil 2.7. 1. Tip ve 2. Tip süperiletkenliğin faz diyagramlarını temsil etmektedir.



Şekil 2.7. 1. Tip ve 2. Tip süperiletkenlere ait faz diyagramları

Şekil 2.7. incelendiğinde 1. Tip ve 2. Tip süperiletkenlerde manyetik alan değişiminin meydana getirdiği etki yorumlanabilmektedir. Öyle ki; 1.Tip süperiletkende belli bir seviyeye kadar manyetik alan malzeme içinden dışarlanırken, malzemenin dayanabileceği manyetik alan değerinin üzerine çıkıldığında manyetik alan aniden malzemenin içerisine nüfuz eder ve süperiletkenlik yapısı bozulur. Bu durumda, süperiletkenlikten normal duruma kademeli bir geçiş yoktur aksine aniden bir dönüşüm söz konusudur.

2. Tip süperiletkende ise belli bir H_{c1} alanına kadar malzeme iç manyetik alanı tamamen dışarlar, H_{c1} değerinin üzerine çıkıldığında malzeme manyetik alanı kısmen dışarlar. Fakat bu esnada, 2.Tip süperiletken yapısı içerisine manyetik alan tamamen girmediği için bir miktar süperiletkenlik özelliği korunur. Alan H_{c2} 'ye ulaştığında ise manyetik alan malzemeye tamamen nüfuz eder ve süperiletkenlik özellik ortadan kalkar. Bu şekilde 2. Tip süperiletkenlerde normal duruma geçiş kademeli olarak gerçekleşir

2.2.9. Ginzburg-Landau Teorisi

Ginzburg-Landau (G-L) Teorisi süperiletkenliği makroskobik ölçüde anlamlandırabilmek adına Ginzburg ve Landau tarafından yapılmış süperiletkenliği açıklamaya çalışan ilk kuantum teorisi olma özelliğine sahiptir [21]. G-L teorisi nüfuz derinliği ile eşuyum uzunluğunu oranlayarak malzemenin 1. Tip ya da 2. Tip süperiletken grubuna girdiği konusunda bizlere fikir vermektedir.

Sırası ile G-L nüfuz derinliği ve G-L eşuyum uzunluğu denklemleri Denklem 2.11. ve 2.12.' de gösterilmektedir.

$$\lambda = \sqrt{\frac{m}{4\mu_0 e^2 \psi_0^2}} \quad (2.11.)$$

$$\xi = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m|\alpha|}} \quad (2.12.)$$

Denklem 2.11. ile Denklem 2.12. taraf tarafa oranlanırsa G-L parametresi Denklem 2.13.'te gösterildiği gibi elde edilir.

$$\chi_{G-L} = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.13.)$$

Malzemenin 1. Tip veya 2. Tip süperiletken olması, G-L parametresinin 0,707 değerinden büyük veya küçük olmasına göre şekillenmektedir. Bu değer 0,707'den küçük ise malzeme 1.Tip süperiletkendir ve aynı zamanda yüzey enerjisi pozitifdir. G-L parametresi 0,707'den büyük ise malzeme 2. Tip süperiletkendir ve yüzey enerjisi negatiftir [22].

2.2.10. London teorisi

Meissner etkisinin bulunmasından sonra, bu etkinin mekanizmasını açıklamak maksadı ile London kardeşler bir dizi çalışmalar yapmışlardır ve yaptıkları çalışmalar neticesinde London teorisini oluşturmuşlardır ve bu bağlamda London teorisi, süperiletkenliğin elektrodinamiği açısından yapılan ilk ciddi çalışma diye bilinmektedir [16].

London denklemleri konumdan bağımsız nüfuz derinliğini λ_L olarak alır ve London denklemleri sırası ile 1. London ve 2. London Denklemleri olarak; Denklem 2.6. ve Denklem 2.7.'deki hâli ile ifade edilir.

$$E = \mu_0 \lambda_L^2 \frac{d}{dt} J \quad (2.6.)$$

$$B = -\mu_0 \lambda_L^2 \nabla \times J \quad (2.7.)$$

London denklemleri, süperiletkenlik özelliklerini açıklamakta kullanılır ve bu denklemler Ginzburg-Landau Denklemlerinden elde edilir.

Maxwell Denklemleri ile London Denklemleri ortak çözümlemeler ile manyetik alan ve akım yoğunluğu kavramlarını bağlantılı kılabilmektedir. Denklem 2.8.'de verilen Amper Yasası ile Denklem 2.7.'yi ele alalım.

$$\nabla \times B = \mu_0 J \quad (2.8.)$$

J değeri Denklem 2.7.'de yerleştirilir ve B elimine edilirse Denklem 2.9. elde edilir.

$$\nabla^2 J = \frac{J}{\lambda_L^2} \quad (2.9.)$$

Yine London 1. ve 2. Denklemleri çözümlenerek Denklem 2.10. elde edilir ve bu London nüfuz derinliği denklemini olarak adlandırılır.

$$\lambda_L = \left(\frac{m_e}{\mu_0 n_s e^2} \right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.10.)$$

Bu denklemlerde; m_e elektron kütlesi, n_s süperelektron sayısı, λ_L London nüfuz derinliği, E elektrik alan, B manyetik alan olarak bilinmektedir.

2.2.11. BCS (Bardeen, Cooper, Schrieffer) Teorisi

Bardeen, Cooper ve Schrieffer 1957 yılında, süperiletkenliğin kuantum modelini ortaya koymuşlardır [23]. BCS teorisi birtakım sonuçları doğurmaktadır. Bu sonuçlar sıralanırsa;

1. Elektronlar arasındaki çekici etkileşme, taban ve uyarılmış durumlar arasında bir enerji aralığının ortaya çıkmasına yol açar ki enerji aralığı birtakım fiziksel özelliklerin de sebebidir.
2. Elektron-örgü-elektron etkileşmesi, gözlenen büyüklükte bir enerji aralığını ortaya koyabilir.
3. Nüfuz derinliği ve eşyuyum uzunluğu BCS teorisinin doğal sonuçlarındandır.
4. Fermi düzeyinde bir spin durumu için orbitallerin elektron yoğunluğu $D(\epsilon_F)$ ve elektron-örgü etkileşmesi U , bir element veya alaşım için geçiş sıcaklığının önemli parametreleridir.
5. Bir süperiletken halkadan geçen manyetik akı kuantumlanmıştır.

Süperiletkenlerde sistematik olarak iki elektron tek bir elektron çifti oluşturacak şekilde çiftlenir. Oluşan bu elektron çiftlerine Cooper Çifti denilir.

2.3. Magnezyum Diborür

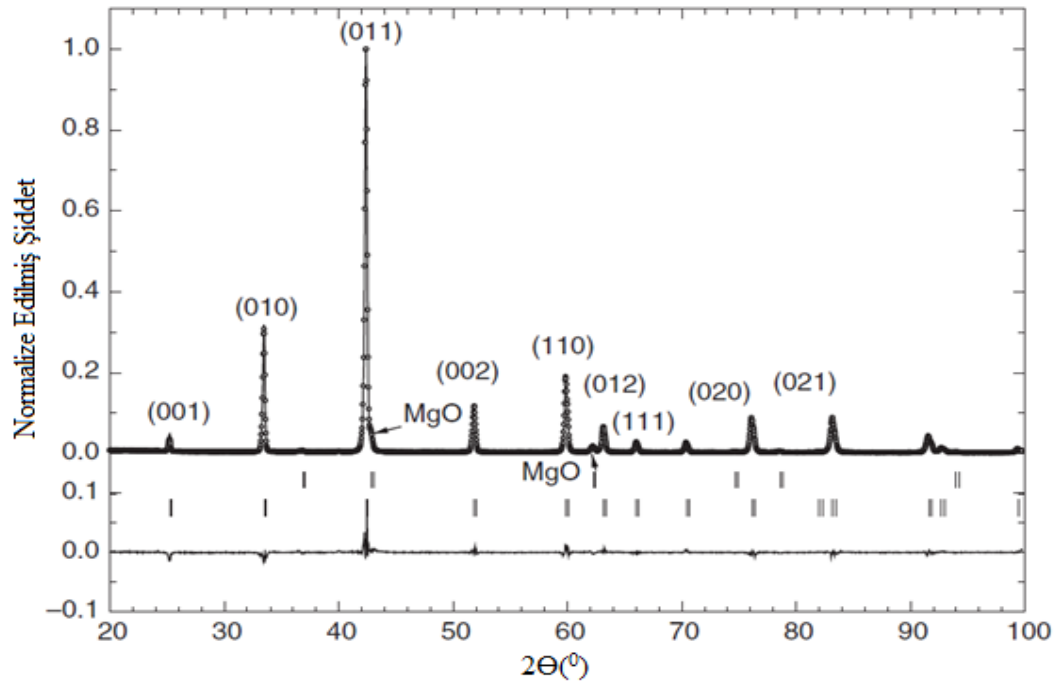
2.3.1. MgB₂'nin keşfi ve avantajları

MgB₂ bileşiği 1950'li yılların başından beri bilinen bir bileşik olmasına rağmen, 2001 yılında Akimitsu ve arkadaşları bu bileşiğin süperiletken olduğunu keşfetmişlerdir [2]. MgB₂ bileşiğinde bulunan bor elementinin, ülkemiz sınırlarında yoğun rezervlerinin olduğu düşünülürse, ülkemiz açısından bu bileşiğin önemi de artmaktadır. MgB₂, sahip olduğu olumlu fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı, birçok deneysel ve teorik çalışmanın ana unsuru olmuştur. MgB₂ hem iyonik hem de kovalent bağ içermektedir. MgB₂, gerek bor atomlarının düzlemsel sıralanışı, gerekse de kristal yapısının iki boyutlu olmasından ötürü, elektronik anizotropik yapıya sahiptir.

MgB₂, genel olarak amorf bor tozlarının belirli oranlarla metalik magnezyum tozları ile klasik katıhâl reaksiyon yöntemi kullanılarak karıştırılması sonucu elde edilir.

Elde edilen MgB_2 , ihtiyaca göre yığın ya da toz hâlde kullanılabilir. MgB_2 bileşiği, iki elementin tozlarının dışardan karıştırılıp reaksiyona sokulması ile elde edilebileceği gibi, iki elementin tozları bir kılıf materyal içerisinde de reaksiyona tutulup elde edilebilir. Örneğin MgB_2 tel üretimi gerçekleşecekse, bu işlem yaygın olarak tüp içerisi ve tüp dışı teknikleri ile yapılmaktadır. Tüp içerisi tekniğinde, tüpün içinde karıştırılan tozlar fırınlanarak üretim yapılırken, tüp dışı tekniğinde, dışarıdan karıştırılarak fırınlanan numunelerin tüp içerisine alınarak tel üretimi yapılmaktadır.

Tel harici üretimlerde ise klasik katıhâl reaksiyon yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu tez çalışmasında da klasik katıhâl reaksiyon yöntemi kullanılmıştır. Magnezyum ve borun çevresel kontaminasyon riski fazlalığından dolayı elde edilme reaksiyonları yalıtılmış kapalı ortamlarda, inert gaz akışı altında yapılmaktadır. Kontaminasyonun oluşmamasına çok dikkat edilse de istenmeyen safsızlık fazları oluşabilmektedir. Bu durum MgB_2 bileşiğinin mevcut fiziksel özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Şekil 2.8.'de XRD deseni MgB_2 bileşiğinin oluşumu esnasında ortaya çıkan MgO safsızlık piklerini göstermektedir [24].



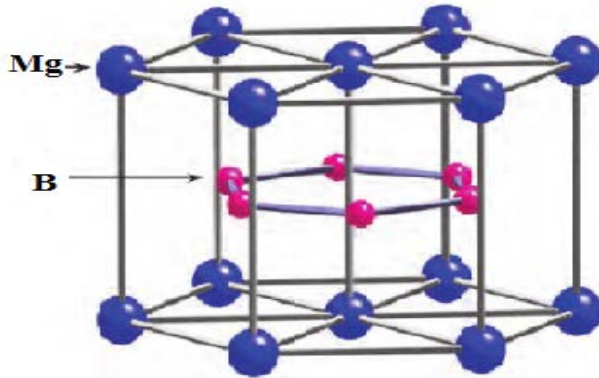
Şekil 2.8. MgB_2 'ye ait XRD deseni

Duncan ve arkadaşlarının yaptığı bu çalışmada safsızlık pikleri görülmektedir. Bu durum elde edilen numunenin elektriksel, mekaniksel, manyetiksel ve optiksel özellikleri üzerinde negatif bir etki yaratmaktadır [24]. Yapılan deneylerde çevresel kontaminasyon sonucu birtakım safsızlık atomları oluşabilmektedir. Bu durumun en aza indirgenmesi adına, çalışmalar inert gaz altında kapalı ortamda gerçekleştirilir. Bu tez çalışmasında kapalı ortamda inert gaz altında numune eldesi gerçekleşmeden önce, numuneler tantalum folyolara sarıldı. Bu sayede safsızlık atomlarının oluşmasının önüne geçilmeye çalışıldı. Aynı zamanda olası süblimleşmelerden oluşabilecek olumsuzlukların da önüne geçildi.

Genel olarak bakıldığında yapılan çalışmalarda MgB_2 'nin tercih edilmesinin altında yatan bazı sebepler; MgB_2 'nin basit kristal yapısı, nispeten yüksek kritik sıcaklık değerine sahip olması, eşyuyum uzunluğunun geniş olması, tanecikler arası güçlü bağların olması, yüksek kritik akım yoğunluğunun olması, yüksek mıknatıslanma özelliğinin olması, üretim maliyetinin nispeten düşük olması olarak sıralanabilmektedir.

2.3.2. MgB_2 'nin kristal yapısı

Şekil 2.9.'da MgB_2 bileşiğinin kristal yapısı gösterilmektedir [25]. Basit hegzagonal (aralarındaki açı 120° , olan iki eşit eksen ve üçüncüsü diğer ikisine dik yapı. $a=b \neq c$, $\alpha=\beta=90^\circ$, $\gamma=120^\circ$) bir kristal yapıya sahiptir. MgB_2 , bu özelliği ile birçok bor alaşımlarına olduğu gibi AlB_2 gibi bir alaşıma da benzemektedir. MgB_2 'nin kristal yapısı magnezyumun oluşturduğu altıgen kapalı paket katmanları tarafından ayrılmış olan grafit tipi bor katmanlarından oluşur. Magnezyum atomları, bor atomları tarafından oluşturulmuş olan altıgenlerin merkezinde bulunur ve magnezyum atomları elektronlarını bor düzlemine verir.



Şekil 2.9. MgB_2 'nin kristal yapısı

MgB₂ grafitin yapısına benzer bir şekilde B-B arasında güçlü bir anizotropi sergiler. Bor düzlemleri arasındaki mesafe, bor düzlemi içindeki B-B mesafesinden daha uzundur. Kristal parametreleri, $a=3,086 \text{ Å}$ ve $c=3,524 \text{ Å}$ olarak bulunmuştur. Ayrıca bor atomları arasındaki mesafe $0,178 \text{ nm}$ ve magnezyum atomları arasındaki mesafe $0,3086 \text{ nm}$ civarındadır. Bağ uzunluğu değerleri Mg-B bağı için $0,2517 \text{ nm}$, Mg-Mg bağı için $0,3086 \text{ nm}$ ve B-B bağı için $0,1779 \text{ nm}$ olarak bulunmuştur [26].

MgB₂ bileşiğini oluşturan magnezyum ve bor elementinin bazı fiziksel özelliklerini incelemek amacı ile Çizelge 2.2.'de bor ve magnezyum elementlerinin bazı fiziksel özellikleri verilmiştir.

Çizelge 2.2. Bor ve magnezyumun bazı fiziksel özellikleri

Fiziksel Özellik	Bor	Magnezyum
Atom Numarası	5	12
Atom Ağırlığı	10,81 g/mol	24,31 g/mol
Erime Noktası	2200 °C	650 °C
Kaynama Noktası	2250 °C	1090 °C
Atomik Çapı	90 pm	150 pm
Isıl İletkenlik	27,40 W/(m.K)	156 W/(m.K)
Yoğunluk	2,08 g/cm ³	1,74 g/cm ³
Buharlaşma Isısı	508 kJ/mol	128 kJ/mol

MgB₂'nin yoğunluğunun düşük olması magnezyum ve borun düşük yoğunluğuna bağlı olduğu Çizelge 2.2.'de görülmektedir. MgB₂ oluşumunun başladığı sıcaklık olan ortalama 600 °C, magnezyumun erime noktasına yakın bir değerdedir.

2.3.3. MgB₂'nin İzotop Etkisi

İzotopik kütlelerin süperiletkenlikte kritik geçiş sıcaklığı üzerinde ciddi bir etkisi bulunmaktadır. Atomik kütleyle bağlı kritik geçiş sıcaklığı ilişkisi Denklem 2.14. ile gösterilmektedir.

$$M^{\alpha} T_c = \text{sabit} \quad (2.14.)$$

Burada α izotop katsayısı, M atomik küttedir. Bu denklem deneysel sonuçlarla da uyumludur. Çizelge 2.3. α 'nın maddeden maddeye gözlenen değerlerini vermektedir [27]. Bu çizelgedeki değerler incelendiğinde izotop katsayısının maddeden maddeye değişiklik gösterdiği anlaşılmaktadır.

Çizelge 2.3. α 'nın maddeden maddeye gözlenen değerleri

Madde	α	Madde	α
Zn	0,45±0,05	Os	0,15±0,05
Cd	0,32±0,07	Mo	0,33
Sn	0,47±0,02	Nb ₃ Sn	0,08±0,02
Hg	0,50±0,03	Zr	0,00±0,05
Pb	0,49±0,02	Ru	0,00±0,05
Mg	0,02	B	0,30

Magnezyumun izotop etki sabiti değerinin, borun izotop etki sabiti değerinden düşük bir değerde olması, MgB₂ için kritik geçiş sıcaklığı üzerinde, magnezyum atomlarının bor atomları kadar etkili olmaması sonucunu doğurmuştur. Öyle ki bu değerler bor için $\alpha_B=0,30$ ve magnezyum için ise $\alpha_{Mg}=0,02$ değerindedir [28].

2.3.4. MgB₂'nin eşuyum uzunluğu

Düşük düzeyde de olsa düzlemsel yönelime bağlı olarak fiziksel özelliklerinde değişiklik görülen malzemelerin fiziksel özelliklerini belirlemede tüm düzlemlerinin biliniyor olması gerekmektedir. Nitekim MgB₂'nin zayıf bir anizotropik özellik sergilediği [29] bilinse de hem ab hem de c düzlemi boyunca MgB₂'ye ait ölçümler yapılmaktadır. Bu durum, eşuyum uzunluğu gibi süperiletkenlik için önemli bir parametrenin hem ab hem de c düzleminde hesaplanmasını zorunlu kılmaktadır.

MgB₂ eşuyum uzunluğu değerleri, ab düzleminde 37-128 Å, c düzleminde ise 16-50 Å arasında değerler almaktadır [30]. Üretim tekniklerinin ve malzemenin ne olarak üretildiğinin, katkılama yapılıp yapılmadığının ve daha birçok faktörün eşuyum uzunluğunu etkilediği bilinmektedir.

2.3.5. MgB₂'de anizotropi

Anizotropi kavramı mekanik, elektrik, manyetik, optik gibi bir takım fiziksel özelliklerin malzeme içerisinde değişiminin yönelime bağlılığını vurgulamaktadır. Denklem 2.15. MgB₂ için anizotropi değerinin hesaplanmasında kullanılan formülü vermektedir.

$$\gamma = \frac{H_{c2}/ab}{H_{c2}/c} \quad (2.15.)$$

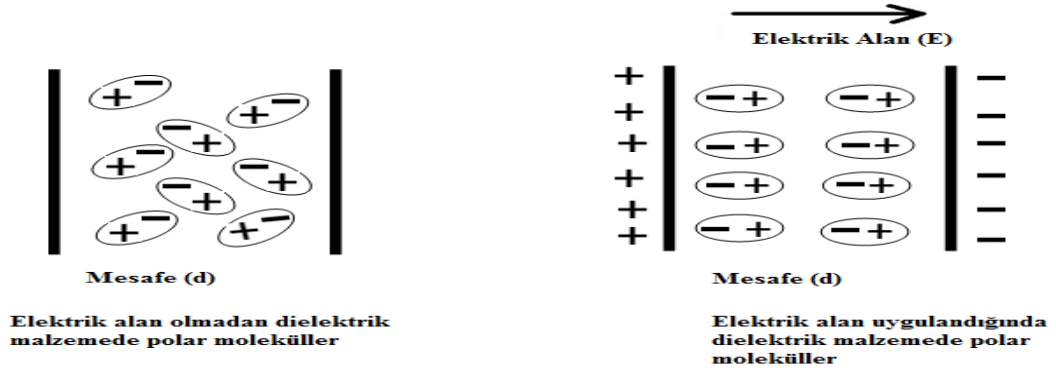
Yapılan çalışmalar anizotropik değer olan γ 'nın MgB₂'nin üretim teknikleri ve elde edilen ürünün yığın, tel veya farklı bir formda olmasına bağlı olarak değiştiğini göstermektedir [31-37].

2.4. Dielektrikler

Bir malzemede elektriksel iletkenlik, serbest elektronların varlığı ile ilişkilidir. Elektriksel iletkenliği sağlayan serbest elektronlar bir malzemede yeterince bulunmuyorsa, malzeme dielektrik özelliktedir. Serbest elektronların yeterince bulunmaması, malzemeleri güçlü bir elektriksel dirençle sahip hâle getirir. Bir dielektrik malzemeye elektrik alan uygulanırsa, malzeme içerisinde bulunan pozitif ve negatif yükler zıt yönlü olacak şekilde farklı kutuplara çekilirler. Bu sayede malzeme içerisinde bir kutuplanma meydana gelir. Kutuplanmanın neticesinde dipol momentleri oluşur. Bir kısım dielektrik malzemelerde elektrik alanın kalkması ile kutuplanmada kalkarken, bir kısım malzemelerde ise elektrik alanına bağlı olmayan kalıcı kutuplanmalar gözlenebilmektedir. Oluşan dipol momentleri malzemenin yüzeyinde elektriksel yük indüklemesine fırsat tanıdığı için, dielektrik malzemeler kondansatör yapımına uyumluluk sergilerler.

2.4.1. Dielektrik kutuplanma

Dielektrik malzemeye bir dış elektrik alan uygulandığında, malzemenin içindeki moleküller, uygulanan alanın yönünde dipol momenti kazanırlar. Şekil 2.10. Elektrik alanı ve uygulanan bir dış elektrik alan altında dielektrik malzemenin vermiş olduğu kutuplanma tepkisini temsil etmektedir.



Şekil 2.10. Dielektrik malzemede elektrik alansız ve elektrik alan uygulamalı polar molekül tepkileri

Şekil 2.10. incelendiğinde görülmektedir ki; malzeme içindeki yükler, elektrik alan altında zıt kutuplarına çekilmektedir. İki plaka düşünüldüğünde yükler eşit miktarda dağılacak şekilde artı ve eksi bölgelere birikecek ve malzeme içini elektriksel açıdan nötr hâle getirecektir. Bu durumda polarize olmuş dielektriğe bir iletken değdirilse dahi yüklerde bir iletim meydana gelmeyecektir. Bu durumda olan yüklere bağlı yükler denilir ki bu durum dielektrik malzemenin kutuplanmasının doğal bir sonucudur.

Kutuplanma dielektrik malzemelerde aşağıda sıralandığı gibi farklı mekanizmalarla meydana gelmektedir.

- a) Elektronik kutuplanma,
- b) Atomik kutuplanma,
- c) Yönelimli kutuplanma,
- d) Arayüzey (uzay) yük kutuplanması.

Dielektrik malzemede her bir kutuplanma mekanizmasının toplamı, toplam kutuplanma olarak ifade edilir ve α ile temsil edilir.

Elektronik kutuplanmada elektronların yön değişimi etkilidir. Negatif yüke sahip elektronlar kayarak yapısal simetrisinin bozulmasına sebep olur fakat bu durum kalıcı değildir. Elektronik kutuplanma tüm malzemelerde ortalama 10^{15} Hz gibi yüksek frekans değerlerinde görülebilmektedir. Atomik veya diğer adı ile iyonik kutuplanmadan sorumlu yapılar iyonlardır. Dış elektrik alana maruz kalan malzemede artı ve eksi yüklü iyonlar zıt yönlü birbirlerinden uzaklaşır ve bağ yapısında bir miktar stres meydana getirir.

Bağ yapısında oluşan bu stres iyonların birbirinden uzaklaşmasının sonucudur ve bu durumda malzemede kutuplanma oluşur. Atomik kutuplanma yaklaşık olarak 10^{12} - 10^{13} Hz aralığında gerçekleşmektedir. Yönelimli kutuplanma kalıcı dipoller sayesinde gerçekleşir. Yönelimli kutuplanmaya yatkın malzemelerde dış bir tetikleyici elektrik alan olmasa dahi rastgele sıralanmış kalıcı dipoller vardır. Bu tarz malzemelere elektrik alan uygulandığında, kalıcı dipoller uygulanan elektrik alan yönünde rotasyon hareketi yaparak dipol momente sahip olurlar ve bu sayede de kutuplanma oluşur. Yönelimli kutuplanma yaklaşık olarak 10^3 - 10^9 Hz değerlerinde gözlenmektedir. Arayüz diğer bir adı ile uzay yük kutuplanmasında elektronlar,deşikler veya iyonlar gibi yük taşıyıcılar sorumludur. Malzeme üzerine düşük frekanslı bir elektrik alan uygulandığında, yük taşıyıcılar malzeme içinde olmaları gereken yeri değiştirerek farklı yerlere taşınırlar. Malzemenin arayüzünde yük taşıyıcılar yoğun olarak birikerek kutuplanmayı gerçekleştirirler. Yük taşıyıcıların biriktikleri yerler arayüzler olduğundan, bu kutuplanma türü arayüz kutuplanması olarak bilinmektedir.

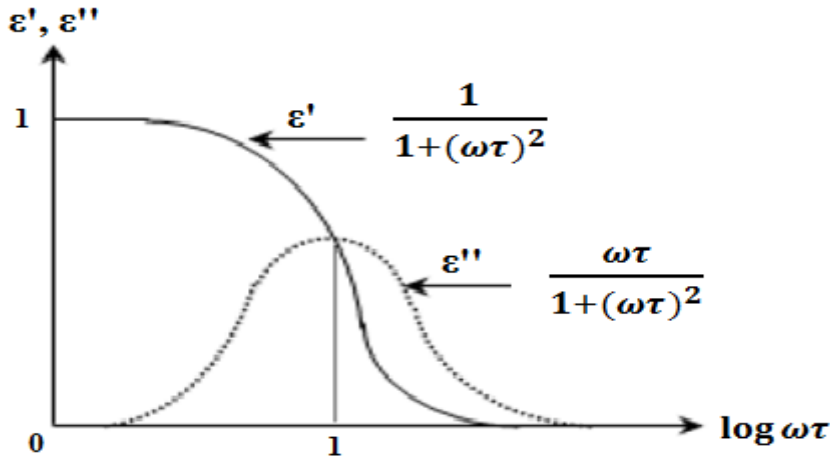
2.4.2. Dielektrik karakteristikler

Dielektrik karakteristikler malzemenin birtakım fiziksel özellikleri hakkında bizlere açıklayıcı bilgiler sunmaktadır. Denklem 2.16. kompleks dielektrik fonksiyonunu vermektedir.

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (2.16.)$$

Burada ϵ' gerçek, ϵ'' sanal kısımdır ve sırası ile dielektrik sabiti ve dielektrik kayıp olarak da adlandırılır. Dielektrik fonksiyon, gerçek (ϵ') ve sanal (ϵ'') kısımlar, kırılma indisi (n) ve sönüm katsayısı (k) değerleri ile nitelendirilir.

Kompleks dielektrik fonksiyonunu oluşturan gerçek ve sanal kısımlar frekansa bağlı olarak değişim göstermektedir ve Şekil 2.11. bu değişimi göstermektedir [38].



Şekil 2.11. Kompleks dielektrik sabitinin gerçel (ϵ') ve sanal (ϵ'') bileşenlerinin frekans bağlı değişimi

Dielektrik karakterlerden bir diğeri ise kayıp faktörü, bir başka adıyla kayıp tanjantıdır. Bu kavram bir takım nedenlerden ötürü elektromanyetik enerjinin ısı enerjisine dönüşümünün bir ölçüsüdür. Denklem 2.17. kayıp tanjantı ifade etmektedir.

$$\tan \delta = \frac{\epsilon'}{\epsilon''} \quad (2.17.)$$

Dielektrik karakteristiklerin bilinmesi malzemenin elektriksel özelliklerinin açıklanmasında oldukça önemlidir. Dielektrik karakterizasyon deneysel ölçümlerle yapılabildiği gibi yarı deneysel yarı teorik olarak ta yapılabilmektedir.

2.5. Literatür özeti

MgB₂ bileşiğinin birçok olumlu yönlerinden dolayı, bu bileşiğe ait çalışmaları kapsayan literatür örneklerine sıklıkla rastlanmaktadır.

Kumakura ve arkadaşları yüksek performanslı MgB₂ tel özelliklerini geliştirmeye yönelik yaptıkları bir çalışmada, bor tozlarına karbon kaplayarak magnezyum difüzyon metodu ile MgB₂ tel üretmişlerdir. 10 T ve 4,2 K değerlerinde, kritik akım yoğunluğunu $1,3 \times 10^5$ A/cm², 20 K ve 5 T altında ise kritik akım yoğunluğunu $7,6 \times 10^4$ A/cm² olarak bulmuşlardır [39].

Yanwei PIT (Powder in Tube) metodu ile MgB_2 tel ve şerit üretmiştir. 80 saat boyunca öğütülmüş karbon atomlarını katkılayarak elde ettiği numunede 4,2 K, 10 T'da kritik akım yoğunluğunu $4,3 \times 10^4$ A/cm², 4,2 K, 14 T'da ise kritik akım yoğunluğunu 10^4 A/cm² olarak ölçmüştür [40].

Patel ve arkadaşları MgB_2 'nin pratik uygulamalara yönelik tasarımları hakkında bir çalışmalarında farklı kimyasal katkılarla numunelerin fiziksel birtakım özelliklerine bakmışlardır. En iyi sonuçların malik asit katkılı numunelerde saptandığı rapor edilmiştir. Bu numunede 4,2 K ve 10 T değerinde kritik akım yoğunluğu 4×10^4 A/cm² olarak bulmuşlardır [41].

Jiang ve arkadaşları bor tozlarının saflaştırılmasının MgB_2 'nin tanecikler arası bağlantısına etkisini araştırdıkları bir çalışmada, safsızlık olarak oluşan MgO fazlarının akım bariyeri olarak yapıda negatif bir etki oluşturduğu bunun yapıyı safsızlaştırılarak önü alınabileceği rapor edilmiştir [42].

Eğilmez ve arkadaşları 2006'da yaptıkları bir çalışmada MgB_2 /Mg bileşiğinin elektriksel ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Magnezyum yüzde 0, 5, 10, 15 ve 20 oranında yapıya dâhil edilip homojen karıştırılıp tabletler hâline getirilerek analizler yapılmıştır. Sonuç olarak metal matrix metodunun MgB_2 üretimi için uygun bir metot olduğu, magnezyumun akış ile MgB_2 boşluklarına dolduğunu ve yoğunluğu arttırdığı, katkı oranının artmasının, kritik sıcaklık değeri ve normal hâl fiziksel özelliklerinin iyileştiği saptanmıştır [43].

Vitali, bir çalışmasında yığın hâldeki MgB_2 numunesinin mekanik ve süperiletkenlik özelliklerini incelemiştir. Belli stokiometrik oranlar ile karıştırılan Mg ve B tozlarını, sıcak izostatik presleme yöntemi ile yüksek argon gazı altında 196 MPa basınç kullanılarak, 10 saat boyunca 700 °C'de fırınlayarak MgB_2 üretmiştir. Sonuç olarak sıcak izostatik presleme yöntemi ile elde edilen MgB_2 'nin yüksek yoğunluklu olması, mekanik açıdan sağlamlığı, yüksek elastik modül değeri ve alimüna ile kıyaslanabilir bir kırılma tokluğuna sahip olması gibi bazı özellikler kazanmasından dolayı, sıcak izostatik presleme yönteminin MgB_2 üretimi için uygun yöntem olduğu düşünülmüştür [44].

Ferromanyetik özellikteki Fe_3O_4 bileşiğinin nano parçacıklarının, MgB_2 'ye katkılanması ile MgB_2 'nin fiziksel özelliklerindeki değişimin incelendiği bir çalışmada, bu katkı sayesinde MgB_2 'nin mevcut kritik akım yoğunluğunda ciddi artışın gözlemlendiği rapor edilmiştir [45].

CuFe_2O_4 nano parçacıklarının MgB_2 'ye eklenerek mevcut fiziksel özelliklerin nasıl değiştiğini belirlemeye çalışılan bir çalışmada, Fe kılıf içinde MgB_2 'ye CuFe_2O_4 farklı oranlarda eklenerek MgB_2 tel elde edilmiştir. Yapılan ölçümler sonucunda, CuFe_2O_4 nano parçacıklarının katkılanmasının, MgB_2 'nin hem manyetik hem de geçiş özellikleri üzerinde ciddi bir bozulma oluşturduğu rapor edilmiştir [46].

Cheng ve arkadaşları $\text{MgB}_{2-x}\text{C}_x$ ($x=0\%, 5\%, 8\%, 10\%$) bileşimine sahip elmas nano parçacıklarının katkısını araştırmışlardır. Kritik sıcaklık değeri, katkılama miktarıyla azalmış fakat H_{irr} ve J_c değerleri artmıştır. Bu sonucun gözlenmesi elmas nano parçacıklarının bu bileşiklerde akı tuzaklama özelliklerinin artmasından kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Mikro yapısal analizlerde, elmas katkılanmış MgB_2 süperiletkeninin sıkı paketli MgB_2 nano tanecikler ($\approx 50-100$ nm) ve tanecikler içerisinde düzgün bir şekilde dağılmış elmas nano parçacıklarının ($\approx 10-20$ nm) varlığını gösterdiğini ifade etmişlerdir [47].

Soltanian ve arkadaşları, $\text{MgB}_{2-x}\text{C}_x$ ($x=0, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3$ ve $0,4$) sistemini hazırlayarak akı tuzaklama, örgü parametreleri, kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluk özellikleri incelenmiştir. Karbon iyonunun ortalama boyutunun ($0,077$ nm) bor iyonundan ($0,082$ nm) daha küçük olması nedeniyle a parametresinde bir düşüş gözlenmiş ancak c ekseninde değişim gözlenmemiştir. $5, 10, 20$ K sıcaklık değerindeki $x=0,4$ örneği hariç diğer örneklerde katkısız MgB_2 örneğinin kritik akım değerinin üstünde bir değere sahip olduğu bulunmuştur. Karbon katkısı kritik sıcaklığı düşürmüş ve T_c değerindeki düşüş az olup $x=0,4$ için $2,7$ K olarak bulunmuştur. Ayrıca karbon yapıda magnezyum ile nano boyutta Mg_2C_3 ve MgB_2C_2 fazlarını oluşturmuştur. Sonuç olarak nano boyutta katkılamanın yüksek alanlarda akı tuzaklama özelliklerinin artışından sorumlu olduğu belirlenmiştir [48].

S. Ueda ve grubu $\text{Mg}_{1-2x}\text{B}_2(\text{Na}_2\text{CO}_3)_x$ ($x=0-0,1$) sistemini incelemişlerdir. Karbon kaynağı olarak sodyum karbonat kullanılmış. Na_2CO_3 miktarı $x=0,055$ katkı değerine kadar J_c değerini artırmış, aşırı katkıyla birlikte azalmıştır.

Katkılamayla birlikte T_c 'de düşüş gözlenmiştir. Küçük MgO parçacıkları ve karbon içeren lokal bölgeler $Mg(B,C)_2$ tuzaklama merkezleri gibi davranıp akı çivileme (Flux Pinning) kuvvetini artırmış, buna bağlı olarak da kritik akım yoğunluğu değerinde artış gözlenmiştir. $x=0,055$ örneği için T_c değeri azalmış (37,6 K) fakat 20 K de, 6 T manyetik alanda en yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olduğu belirlenmiştir ($J_c=3,8 \times 10^5$ A/cm²) [49].

Bir başka çalışmada Ye ve arkadaşları tarafından karbon ihtiva eden koronen ($C_{24}H_{12}$) ile Pavezyum firması tarafından üretilen nano bor tozları kullanılmıştır. Bor tozları kaplanarak MgB_2 sistemi ile demir kılıflı tel PIT (Powder in tube) ve IMD (Internal Mg diffusion) metotları kullanılarak üretilmiştir. Karbon kaynağı olarak kullanılan $C_{24}H_{12}$, MgB_2/Fe telindeki kritik akım yoğunluğunu arttırmıştır. Farklı oranlardaki karbon, PIT metodu ile üretilen MgB_2 teli içine katkılanmış, 4,2 K de ve 8-10 T manyetik alan arasında, en yüksek kritik akım yoğunluğunun %10 C katkısında olduğunu belirlemişlerdir. IMD metodu ile üretilen MgB_2/Fe teli için, yine farklı oranlarda karbon katkısı yapılmış, 4,2 K de ve 10-12 T manyetik alan arasında kritik akım yoğunluk değerleri incelendiğinde %5 karbon katkısının en yüksek değeri verdiğini göstermişlerdir [50].

Kim ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada, çok duvarlı karbon nanotüp katkısının MgB_2 süperiletkeninin kristal yapısı, örgü parametresi, kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklık değerleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Bu çalışmada Mg %99, B % 99 ve çok duvarlı karbon nanotüp % 95 saflık oranında seçilmiştir. $MgB_{2-x}C_x$ bileşiğinde $x=0,2$ belirlenmiştir. Yöntem olarak in-sitü ve PIT yöntemi uygulanan bu çalışmada kılıf materyal olarak Fe seçilmiştir. Hazırlanan Fe kılıf içerisindeki numuneler 900 °C sıcaklık altında 30 dakika boyunca argon gazı altında fırınlanmıştır. Referans olması açısından, aynı koşullarda katkısız bir numune de hazırlanılmıştır. Elde edilen numunelerin x-ışını kırınımı analizi sonuçlarında (1 0 0), (1 0 1), (0 0 2), (1 1 0) düzlemlerine karşılık gelen FWHM değerleri katkısız numune için sırası ile, 0,3080, 0,3920, 0,4280, 0,4280 çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numune içinse sırası ile 0,4000, 0,5100, 0,4280, 0,05520 olarak bulunmuş ve bu genişleme durumu karbon katkısından doğan örgü bozukluklarına bağlanmıştır. T_c değeri katkısız numunede ortalama 38,1 K, katkılı numunede ise 35,4 K olarak bulunmuş ve bu düşüşte karbon oranına bağlanmıştır. Karbonun bora tutunmasına bağlı olarak eşuyum uzunluğunda azalma ve J_c değerinde karbon katkısı ile artma

saptanmıştır. Örgü parametrelerinden 'a' değerinde azalma görülürken 'c' değerinde ise bir değişim görülmemiştir [51].

Dou ve arkadaşları, yapmış oldukları bir çalışmada karbon nanotüp katkısının MgB_2 süperiletkeninin kritik akım yoğunluğu üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. İn-sitü yöntemi kullandıkları çalışmalarında $MgB_{2-x}C_x$ bileşiğinde x miktarını 0, 0,005, 0,1, 0,2, 0,3 olarak, Mg ve B saflıklarını % 99, çok duvarlı karbon nanotüp boyutları 20-30 nm olarak belirlenmiştir. Toz karışım hazırlandıktan sonra hidrolik pres ile sıkıştırılan tozlar Fe tüpe konulmuştur. 700, 750, 800, 850, 900 ve 1000 $^{\circ}C$ 'de argon gazı altında fırınlanarak numuneler elde edilmiştir. Elde edilen numunelerin analiz sonuçlarına göre, fırınlama sıcaklığının artması kritik sıcaklığı azalttığı, yüksek alan altında tüm numunelerde kritik akım yoğunluğu değerinin katkısız numuneye nazaran daha yüksek çıktığı, en yüksek kritik akım yoğunluğunun x=0,2 katkı durumunda görüldüğü yine akı çivilemesine bağlı olarak x=0,3 katkı durumunda kritik akım yoğunluğu en düşük değere sahip olduğu görülmüştür. Fırınlanma sıcaklığının artışı genel olarak tüm numunelerde kritik akım yoğunluğunu arttırmış olduğu fakat 1000 $^{\circ}C$ 'de fırınlanan numunede kritik akım yoğunluğu değeri düştüğü bu durumda karbon katkılarının akı çivileme mekanizması olarak işlediği sonucuna varıldığı görülmüştür [52].

Chandra ve arkadaşları, karbon nanotüp katkısı ile MgB_2 'nin fiziksel bazı özelliklerini inceledikleri çalışmalarında numunelerin hazırlanmasında klasik katıhâl reaksiyon yöntemi kullanmışlardır. Sprey polraysis yöntemi ile elde edilen karbon nanotüpler hazır hâlde alınarak katılanmıştır. Mg ve B saflıklarını % 99, çok duvarlı karbon nanotüp boyutları 5-20 nm olarak belirlenmiştir. $MgB_{2-x}C_x$ bileşiğinde x miktarını yüzdelik olarak 0, 5, 10, 15, 25 ve 35 oranında belirleyip, homojen karışım eldesi için aseton içerisinde tozlar karıştırılmıştır. Karışım hâldeki toz soğuk presleme ile kalıp hâline getirilip oksitlenmeden korumak için Ta folyoya sarılarak argon altında 600 ve 800 $^{\circ}C$ 'de 1 saat 900 $^{\circ}C$ 'de ise 2 saat boyunca saatte 100 $^{\circ}C$ ısıtma hızında fırınlanmıştır. Numunelerin tamamında en güçlü karakteristik pikler (1 0 1) düzlemine ait olduğu görülmüştür. % 10 oranında katkı ile elde edilen numunede örgü parametreleri $a=0,30581$ nm $c=0,3522$ nm olarak katkısız numunede ise $a=0,3083$ nm ve $c=0,3524$ nm olarak bulunmuştur. Bor atomları arasına giren karbon atomları örgü parametresindeki a değerini bir miktar azaltırken c değerinde pek bir değişiklik meydana getirmemiştir. Karbon yüzdeliğinin artışı kritik sıcaklık üzerinde azaltıcı bir etki yaptığı görülmüştür. Kritik akım yoğunluğu değeri en yüksek 900

$^{\circ}\text{C}$ 'de fırınlanan numunede görülmüştür. Katkı yüzdeliği olarak ise en yüksek kritik akım yoğunluğu değeri $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de fırınlanan, % 10 katkı oranına sahip numunede 20 K 'de yaklaşık olarak $2,3 \times 10^3\text{ A/cm}^2$ olarak bulunmuştur. 20 K 'de % 15 ve % 25 oranında katkılanan numunelerde sırası ile kritik akım yoğunluğu değerleri $1,51 \times 10^3\text{ A/cm}^2$ ve $1,0 \times 10^3\text{ A/cm}^2$ olarak ölçülmüştür. Katkılanan numunelerin tamamında bulunan kritik akım yoğunluğu değeri katkısız numuneye oranla daha yüksek çıkmıştır. Öyle ki 20 K 'de katkısız numunede kritik akım yoğunluğu değeri yaklaşık olarak $0,718 \times 10^3\text{ A/cm}^2$ olarak bulunmuştur [53].

Yeoh ve arkadaşları, farklı boyutlarda karbon nanotüp katkılama ile elde ettikleri MgB_2 'nin bazı fiziksel özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, normal yöntemle ve ultrasonikasyon yöntemi ile karıştırılarak numuneler elde etmişlerdir. Ultrasonikasyon yönteminde kolayca buharlaşabilme özelliğinden ötürü homojen karışım eldesini kolaylaştırması adına aseton kullanılmıştır. Boyutsal farkları baz alınarak yapılan isimlendirmede numuneler A, B, C ve D numunesi olarak adlandırılmıştır. A, B, C, D numunelerinin dış çapları (nm) ve ortalama uzunlukları (μm) sırası ile < 8 ve $0,5-200$, $8-15$ ve $0,5$, 200 , $20-30$ ve $0,5-2,00$, $60-100$ ve $5-15$ olarak belirlenmiştir. $\text{MgB}_{1,8}\text{C}_{0,2}$ oranında belirlenmiştir. Karıştırılan numune preslendikten sonra Fe tüp içerisinde argon gazı altında $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 30 dakika boyunca fırınlanmıştır. Normal yolla karıştırılan ve ultrasonikasyon yöntemi ile karıştırılan numuneler kıyaslandığında, ultrasonikasyon yöntemi sonucunda numunelerin yoğunluklarının ve kritik akım yoğunluğunun arttığını bulmuşlardır. Normal yolla karışım ile elde edilen numunelerde birim hücre hacminin daha büyük olduğu görülmüştür. Kritik geçiş sıcaklığı ise tüm numunelerde katkısız numunelere nazaran daha düşük çıkmıştır. Kritik akım yoğunluğunun artışı ve kritik geçiş sıcaklığının azalması karbon nanotüplerin yapı içerisine homojen dağılması ve bu durumda karbon nanotüpler ile MgB_2 arasındaki bağın güçlendirdiğinin sonucu olduğu düşünülmüştür [54].

Yeoh ve arkadaşları, farklı boyutlarda karbon nanotüp katkılama ile elde ettikleri numunelerin bazı fiziksel özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, kullandıkları karbon nanotüplerin boyutsal farkları baz alınarak yapılan isimlendirmede numuneleri A, B, C ve D numunesi olarak adlandırmışlardır. A, B, C ve D numunelerinin dış çapları (nm) ve ortalama uzunlukları (μm) sırası ile < 8 ve $0,5-200$, $8-15$ ve $0,5$, 200 , $20-30$ ve $0,5-2,00$, $60-100$ ve $5-15$ olarak belirlenmiştir. Magnezyum, bor ve çok duvarlı karbon nanotüp tozları, $\text{MgB}_{1,8}\text{C}_{0,2}$ oranında tartılıp klasik katihâl reaksiyon yöntemi ile elde

karıştırılmıştır. Elde edilen numuneler preslendikten sonra argon gazı altında 900 °C’de 30 dakika boyunca fırınlanmışlardır. Karbon nanotüp katkısının kritik akım yoğunluğunu arttırdığı, örgü parametresi a değerinin numunelerin tamamında arttığı ve bu durumun kritik geçiş sıcaklığını azalttığı, karbon nanotüp uzunluğunun azalması topaklanmaları arttırdığı sonuçları saptanmıştır [55].

Patel ve arkadaşları, çok duvarlı karbon nanotüp katkısı ile elde edilen MgB_2 telinin fiziksel özelliklerini inceledikleri çalışmada in-sitü ve PIT yöntemlerini kullanmışlardır. $MgB_{2-x}C_x$ bileşiğinde $x=0,2$ olarak belirlemişlerdir. Karıştırılan Mg, B ve çok duvarlı karbon nanotüp tozları, Fe kılıf içerisinde 850, 900 ve 950 °C sıcaklıklarda argon gazı altında fırınlanmıştır. Elde edilen numunelere ait 4,2 K’de yapılan ölçümlerde en yüksek kritik akım yoğunluğu değeri 900 °C’de fırınlanan numunede görülürken bu değerin en düşük olduğu numune ise 950 °C’de fırınlanan numune olduğu bulunmuştur ve bu değer parçacık boyutunun büyüklüğü ile ilişkilendirilmiştir. Karbonun yapı içerisinde kusurlar oluşturmamasından dolayı katkılı numunelerde kritik geçiş sıcaklığının katkısız numuneye oranla daha düşük olduğu görülmüştür [56].

Yeoh ve arkadaşlarının 2007 yılında yaptıkları bir çalışmalarında, çok duvarlı karbon nanotüp ve nano karbon katkısının MgB_2 tel ve yığın numunesi üzerinde etkilerini incelemişlerdir. $MgB_{2-x}C_x$ bileşiğinde x miktarını 0, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3 olacak şekilde seçmişlerdir. İn-sitü ve PIT yöntemleri ile hazırlanan numuneler 30 dakika boyunca argon gazı altında 800 ve 900 °C’de fırınlanmıştır. Elde edilen numunelerin analizleri sonucunda 900 °C’de fırınlanan numunede; 5 T, 5 K aralığında hem nano karbon hem de karbon nanotüp katkısının kritik akım yoğunluğu üzerinde arttırıcı etki oluşturduğu, $x=0,3$ değerinde bile bu durumun değişmediği dolayısı ile MgB_2 ’nin yüksek oranda dahi karbon katkısına uyum sağladığı, katkı oranı olarak karbon katkısı için $x=0,1$ karbon nanotüp katkısı içinse $x=0,2$ oranının en uygun katkı miktarı olduğu, nano karbon katkısının karbon nanotüp katkısına oranla daha fazla akı çivilemesi etkisi yarattığı dolayısı ile karbon nanotüp katkılı numunenin daha yüksek kritik akım yoğunluğu değerine sahip olacağı, karbonun yapı içerisine yerleşmesi sonucunda örgü parametresi a değerinde azalışın ortaya çıktığı sonuçlarına varılmıştır [57].

Wei ve arkadaşları, kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile elde ettikleri karbon nanotüpleri MgB_2 ’ye katkılararak elde ettikleri numuneyi analiz etmişlerdir. $Mg:(B:C) = 1:2((1-x):x)$

(%) oranı kullanılarak hazırlanan karışım tablet hâline getirilip paslanmaz çelik kılıfa sarılarak argon gazı altında kapalı fırında 2 saat boyunca 950 °C’de sinterlenmiştir. Yapılan analiz sonuçlarında katkılamanın % 10 seviyesinde olduğu MgB_2 ’nin örgü parametresi a değerinde azaltıcı, c değerinde ise arttırıcı bir etki yaptığı görülmüştür. Bu durum karbon atomlarının B-B mekanizmasına yerleşmesine bağlanmıştır. Yine karbon yüzdeliğinin artışı a parametresini arttırmıştır. Kritik geçiş sıcaklığı ise katkılama oranının artması ile azalış göstermiştir [58].

Yapılan çalışmalardan doğan ortak sonuçlardan bazıları; karbon nanotüp katkısının örgü parametrelerinden a parametresini azalttığı, kritik geçiş sıcaklığını düşürdüğü, kritik akım yoğunluğu değerini arttırdığıdır.

3. DENEYSEL YÖNTEMLER

3.1. Numune Hazırlama

Bu tez çalışmasında, numune hazırlamada sıklıkla kullanılan klasik katıhâl reaksiyon yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemin temelinde, belli oranlar ile tartılan tozların belli şartlar altında karıştırılıp elde edilen karışımın, önceden tayin edilmiş bir sıcaklık altında fırınlanması yatmaktadır. Bu yöntemde kullanılacak deney şartları literatürde var olan ve en iyi deneysel sonuçların elde edildiği şartlar gözetilerek tayin edilmiştir. Tozlar stokiyometrik oran hesabı ile tartılmıştır. Tartılan tozlar iki aşamada karıştırılmıştır. Homojenliği elde edebilmek adına otomatik karıştırıcıda 3 saat karıştırılan bor ve magnezyum tozları, hem homojenliği elde etmek hem de çok duvarlı karbon nanotüp yapılarının zarar görmemesi adına, çok duvarlı karbon nanotüpler belli oranda tartılıp bor ve magnezyum tozları ile beraber agad havan kullanılarak 30 dakika boyunca elde karıştırılmıştır. Karıştırılan tozlar belli bir basınç altında hidrolik presle tabletler hâline getirilerek fırınlanmıştır. Fırınlanma esnasında, kontaminasyon ve süblimleşme meydana gelebilmesi ihtimaline karşın, bu durumların yaşanmaması adına, tabletler tantalyum folyolara sarılarak fırınlanmıştır.

Bu çalışmada taban malzeme olarak katkısız MgB_2 ve farklı oranlarda çok duvarlı karbon nanotüp katkılı MgB_2 üretilmiştir. Elde edilen numuneler için magnezyum (Mg) tozu (>% 99 saflıkta, Sigma-Aldrich), amorf nano bor (B) tozu ($\geq$ %95 saflıkta, Sigma Aldrich) ve çok duvarlı karbon nanotüp tozları ($\geq$ %90 saflıkta, Sigma Aldrich) kullanıldı.

Stokiyometrik oranlara bağlı kalınarak 5 g bileşik elde edebilmek için, 2,6461 g magnezyum ve 2,3538 g bor tozları tartıldı. Tartılan tozlar, Retsch-PM 400 marka karıştırıcıda toplamda 180 dakika boyunca karıştırıldı. Bu karıştırma işleminde numunelerin olduğu hazneler, öncelikle 5 dakika sağa dönüp ardından durup 5 dakika bekledi. Daha sonra, 5 dakika sola dönüp ardından durarak 5 dakika boyunca bekledi. Karıştırılan magnezyum ve bor tozları 1'er g olacak şekilde 5 kısma bölündü. Bölünen karışım tozları, 1 parçası taban olarak katkısız üretilmek üzere, diğer 4 parçası ise çok duvarlı karbon nanotüp eklenerek üretilmek üzere ayrıldı. Karışım tozlarına sırası ile toplam ağırlıklarının % 0, 1, 2, 3 ve 4'ü çok duvarlı karbon nanotüp olacak şekilde

katkılama yapıldı. Böylece taban malzeme dâhil 5 farklı toz karışımı elde edildi. Katkılama yapılan tozlar ayrı ayrı 30 dakika boyunca elde karıştırıldı.

Karıştırılan tozlar 2 ton/cm² basınç altında hidrolik pres ile 13 mm çapında tabletler haline getirildi. Preslenen numuneler ayrı ayrı kapalı argon ortamında 1 saat boyunca 650 °C’de fırındı. Fırınlanan numuneler yeniden öğütölüp aynı şartlar altında yeniden preslenip ikinci kez fırındı.

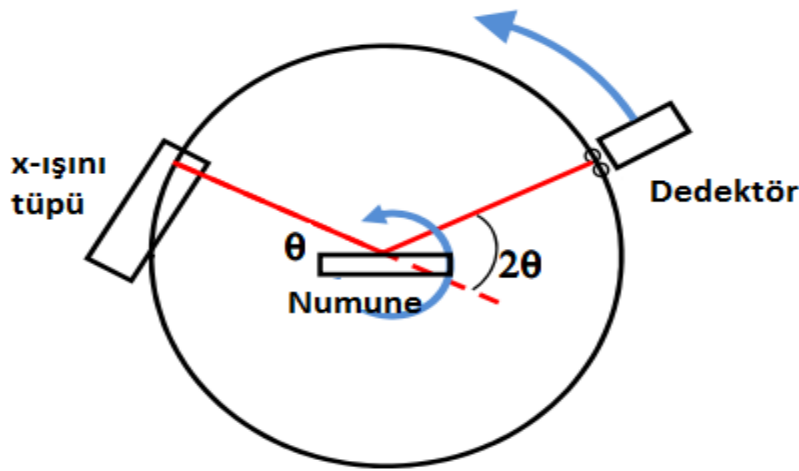
Numunelerin elde edilmesinin ardından numuneler, analizler için Struers marka kesici cihaz ile küçük parçalar hâlinde kesildi. Numunelerin XRD, SEM, R-T, M-H, J_c, mikrosertlik ve dielektrik analizleri yapıldı.

3.2. X-ışını Kırınım Analizi

X-ışınları 1895 yılında Röntgen tarafından keşfedilmiş olsa da, bu ışınların doğası 1912 yılında, x-ışınlarının kristaller tarafından kırınıma uğraması ile anlaşılmıştır. X-ışınının kırınıma uğraması onun bir elektromanyetik dalga olduğunu gösterdi ve maddenin ince yapısının bu ışınlar sayesinde araştırılabileceği anlaşıldı. Kırınım bulgularından önce x-ışını, madde içerisindeki çatlakların veya kırıkların bulunması için kullanılıyordu. Bu maksatla maddenin bir tarafına fotoğraf filmi konularak diğer taraftan da maddeye x-ışınları gönderiliyordu. Maddenin yoğun kısımları x-ışınlarını soğurup film üzerine gölge oluşturularak radyograf elde ediliyordu. Bu sayede de çatlaklar veya kırıklar tespit edilebiliyordu. Bilimsel çalışmaların ilerlemesi ile x-ışınları şu an daha etkili bir biçimde kullanılmaktadır.

Bragg yasalarının analiz sistemlerinde kullanılması ile dalga boyu bilinen x-ışını kullanılarak kristal içinde düzlemlerin d mesafeleri tespit edilebilmiştir. Bu, literatürde genişçe yer edinen yapı faktörüdür. X-ışını kırınım yöntemi; malzemenin örgü parametreleri, kristal yapısı ve Miller indisleri gibi özelliklerinin belirlenmesinde oldukça yaygın kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem uygulama kolaylığı, sonuçları verme doğruluğu, çabuk analiz yapabilme özelliği gibi olumlu yanlarından ötürü jeoloji, çevre bilimi, kimya, fizik, biyoloji, malzeme bilimi, mühendislik gibi birçok farklı sahada çalışan çok sayıda araştırmacının morfolojik analizlerde ilk başvurduğu yöntemlerdendir.

Numunenin kristal yapı tespiti, yapı içerisindeki safsızlıkların hesaplanması, birim hücre boyutları x-ışını kırınım yöntemi ile tespit edilir. X-ışını kırınım yöntemi toz numune için genel olarak şu şekilde uygulanmaktadır: Öncelikle numune, ince bir toz hâlinde lamel üzerine dökülür ve numunenin üzerine bir kat daha lamel konularak ölçüm cihazına yerleştirilir. Ardından x-ışını kaynağı gerekli değerlere ayarlanır. Numune etrafında dairesel olarak dolanan x-ışını kaynağı, numuneye ışınlar yollayarak yansıyan ve soğurulan ışınlar elde ederek bir desen oluşturup ölçüm tamamlanır. Şekil 3.1. X-ışını kırınım ölçerinin ölçüm alırken numune etrafında nasıl bir pozisyon aldığını göstermektedir.



Şekil 3.1. X-ışını kırınım ölçerinin şematik olarak çalışma prensibi

X-ışını kırınım ölçerinin birtakım öğeleri bulunmaktadır. Bunlar:

- a) X-ışını kaynağı,
- b) Numune,
- c) Optik ışın,
- d) Açı ölçer,
- e) Numune tutucu,
- f) X-ışını detektörüdür.

Sistemde numune ile x-ışını kaynağı arasındaki açı Θ , x-ışını kaynağı ile x-ışını dedektörü arasındaki açı ise 2Θ 'dır. Kırınım desenleri üretilmesi için Θ ile 2Θ arasında tarama yapılır. Bu açı aralığında kaynak sabit tutulurken dedektör farklı açılarda numune etrafında dolandır. Analizi yapılan numunenin kristal yapısı ve ölçüm yapmak istediğimiz süreye göre

tarama açıları değişkenlik gösterebilir. Genellikle tanınmayan bir numune için tarama aralığı olabildiğince geniş tutulur.

X-ışını kaynağı için genel olarak olarak molibden, bakır, demir ve krom kullanılmaktadır. Dedektör olarak yaygın bir şekilde orantılı dedektör, sintilasyon dedektörü ve katihâl dedektörü kullanılmaktadır.

Bu tez çalışmasında elde edilen numunelerde, karakteristik düzlem piklerinin oluşup oluşmadığı, pikler oluştu ise hangi şartlar altında en düzgün yapının oluştuğu, numunelerin kristal büyüklüğü ve diğer farklı kristografik özelliklerini tayin etmek maksadı ile x-ışını kırınımı analizleri yapılmıştır.

3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

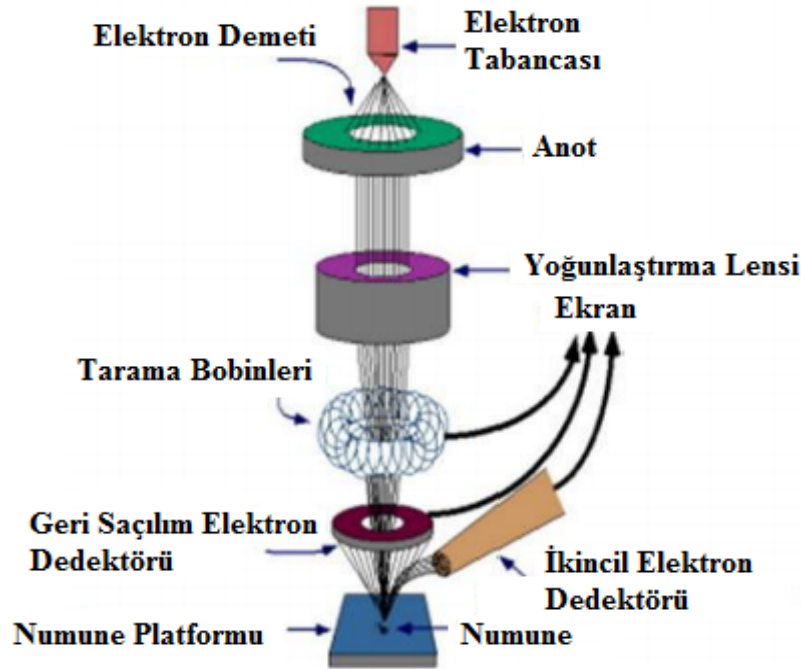
Taramalı elektron mikroskobu (SEM), malzemelerin yüzey analizlerini yapabilmek için kullanılan bir cihazdır. Bu cihazda genel olarak bir elektron tabancasından çıkan elektronların hedef malzemeye gönderilip, hedef malzeme ile elektronların etkileşiminden faydalanılır. Elektronlar hedef malzeme ile etkileşince birtakım sinyaller elde edilir ve bu sinyaller toplanarak bir görüntüye dönüştürülür. Taramalı elektron mikroskobunda kullanılan elektron kaynakları; tungsten, lanthanum, hekzaboraid ya da alan emisyonlu elektron tabancası olabilmektedir.

Bir taramalı elektron mikroskobu;

- a) Elektron kaynağı,
- b) Elektron lensleri,
- c) Örnek zemini,
- d) Dedektör,
- e) Ekran / veri çıkış cihazları gibi ekipmanlardan meydana gelir.

SEM analizi, çözme derinliğinin yüksekliği, çözünürlüğün ve odaklanmanın yüksek olması, geometrik olarak düzgün olmayan cisimlerinde incelenebilmesi gibi özelliklerinden dolayı sıklıkla tercih edilen bir morfolojik analiz yöntemidir. Fakat bu yöntemde verimli sonuç alınabilmesi için, görüntüleme işlemi birden farklı noktada ve farklı görüntü büyütmelerinde yapılmalıdır. Aksi hâlde tek bir noktadan tek bir büyütme

durumunda alınan görüntüler, numunenin genel durumu için yanıltıcı veriler verebilmektedir. Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimidir [59].



Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobunun şematik gösterimi



Resim 3.1. Taramalı elektron mikroskobu

Resim 3.1. bu tez çalışmasında elde edilen numunelerin analizi için kullanılan Jeol-JSM 6060 LV marka taramalı elektron mikroskobudur. Bu mikroskop ile farklı büyütme oranlarında görüntüler alınarak yapı hakkında morfolojik yorumlar yapılmıştır.

3.4. Mikrosertlik Ölçümü

Malzemelerin mekanik özelliklerinden olan sertlik, malzemenin dışsal bir etkiye karşı kendi yapısal bütünlüğünü bozmadan dayanabilme eşiğidir. Sertlik malzemenin diğer mekanik özellikleri ile bağlantılı olduğu için, malzeme açısından ölçümü oldukça önemlidir. Örneğin sertliği fazla olan bir malzemenin işlenebilmesi daha güçtür, ya da bazı malzemelerde sertliğin artması boyca uzamayı engellemektedir. Dolayısı ile sertlik parametresi diğer birçok mekanik özellikle bağlantılıdır. Malzemelerin sertlikleri, günümüzden önceki dönemlerde, birbirlerine sürtülerek çizilebilir olma durumuna göre tayin ediliyordu. Bu temel düşünce zaman içerisinde geliştirilerek günümüzde hem endüstriyel alanda hem de bilimsel çalışmalarda sıklıkla başvurulanan mikrosertlik ölçümlerine dönüşmüştür. Günümüzde kullanılan mikrosertlik analizleri; Vickers sertliği, Brinell sertliği, Rockwell sertliği, Knoop sertliği ve Berkovich sertliği analizleri olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu tez çalışmasında ise Vickers sertlik analizi kullanılmıştır.

Malzeme üzerinde ciddi hasarlar oluşturmaması, basit ve düşük maliyetlerle uygulanabilmesi, mikrosertlik ölçümlerinin avantajlarından biridir. Mikrosertlik ölçümleri Vickers sertlik analizi doğrultusunda, bazı yaklaşım modellerine göre değerlendirilmektedir. Bunların en çok kullanılanları aşağıda sıralanmıştır.

- a) Meyer kanununa göre sertlik ölçümü
- b) Orantılı numune direnci modeline göre sertlik analizi
- c) Hays-Kendall yaklaşımına göre sertlik analizi
- d) Elastik/Plastik deformasyon modeline göre sertlik analizi
- e) Çentici kaynaklı yarıлма modeline göre sertlik analizi.

Bu analizlerin hangisinin daha net sonuç verdiğini söylemenin doğru olmadığı farklı kristaller üzerinde yapılan mikrosertlik çalışmalarında görülmüştür [60]. Farklı malzemeler üzerinde yapılan deneylerde, mikrosertliğin uygulanan test yüküne bağlı olduğu gözlenmektedir [61-67]. Şekil 3.3. mikrosertliğin test yüküne göre değişimini göstermektedir [68].



Şekil 3.3. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi

Şekil 3.3.'den anlaşılabacağı gibi mikrosertlik ölçümüne tabi tutulan malzemelere ait n değeri 2'den küçük ise malzemede çentik boyut etkisi davranışı gözlemlendiği, n değeri 2'den büyük ise malzemede Ters çentik boyut etkisi davranışının gözlemlendiği görülmektedir. Çentik test yükünün belli bir değerinden sonra malzemeler yükten bağımsız bir mikrosertlik değerine sahip olurlar. Çentik test yükünün belirli bir eşik değerinden sonra, malzemelerin mikrosertlik değerleri doyuma ulaşır ve malzemelerin mikrosertlik değerleri değişmez. Bu duruma plato bölgesi denmektedir. Bu tez çalışmasında, numunelerin mikrosertlik analizleri, Resim 3.2.'de gösterilen Shimadzu HVM-2 model dijital mikrosertlik ölçüm cihazı ile yapıldı. Ölçümde kullanılan uç, yüzeyleri arasında belli bir açı değeri bulunan bir elmas piramittir. Elmas piramit uç, numuneye belli bir kuvveti 5-30 saniye kadar uygulayarak, numune üzerinde kare şeklinde iz oluşturur. İzin köşegen boyutları analiz işlemlerinin yorumlanabilmesi için kullanılır.



Resim 3.2. Mikrosertlik cihazı

Vickers analizlerinde birtakım denklemler kullanılmaktadır.

$$Hv = 1854,4 \frac{F}{d^2} \quad (3.1.)$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (3.2.)$$

$$E = 81,9635 \cdot Hv \quad (3.3.)$$

$$Y \approx \frac{Hv}{3} \quad (3.4.)$$

Burada H_v Vickers sertlik değeri, d_1 ve d_2 numune üzerinde oluşan çentici izinin köşegen uzunluğu, E elastik modülü ve Y gerilme değeridir.

3.4.1. Meyer kanununa göre sertlik ölçümü

Meyer yapmış olduğu çalışmalarla, malzemeye uygulanan zor ile batma derinliği arasında bağ kuran bir kanun geliştirdi.

$$F = Ad^{n_k} \quad (3.5.)$$

Meyer 3.5. denklemi ile bu kanunu matematiksel olarak ifade etmiştir. Burada n_k Meyer üssü, A bir sabittir.

Meyer kanunu malzemenin çentik boyut etkisi ya da ters çentik boyut etkisi davranışı gösterdiğini saptar. Bu saptamayı Meyer üssü belirler ve bu kanunda analiz sonuçlarını yorumlayabilmek için üç farklı durum vardır. Bu durumlar aşağıda sıralanmıştır.

- a) Meyer üssü 2'den küçük ise malzeme çentik boyut etkisi davranışını sergiler
- b) Meyer üssü 2'de büyük ise malzeme ters çentik boyut etkisi davranışını sergiler
- c) Meyer üssü 2'ye eşit ise sertlik uygulanan yüke bağlı değildir yani Meyer kanunu yerini Denklem 3.6.'da tanımlandığı şekli ile Kick kanununa bırakır.

$$P_{max} = Ch_c^2 \quad (3.6.)$$

Aynı zamanda Meyer üssü aldığı değere göre numunenin sert veya yumuşak olduğuna dair fikirler de vermektedir.

3.4.2. Orantılı numune direnci modeline göre sertlik ölçümü

Malzemelerde görülen çentik boyut etkisi davranışının açıklanması için Gong ve arkadaşları ilk olarak orantılı numune direnci modelini geliştirmişlerdir [62]. Daha sonraları Li ve Bradt tarafından da geliştirilen bu yaklaşım, çentik boyut etkisi açıklamada oldukça başarılıdır. Bu modelde mikrosertlik analizi yapılırken bir dizi denklemler kullanılmaktadır.

$$F = W_{PSR}d + A_{1PSR}d^2 \quad (3.7.)$$

$$\frac{F}{d} = W_{PSR} + A_{1PSR}d \quad (3.8.)$$

Burada W_{PSR} ve A_{1PSR} değerleri orantılı numune direnci modelinin öngördüğü (F/d) - d grafiğinden eğim bulunarak hesaplanır. A_{1PSR} gerçek mikrosertlik değeri hesaplamalarında kullanılmaktadır. Bu modelde yükten bağımsız mikrosertlik değeri $H_{PSR}=1854,4.(A_{1PSR})$ eşitliği ile bulunabilmektedir. Bu değer mikrosertliğin yükten bağımsız olduğu kısımdan dolayı bir karakteristik gösterir. Belirli bir malzemenin mikrosertlik değerinden yola çıkarak H ifadesi, Meyer kanunu dışındaki yaklaşımlarda, birer farklı sabit olarak karşımıza çıkmaktadır. Nitekim bu hesaplama ile elde edilen yükten bağımsız mikrosertlik değeri, numunenin Vickers analizi ile bulunan plato bölgesi ile örtüşüp örtüşmediğine bakılarak, kullanılan yöntemin, analizi yapılan numunenin mikrosertlik karakterini açıklamada yeterli olup olmadığı değerlendirilir. Analiz neticesinde elde edilen yükten bağımsız mikrosertlik değeri plato bölgesi aralığında ise, kullanılan analiz yöntemi analiz edilen numunenin mikrosertlik karakterini açıklamak için uygun, yükten bağımsız mikrosertlik değeri plato bölgesi aralığında değilse de analiz edilen numunenin mikrosertlik karakterini açıklamak için uygun bir yöntem değildir denilmektedir.

3.4.3. Hays-Kendall yaklaşımına göre sertlik ölçümü

Herhangi bir malzeme üzerine bir kuvvet (çekme, basma, eğme, kayma, burma gibi) uygulandığında, malzeme belli bir eşik değerine kadar yapısını bozmadan koruyabilmektedir. Fakat bu eşik değer aşıldıktan sonra malzemede telafisi mümkün olmayan hasarlar oluşabilmektedir [69]. Bu hasarlara plastik deformasyon denmektedir.

Hays-Kendall yaklaşımında, bu duruma vurgu yapılarak, belli bir direnç eşiğine kadar uygulanan kuvvetlerde malzeme üzerinde plastik deformasyon oluşmayacağını, elastik deformasyon oluşacağını ortaya koymuştur.

Hays-Kendall yaklaşımında aşağıda belirtilen, Denklem 3.9. ve Denklem 3.10. kullanılmaktadır.

$$F_{etkin} = F - W_{HK} \quad (3.9.)$$

$$F - W_{HK} = A_{1HK}d^2 \quad (3.10.)$$

Bu yaklaşımda yükten bağımsız mikrosertlik değeri $H_{HK}=1854,4.(A_{1HK})$ eşitliği kullanılarak bulunabilir. Bu değer, Vickers yöntemi ile bulunan numuneye ait plato bölgesi aralığında olursa, incelenen numune için Hays-Kendall yaklaşımının numunenin mikrosertlik karakterini açıklamada uygun olduğu, plato bölgesi aralığında değilse de incelenen numune için Hays-Kendall yaklaşımının numunenin mikrosertlik karakterini açıklamada uygun olmadığı sonucuna varılır. Ayrıca W_{HK} değerinin pozitif çıkması, uygulanan yükün numune üzerinde hem plastik deformasyon hem de elastik deformasyon oluşturmak için yeterli olduğu şeklinde yorumlanmaktadır [70].

3.4.4. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre sertlik ölçümü

Bu mikrosertlik ölçüm modelinin temelinde, çentici büyüklüğü ile uygulanan yükün bağlantısı bulunmaktadır. Elastik/plastik deformasyon modeli bu bağlantıyı 3.11. Denklemi ile sağlamaktadır.

$$F = A_2(d_p + d_e)^2 \quad (3.11.)$$

Burada A_2 numuneye ait bir sabittir. d_p ve d_e değerleri Elastik/plastik deformasyon modelinin öngördüğü $F^{1/2}$ - d_p grafiğinden eğim bulunarak hesaplanabilir. Bu yaklaşımda numunenin elastik veya plastik deformasyonlardan hangisi veya hangilerine sahip olduğu noktasında bilgiler alınmaktadır. Dolayısı ile d_e elastik deformasyon ile d_p ise plastik deformasyon ile bağlantılı katsayılarıdır. Bu yaklaşımda yükten bağımsız mikrosertlik değeri $H_{EPD}=1854,4.(A_2)$ eşitliği kullanılarak bulunabilir.

3.4.5. Çentici kaynaklı yarıma modeline göre sertlik ölçümü

Çentici kaynaklı yarıma modeli ters çentik boyut etkisi davranışı gösteren numunelerin mikrosertlik davranışlarını açıklamak amacı ile Li ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir [71].

Bu modelde numuneye uygulanan bir dış yüke karşı toplam numune direnci; elastik deformasyon, plastik deformasyon, numune yarıkları ve ara yüzeylerde uç ya da numune kayması olarak dört ana unsura sahiptir. Bu modelde çentik yarıklarının, numune üzerinde ters çentik boyut etkisi davranışı oluşturabileceği görüşü hâkimdir. Bu yaklaşımda yükten bağımsız mikrosertlik değeri Denklem 3.12. yardımı ile bulunur.

$$H_v = \lambda_1 K_1 \left(\frac{F}{d^2} \right) + K_2 \left(\frac{F^{5/3}}{d^3} \right) \quad (3.12.)$$

Burada d izin çapı, λ_1 , K_1 ve K_2 sabitlerdir. K_1 çentici şekline bağlı iken, K_2 uygulanan yüke bağlı bir parametredir. Plastik malzemelerin ideal formunda $H_v = K_1(F/d^2)$, $\lambda_1 = 1$ ve $K_2(F^{5/3}/d^3) = 0$ iken, kırılğan katılar için $H_v = K_2(F^{5/3}/d^3)$ ve $\lambda_1 = 0$ 'dır. Burada $d = 7h$ olarak alınabilir. Bu eşitlikte h çentinin yüzeyde oluşturduğu izin derinliğidir.

Numune kırılğan ise yükten bağımsız sertlik değeri; $H_v = K \left(\frac{F^{5/3}}{d^3} \right)^m$ denklemi ile bulunabilir.

Bu modelin öngördüğü yorumlar $\ln(H_v) - \ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiği çizilerek yapılabilir. Çizilen grafiğin eğim değerinden elde edilen m değerine göre numunenin çentik boyut etkisi ya da ters çentik boyut etkisi davranışı gösterdiği saptanır. Eğer $m > 0,6$ ise numune çentik boyut etkisi davranışı, $m < 0,6$ olduğunda ise numune ters çentik boyut etkisi davranışı gösterir [72].

3.5. Manyetizasyon Ölçümü

Malzemelerin manyetik özellikleri ile teknolojiye uyarlanabilmeleri arasında bir ilişki vardır. Elektrik jeneratörleri, transformatörler, elektrik motorları, radyolar, ses sistemleri gibi birçok alet, malzemelerin manyetik özelliklerinden yararlanılarak geliştirilmiştir. Bu doğrultuda malzemelerin manyetik özelliklerinin araştırılması birçok çalışmanın konusu olmuştur.

Süperiletken yapılarda ise manyetik özellik, başlı başına bir belirleyici parametredir. Bu bağlamda, süperiletkenlik çalışmalarında yapılan analizlerin başında manyetik analizler yer almaktadır. Literatür örnekleri incelendiğinde oldukça fazla sayıda manyetik özellik çalışmalarına rastlanmaktadır.

E.W. Collings ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada MgB_2/Fe teli PIT yöntemi ile üretilen manyetik özelliklerine bakmışlardır [73].

Bir başka çalışmada çok filamanlı Bi-2223/Ag şerit ve farklı kılıf malzemesine sahip tek ve çok filamanlı MgB_2 teller için alternatif akım (AA) kaybı deneysel olarak ölçülmüş ve teorik olarak manyetik alan şerit yüzeyine dik olarak uygulandığı zaman alternatif akım kaybı hesaplanarak deneysel sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak ferromanyetik malzeme ile kaplanan numunelerin kritik akımlarında artışın yanı sıra alternatif akım kayıplarında azalma gözlenmiş, alternatif akım kaybının manyetik alana bağımlılığında ise sıcaklık arttıkça kaybında doğrusal olarak arttığı belirlenmiştir [30].

Bir başka çalışmada, katkılı MgB_2 süperiletken yığınlar üretilip sıcaklık değişimi ve manyetik alan değişimi altında numunenin manyetik karakteri incelenerek akım taşıma özelliklerine bakılmıştır. Sonuç olarak en düşük kritik sıcaklık değeri % 5 katkılı numunede 38,07 K ve en yüksek kritik sıcaklık değeri % 0,5 katkılı numunede 38,55 K olarak belirlenmiş, 5 K sıcaklığında M-H ölçümlerinden, en yüksek kritik akım yoğunluğu % 0,5 katkılı numunede $1 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$ olduğu bulunmuştur [74].

Bir grup araştırmacı yüksek manyetik alan altında polikristal MgB_2 süperiletkeninin kritik akım yoğunluğunu araştırmış, yapılan ölçümlerle yüksek manyetik alan altında yüksek kritik akım yoğunluğu elde etmek için, paketleme faktörünün kaçınılmaz olduğu sonucuna varmışlardır [75].

Nagamatsu ve arkadaşları yapmış oldukları bir çalışmada MgB_2 numunesi için manyetizasyon ve direnç ölçümlerinden yola çıkarak bu bileşik için kritik geçiş sıcaklığının 39 K olduğunu saptamışlardır [76].

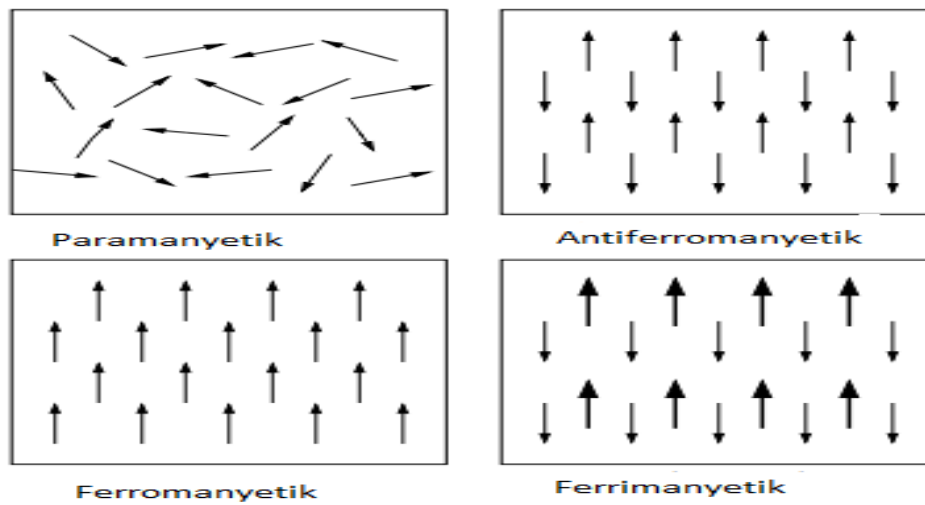
M. Mudgel ve arkadaşlarının farklı katkılama oranları ile NbB_2 bileşiği üzerine yapmış oldukları çalışmada bu bileşiğin manyetik ölçümlerini yapmışlardır. Saf NbB_2 bileşiğinde,

5 K değeriinde negatif manyetik moment gözlenmezken bu bileşikte paramanyetik karakter saptanmıştır. NbB_{2.2} numunesinde, artan ve azalan alan değerlerinde, az miktarda negatif manyetik moment görülmüş, diğer tüm numunelerde ise artan bor katkısı manyetik momente zıt yönde bir etki oluşturmuştur. M-H analizlerinde de niobyum borid bileşiğinin ikinci tip süperiletken olduğu görülmüştür [77].

Maddeler genel olarak;

- a) Ferromanyetik,
- b) Diyamanyetik,
- c) Paramanyetik,
- d) Antiferromanyetik

olarak, manyetik özellikleri açısından gruplanmaktadır. Bağlı manyetik geçirgenlik katsayısı (μ_r) 1'den küçük olan maddelere diyamanyetik madde, bağlı manyetik geçirgenlik katsayısı (μ_r) 1'den büyük olan maddelere paramanyetik maddeler denir. Herhangi bir dış alan olmaksızın kalıcı manyetik momente sahip maddeler ferromanyetik maddeler olarak adlanır. Madde içerisinde komşu atomların ya da iyon çiftlerinin spin momentlerinin birbirlerine zıt yönde dizilmesi durumu maddelerde antiferromanyetizma olarak adlanır. Aynı zamanda bu maddeler dipol yönelimlerine göre de birbirlerinden ayrılmaktadırlar. Şekil 3.4.'da manyetik açıdan gruplanan maddelerin dipol düzenleri görülmektedir [78].

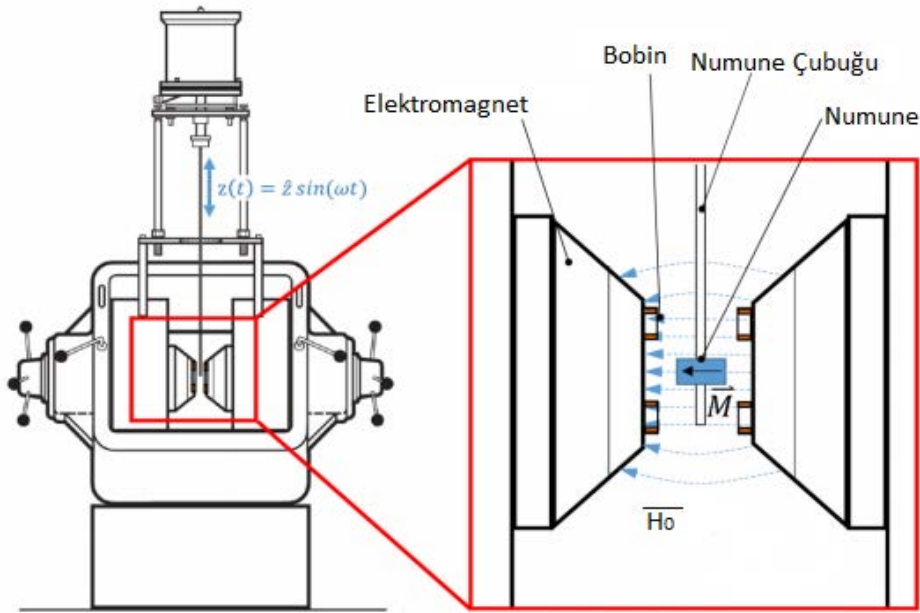


Şekil 3.4. Manyetik malzemelerin dipol düzenleri

Bir malzemenin manyetik karakteri M-H eğrilerinden saptanabilir. Burada M manyetikleşme katsayısı; H ise malzemeye dışarıdan uygulanan manyetik alandır. Aynı zamanda M-H eğrilerinden yola çıkarak yapı içerisindeki safsızlık durumları, tanecikler arası bağlantı güçleri gibi özellikler de anlaşılabilir.

Bu tez çalışmasında, numunelere uygulanan dış manyetik alana karşı numunelerin göstermiş oldukları manyetik moment tepkileri VSM yöntemi ile M-H ölçümü yapılarak saptanmıştır.

VSM yöntemi temelde Faraday'ın akı değişimi ile bobinlerde oluşturulabilecek elektromanyetizma varlığına dayanır. Şekil 3.5.'de genel bir VSM sistemi görülmektedir [79]. Şekilde gösterildiği gibi numune, bobinler arasında hareket ettirilir. Osilatör dönüştürücü yardımı ile dikey titreşimleri, sinüsoidal bir sinyale dönüştürür. Numune belirlenen bir frekans değerinde numune çubuğuna sabitlenir. Numune çubuğu yüksek bir manyetik alan üreten elektromıknatısın iki kutbu arasına merkezlenir. Bobinler elektromanyetik kutuplara konulur. Bobin ve numune çubuğunun manyetik merkezleri böylece çakışır. Numunenin bu şekilde mıknatıslanması bobinlerde bir voltajı oluşturur. Numune periyodik olarak bobinler arasında hareket ettirilir. Ölçümler düzeneği çok küçük manyetik momentlere dahi duyarlı olduğundan bu periyodik hareketlerde var olan manyetik moment değişimleri tespit edilip ölçümlendirme gerçekleştirilir.



Şekil 3.5. VSM sisteminin şematik gösterimi

3.6. Kritik Akım Yoğunluğu Hesabı

Kritik akım yoğunluğu bir süperiletken malzeme için oldukça önemli bir parametredir. Süperiletkenliğe dair yapılan birçok çalışmada, üretilen malzemelerin kritik akım yoğunluklarının artırılmasına odaklanılmaktadır. Malzemeye ait kritik akım yoğunluğu değerinin artırılması, malzeme üzerinden taşınacak akımın miktarını da artacağı anlamına geldiği için enerji transferleri açısından kritik akım yoğunluğunun oldukça önemli olduğu açıkça anlaşılmaktadır.

Kritik akım yoğunluğu değeri tamamen deneysel yolla bulunabileceği gibi yarı deneysel yolla da bulunabilmektedir. Bu tez çalışmasında kritik akım yoğunluğu yarı deneysel yöntem ile bulunmuştur.

1962 yılında Bean tarafından bulunan ve teorik hesaplamalara olanak sağlayan Bean yöntemi oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu yöntemin uygulanabilmesi için manyetizasyon eğrisine ve numune boyutlarına ihtiyaç duyulmaktadır. Denklem 3.13. Bean yönteminin matematiksel formülünü göstermektedir.

$$J_c = 20 \cdot \frac{\Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right)} \quad (3.13.)$$

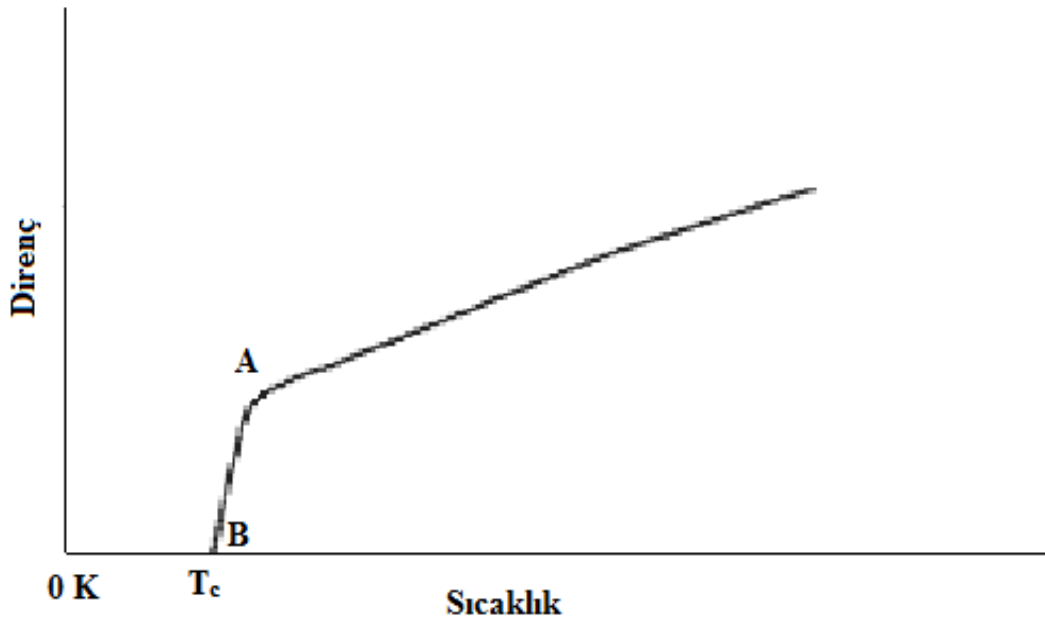
Burada M manyetizasyon değeri, a ve b numune boyutlarıdır. ΔM , M-H grafiğinden elde edilen, numuneye uygulanan dış manyetik alana karşı numunenin vermiş olduğu manyetik tepkinin pozitif ve negatif bölge bandındaki farkıdır [$\Delta M = (M^+) - (M^-)$]. Numune boyutu olan a ve b değerleri cm cinsindendir. Boyutlar uygulanan alana dik ve alınan boyutlardan a, b'ye nazaran daha küçük olmalıdır. Şayet b değeri a değerinden küçük olursa Denklem 3.14. kullanılmaktadır.

$$J_c = 20 \cdot \frac{\Delta M}{b \left(1 - \frac{b}{3a}\right)} \quad (3.14.)$$

3.7. Sıcaklığa Bağlı Elektriksel Direnç Ölçümü

Süperiletkenlik çalışmalarında oldukça önemli ve süperiletkenliğin varlığının bir göstergesi olan ölçüm yöntemlerinin başında elektriksel direnç ölçümleri gelmektedir. Bu yöntemde belli bir manyetik alan altında soğutulan malzemenin kritik geçiş sıcaklığı değerlerinde

elektriksel direncinin sıfıra inmesi beklenir. Bu beklenti karşılanınca malzemenin süperiletken olarak üretildiği sonucu ortaya çıkar. Bu sonuç elde edildikten sonra süperiletkenliğe has diğer ölçümlere devam edilebilir. Örneğin kritik geçiş sıcaklığı bölgesinde elektriksel direnç eğer sıfıra iniyorsa kritik akım yoğunluğu hesabına veya dış manyetik alan altında manyetizasyon tepkilerinin ölçümüne geçilebilir. Şekil 3.6. herhangi bir süperiletkende görölmesi beklenen genel direnç-sıcaklık grafiğini temsil etmektedir.



Şekil 3.6. Herhangi bir süperiletkene ait direnç-sıcaklık grafiği

Şekil 3.6. incelendiğinde azalan sıcaklık yönünde okunan grafik için, sıcaklık kritik sıcaklık değerine ulaşınca elektriksel direncin kaybolduğu görölmektedir. Burada elektriksel direncin sıfıra inmesi bir anda olmamaktadır. Grafik üzerinde işaretlenen A ve B noktaları elektriksel direncin kaybolduğu değere ulaşım basamaklarıdır. A noktası T_c başlangıç, B noktası ise T_c bitiş olarak adlandırılmaktadır yani A noktası geçişin başladığı B noktası ise geçişin bittiği yerdir. Bu iki noktası arası fark ise ΔT_c olarak tanımlanır. ΔT_c ne kadar az ise geçiş o denli kolay olmuş denilebilmektedir. Bu durum süperiletken malzemeler için olumlu bir özelliktir. Resim 3.3. bu tez çalışması ile elde edilen numunenin, sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümü için gümüş ile kontaklanmış hâlini göstermektedir.



Resim 3.3. Sıcaklığa bağılı elektriksel direnç ölçümü için hazırlanan numune



Resim 3.4. Soğutucu üniteli direnç ölçüm cihazı

3.8. Dielektrik Ölçüm Yöntemi

Bu tez çalışmasında elde edilen numunelerin frekansa bağlı dielektrik kapasitelerinin ölçülmesi amacı ile oda sıcaklığında, farklı bias voltajlarında dielektrik ölçümleri Resim 3.5.'te gösterilen, LCR Meter ST 2826 cihazı ile yapılmıştır.



Resim 3.5. LCR Meter ST 2826 cihazı

LCR metrenin kelvin probe (dört tel kontak) olarak adlandırılan bağlantı ekipmanı kullanılarak 13 mm çapında ve 1 mm et kalınlığında yüzeyi pürüzsüz bakır tablet şeklinde elektrotlar arasına numuneler yerleştirilmiştir. Osilasyon sinyali 50 mVrms uygulanarak LCR üzerinden frekansa bağlı kapasitans ölçümleri yapılmıştır.

4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

4.1. Numunelerin Hazırlanması

Bu bölümde numunelerin hazırlanması, analiz parametreleri ve analiz sonuçlarından elde edilen grafik ve çizelgelere yer verilerek numunelere ait analizler sonucu elde edilen veriler tartışılmıştır. Bu tez çalışmasında yapılan deneyler aşağıda gösterilen sıra gözetilerek gerçekleştirilmiştir.

- 1) Numunelerin hazırlanması
- 2) Bor, magnezyum ve çok duvarlı karbon nanotüp tozlarının tartımı ve tartılan tozların karıştırılması
- 3) Karıştırılan tozların tablet hâline dönüştürülmesi
- 4) Elde edilen tabletlerin fırınlanması
- 5) Numunelerin analizler için hazırlanması
- 6) Numunelerin analizlerinin yapılması

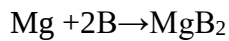
Bu tez çalışmasında elde edilen numuneler 5 farklı kodla isimlendirilmiştir. Herhangi bir katkı olmaksızın üretilen MgB_2 için 0 numunesi, % 1, 2, 3 ve 4 oranında çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numuneler için ise sırası ile 1, 2, 3 ve 4 numunesi isimleri verilmiştir. Literatür örneklerinde MgB_2 deneyleri genelde MgB_2 'de yapı bozuklukları oluşmaması için çok yüksek fırınlama sıcaklıklarında yapılmadığı gibi MgB_2 fazının oluşturulabilmesi için de çok düşük sıcaklıklarda yapılmamaktadır. Nitekim saf MgB_2 oksijensiz ortamda 700 °C ile 1400 °C aralığında sentezlenebilmektedir [80-81]. Dural ve arkadaşları, yüksek enerjili balonlar ve karbon kaynakları kullanarak elde ettikleri MgB_2 bileşiğinin özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, reaksiyon sıcaklığını 1000 °C seçmişlerdir [82]. Ansari nano Fe katkılı MgB_2 'nin ac-duyarlılık ölçümleri ile dinamik davranışını incelediği çalışmasında reaksiyon sıcaklığını 800 °C seçmiştir [83]. Tolendiuly, 2017 yılında yaptığı yüksek argon gazı basıncı altında MgB_2 sentezleme ve analiz çalışmasında reaksiyon sıcaklığını 650 °C ile 1100 °C arasında belirlemiştir [84]. Paranthaman karbon katkısının MgB_2 süperiletkeninin fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerini araştırdığı çalışmasında reaksiyon sıcaklığını 890 °C olarak belirlemiştir [85].

Tampieri ve arkadaşları, sıcak presleme ile üretilen MgB_2 'nin fırınlama sürecinden nasıl etkilendiğini incelediği çalışmalarında, sıcaklık parametresini 1070 °C ile 1190 °C

aralığında belirleyerek ticari MgB_2 'ler üzerinde araştırma yapmıştır [86]. İn situ yöntemi ile üretilen MgB_2 'de oluşacak gözeneklerin incelendiği bir çalışmada Kim ve arkadaşları MgB_2 sentezini $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında yapmışlardır [87]. 2009 yılında, in situ yöntemi ile elde edilen MgB_2 numunelerindeki gözenek şekillerinin incelendiği çalışmada Yi ve arkadaşları MgB_2 'yi $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ile $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığında üretmişlerdir [88]. Yüksek manyetik alan altında, doğal bir karbon kaynağı olan şekerin MgB_2 'ye eklenmesi ile mevcut fiziksel özelliklerinin değişiminin incelendiği bir çalışmada, sentez sıcaklığı $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak belirlenmiştir [89]. Yeoh ve arkadaşları ultrasonikasyon ve doğrudan karbon nanotüp eklenmesinin akı tuzaklaması üzerindeki etkilerini araştırdıkları çalışmalarında, inceledikleri tüm MgB_2 numunelerini $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de sentezlemişlerdir [90]. Literatürdeki örnekler ile karşılaştırıldığında, bu tez çalışması için belirlenen $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'lik fırınlama sıcaklığının MgB_2 oluşumu için uygun bir sıcaklık olduğu açıkça görülmektedir. Katkı maddesi olarak çok duvarlı karbon nanotübün MgB_2 'nin fiziksel özellikleri iyileştirmesi açısından ideal bir tercih olduğu düşünülmektedir.

4.1.1. Bor, magnezyum ve karbon nanotüplerin tartımı ve tartılan tozların karıştırılması

Bu tez çalışması için amorf bor, magnezyum ve çok duvarlı karbon nanotüp kullanılmıştır. Çalışma kapsamında 5 farklı numune hazırlandı ve numunelerden biri yalnızca amorf bor ve magnezyum ile üretilip taban numune olarak kullanıldı. Diğer 4 numune ise toplam ağırlıklarının sırası ile % 1, 2, 3 ve 4'ü çok duvarlı karbon nanotüp olacak şekilde elde edildi. Belirlenen tozlardan 5 g bileşik oluşturmak için şu stokiyometrik hesap kullanıldı: $Mg+2B \rightarrow MgB_2$ genel denkleminde yararlanarak magnezyumun ve borun atom ağırlıklarını kullanıp hesaplamalar yapıldı. Mg atom ağırlığı 24,305 g, B atom ağırlığı 10,81 g. Bu değerlerle 5 g bileşik için kullanacak miktar hesaplanabilir.



$(24,305)+2.(10,81)=45,925$ g toplam bileşik varsa 5 g için orantı kurulabilir.

45,925 g bileşikte 24,305 g Mg varsa

5 g bileşikte 2,6461 g Mg vardır

45,925 g bileşikte 21,62 g B varsa

5 g bileşikte 2,3538 g B vardır

O hâlde 5 g bileşikte 2,6461 g Mg ve 2,3538 g B vardır.

Karıştırma işlemi otomatik karıştırıcı ve agat havanda elle karıştırma olmak üzere iki aşamada gerçekleşmiştir. Öncelikle 5 g karışım için Mg ve B tozları otomatik karıştırıcıda karıştırıldıktan sonra, 1'er g olacak şekilde tartılıp 1 g katkısız, kalan 4 adet 1'er g ise çok duvarlı karbon nanotüp katkıları olarak elle agat havanda karıştırılmıştır. Resim 4.1. tartım için kullanılan hassas terazi göstermektedir.



Resim 4.1. Hassas terazi

Toplamda 5 g olacak şekilde tartılan magnezyum ve bor Resim 4.2.'de gösterilen Retsch PM 400 marka otomatik karıştırıcı cihazı ile 3 saat boyunca karıştırılmıştır.



Resim 4.2. Otomatik karıştırıcı

Bu cihaz iki adet haznenin eş zamanlı ve dengeli bir biçimde dönmesi ile karıştırma işlemini gerçekleştirir. Haznenin birisine karışacak tozlar ve karışıma yardımcı olacak agat bilyeler, diğer hazneye ise 1/10 ağırlık oranında agat bilye konuldu. Cihaz çalışırken her iki haznede eş zamanlı döndü. Burada dönme hızı 111 rpm olarak belirlendi. Karıştırma esnasında hem çok hızlı dönme sonucu oluşacak ısı ile karıştırılan tozlara zarar vermemesi adına hem de toz karışımında gerekli homojenlik sağlanması adına, hazneler 5 dakika sağa dönüp 5 dakika durduruldu, ardından 5 dakika sola dönüp 5 dakika durduruldu. Toplamda 3 saat karıştırıcıda işlem gördükten sonra tozlar alınıp 5 farklı saklama kabına 1'er g olarak ayrıldı.

0 numunesine herhangi bir katkı yapılmadı. Toplam ağırlığı 1 g olan 1 numunesine, numunenin toplam ağırlığının % 1'i kadar çok duvarlı karbon nanotüp eklendi ve 0,01 g çok duvarlı karbon nanotüp ile 1 g magnezyum bor karışımı Resim 4.3.'te gösterildiği gibi agat havanda elle 30 dakika boyunca karıştırıldı. 2, 3 ve 4 numunesine de yüzdelik oran hesabı yapıldıktan sonra sırası ile 0,02, 0,03, 0,04 g çok duvarlı karbon nanotüp eklenerek her bir numune ayrı ayrı agat havanda manuel 30 dakika boyunca olarak karıştırıldı. Bu sayede 5 numunede sırası ile % 0, % 1, % 2, % 3 ve % 4 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp miktarı elde edilmiş oldu.



Resim 4.3. Agat havanda elle karıştırma

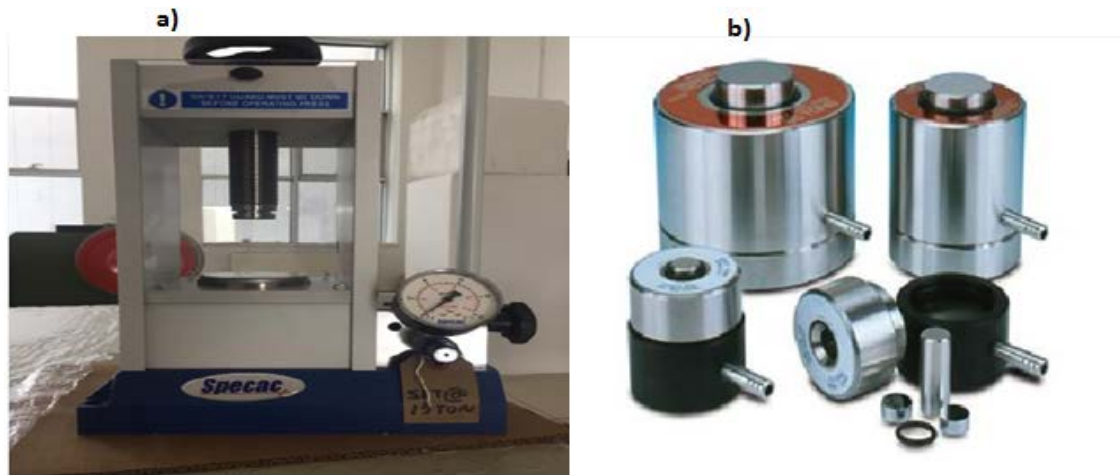
Çok duvarlı karbon nanotüplerin otomatik cihazda karıştırılma durumunda zarar görebilme ihtimaline karşı, elde agat havan kullanarak çok bir baskı uygulamadan homojen olarak karıştırılmaya çalışıldı. Karıştırma işleminin ardından, tozların tabletlenme basamağına geçildi. Resim 4.4. elde edilen toz karışımı göstermektedir.



Resim 4.4. Toz hâldeki karışım

4.1.2. Karıştırılan tozların tablet hâline dönüştürülmesi

Oluşturulan toz karışımında tanecikler arası boşlukları azaltmak ve daha güçlü tanecikler arası bağlantı sağlamak amacı ile elde edilen toz karışımlar Specac marka hidrolik presleme aleti ile preslenip tabletler hâline dönüştürülmüştür. Resim 4.5.a. hidrolik presleme aletini Resim 4.5.b. ise tablet kalıplarını göstermektedir.



Resim 4.5. a) Manuel presleme aleti b) Tablet kalıpları

Tabletleme işlemi aşağıdaki basamaklar takip edilerek yapılmıştır:

1. Karışımlar ayrı ayrı her biri 0,5 g olacak şekilde tartıldı. Bu sayede her numuneden 2 adet tartım oluşturuldu.
2. Tablet kalıplarının içerisine numune desteklemesi için paslanmaz çelik ham maddeli tablet konuldu.
3. 0,5 g hâlinde tartılan toz karışım, kabın silindir şeklindeki geometrik görüntüsünü alacak biçimde yavaşça ve düzeltilerek konuldu.
4. Toz karışımın üzerine bir başka paslanmaz çelik ham maddeli tablet konulup sıkıştırma çubuğu yerleştirildi.
5. Tablet kalıbı presleme aletine konulup 2 ton/cm² basınç altında sıkıştırıldı ve 5 dakika bu şekilde beklendi.

Resim 4.6.'da gösterildiği gibi silindirik tabletler elde edildi ve tabletler fırınlanma işlemine hazırlandı.



Resim 4.6. Elde edilen tablet

4.1.3. Elde edilen tabletlerin fırınlanması

Tablet hâlinde hazırlanan numuneler, henüz sıkıştırılmış birer karışım olduğu için bileşiğe dönüşmesi adına belli bir reaksiyon sıcaklığına erişilmelidirler ki numuneyi oluşturan elementler enerjilerini artırıp reaksiyona girebilecek hâle gelsinler. Yapılan çalışmalarda MgB₂ oluşumu ortalama 650 °C dolaylarında gerçekleşmektedir. Bu değer magnezyumun erime sıcaklığına da karşılık gelmektedir. Dolayısı ile yapılacak bir MgB₂ çalışmasının bu sıcaklık değeri altında yapılmaması gerektiği aksi hâlde yapının oluşamayacağı açıkça görülmektedir. Hazırlanan tabletlerin, fırınlanma esnasında herhangi bir kontaminasyona uğramaması ve sıcaklıkla oluşacak süblimleşmenin önüne geçilebilmesi adına Resim 4.7.'de gösterildiği gibi tantalum folyolar ile ayrı ayrı sarıldılar.



Resim 4.7. Herbir tabletin tantalyum folyoya sarılması

Tabletler 650°C 'de ayrı ayrı, kapalı çelik tüp içerisinde, 8 bar argon gazı altında 60 dakika boyunca fırındı. Fırında çelik tüp içerisinde havanın uzaklaştırılması için vakumlama işlemi yapıldı. Çelik tüpün içi belirli bir süre vakumlandıktan sonra ortama % 99,99 saflıkta argon gazı verilip tekrar vakumlama işlemi uygulandı. Bu işlem birkaç kez tekrarlanarak çelik tüp içerisindeki hava tamamen uzaklaştırılıp çelik tüp içerisinde argon atmosferi oluşturuldu. Fırın içi sıcaklık değeri, dakikada 5°C artacak biçimde ayarlandı ve hedef sıcaklık değeri olan 650°C 'ye ulaşıldıktan sonra, bu hedef sıcaklıkta 60 dakika beklenip fırınlanma işlemi tamamlandı. Numunelerin fırınlanması Ankara Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhâl Laboratuvarı'nda, Resim 4.8.'de gösterilen Vecstar marka yatay fırın ile yapılmıştır.



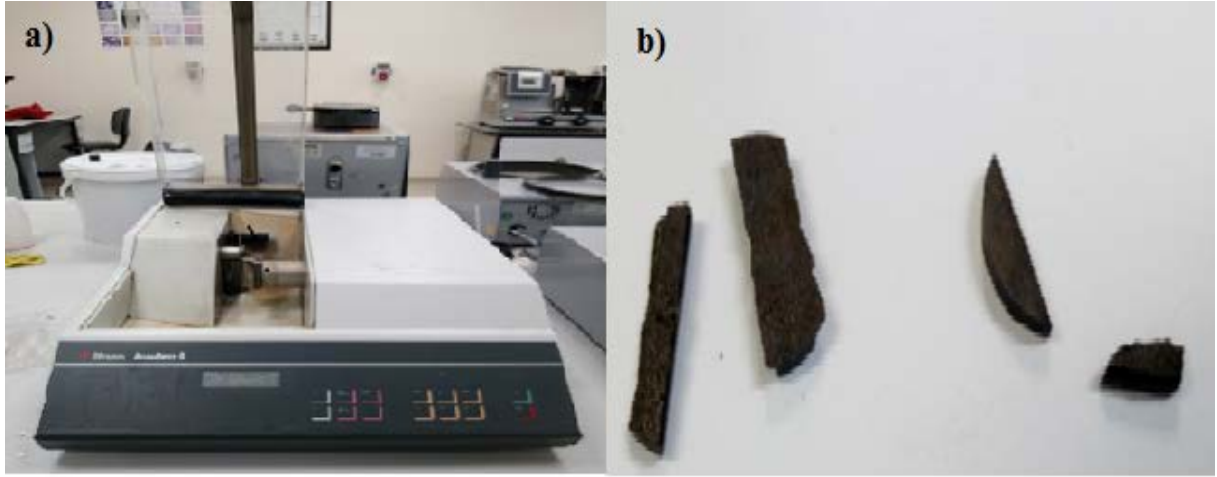
Resim 4.8. Yatay fırın

Fırınlanma işleminin ardından alınan tabletler yeniden agat havanlarda öğütülüp, preslenip ikinci kez bir daha fırınlanmıştır.

Öğütülme sonucu elde edilen tozların ikinci kez presleme ve fırınlama işleminde kullanılan deney şartları, yapılan ilk işlemlerde kullanılan deney şartlarına bağlı kalınarak gerçekleştirilmiştir.

4.1.4. Numunelerin analizler için hazırlanması

Elde edilen numunelerin analizlerinin bir kısmı tahribatlı olduğundan ve her bir analizin farklı bir merkezde yapılmasından ötürü numuneler her bir ölçüm için sağlıklı verilerin elde edilebilmesi adına, Resim 4.9.a’da gösterilen Struers Accutom-5 marka kesim cihazı ile kesilerek Resim 4.9.b’de gösterildiği gibi küçük parçalara ayrılmıştır.



Resim 4.9. a) Struers Accutom-5 marka kesim cihazı b) Kesilmiş hâldeki numuneler

Bu basamağın ardından numunelerin analizleri basamağına geçilmiştir.

4.2. X-ışını Kırınımı Ölçüm Sonuçları

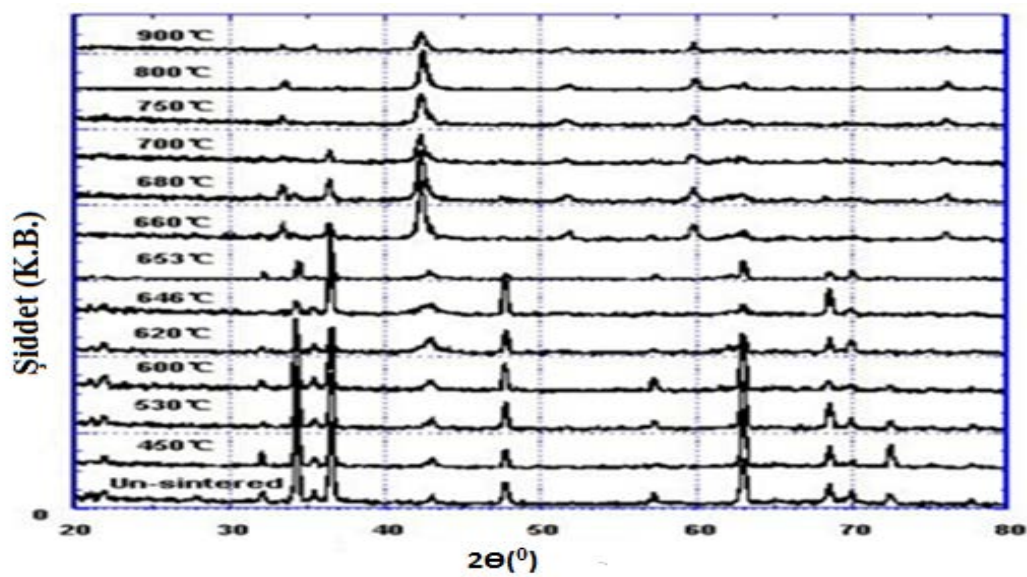
Bu tez çalışmasında elde edilen numuneler, Resim 4.10.’da gösterilen Rigaku MiniFlex 2 marka X-ışını kırınım ölçer cihazı ile dalga boyu $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$, 40 kV, 30 mA CuK_α ışını kullanılarak dakikada 0,02 derecelik bir tarama ile $2\Theta=20^\circ-80^\circ$ aralığında, x-ışını kırınımı analizine tabi tutulmuştur. Bu ölçüm Ankara Üniversitesi Fizik Bölümü Katihâl Laboratuvarı’nda yapılmıştır. Kristografik analizin yapılması bizlere, deneysel çalışma sonucu oluşturulan numunenin MgB_2 olup olmadığını saptayabilmek, farklı yapıların oluşup oluşmadığına bakabilmek, hangi katkılama oranı ile elde edilen numunede MgB_2

yapısının daha düzgün oluştuğunu görebilmek, elde edilen numunelerin kristal büyüklüğü analizini yapabilmek gibi birtakım avantajlar sunmaktadır.



Resim 4.10. X-ışını kırınım ölçer cihazı

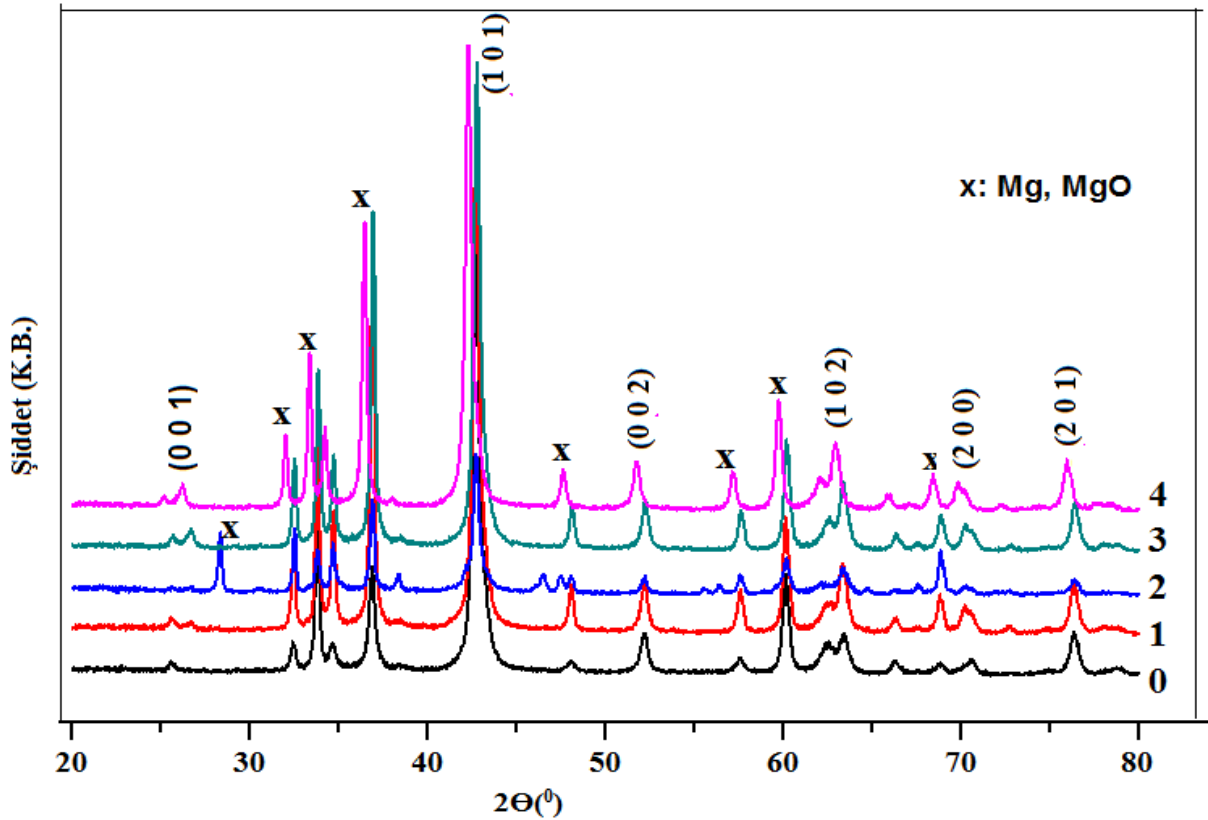
Şekil 4.1.'de farklı sıcaklıklarda elde edilen MgB_2 numunelerinin x-ışını kırınımı desenleri gösterilmiştir [91]. Desenler incelendiğinde, magnezyumun erime sıcaklığı dolaylarında yapı oluşumunun başlamış olduğunu ve MgB_2 'ye ait $42,00^\circ$ lik düzlem pikinin bu sıcaklık değerinden sonra baskınlaşmaya başladığı görülmüştür. Bu tez çalışmasında belirlenen 650°C 'lik fırınlanma sıcaklığı literatür değerleri ile uyumludur.



Şekil 4.1. Farklı sıcaklıklarda üretilen MgB_2 numunelerine ait x-ışını kırınımı grafiği

Bu tez çalışmasında üretilen numunelere ait x-ışını kırınım deseni Şekil 4.2.'de gösterilmektedir. Şekil 4.2. incelendiğinde MgB_2 'ye ait (0 0 1), (1 0 1), (0 0 2), (1 0 2), (2 0 0) ve (2 0 1) karakteristik düzlem pikleri tüm numunelerde görülmektedir. (1 0 1) düzlemine ait pikin diğer düzlemlere ait piklerden daha şiddetli olduğu görülmektedir. Dolayısı ile yapılan deneyler neticesinde istenilen MgB_2 yapısının olduğu açıkça görülmektedir.

2 nolu numuneye ait (1 0 1) düzlem pikinin genişliği diğer numunelere nazaran daha dardır. Pik genişliğinin dar olması kristografik geçişin daha hızlı ve daha düzgün olduğuna, kristalitenin de daha iyi olduğuna işaret eder [92]. MgB_2 bileşiğine ek olarak tüm numunelerde üretim koşullarına bağlı olarak bir miktar safsızlık pikleri görülse de, bu durum genel yapının bozulmasına sebep olacak ölçüde değildir.



Şekil 4.2. Elde edilen numunelere ait x-ışını kırınımı grafiği

X-ışını kırınım desenlerinde pik şiddetlerinin artması yapı içerisinde safsızlığın azaldığı ve tanecikler arası bağın arttığına işaret eder. Elde edilen numunelerde katkılamaya bağlı olarak tüm düzlem piklerinde bir miktar genişleme görülmektedir. Bu durum çok duvarlı karbon

nanotüp katkılanması sonucu yapıya dâhil olan çok duvarlı karbon nanotüp atomlarının, magnezyum ve bor atomları arasına girmesi ile olmaktadır. Bu durumda, magnezyum ve bor atomları arasındaki bağın bir miktar strese maruz kaldığı, dolayısı ile örgü parametrelerinde bozukluk ve kristal yapının zarar gördüğü düşünülmektedir. Katkı oranına bağlı olarak MgB_2 'ye ait düzlem piklerinde kaymalar gözlenmektedir. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüp ve bor atomlarının iyon yarıçaplarının farklı olmasından dolayı, yapıya ait örgü parametrelerinin azalmasına sebep olduğunu göstermektedir.

Kristal büyüklüğü hesabı Scherrer Denklemi ile yapılmaktadır [93]. Elde edilen her bir numunenin kristal boyut analizi Denklem (4.1.) ile formüle edilen Scherrer Denklemleri kullanılarak yapılmıştır.

$$D = \frac{K.\lambda}{\beta.\cos\theta} \quad (4.1.)$$

Burada D kristal büyüklüğü (nm), K Scherrer sabiti (0,9), λ x ışını kaynağından gönderilen ışının dalga boyu (0,15418 nm), β en şiddetli pikin yarı pik genişliği (FWHM) (radyan) ve θ ; pik açısı (radyan) olarak tanımlanmaktadır. Denkleme ait β ve θ değerleri, en keskin pik değerine karşılık gelen (1 0 1) düzlem piki kullanılarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamada dikkat edilmesi gereken husus, derece cinsinden verilen β ve θ değerlerinin dereceden radyana çevrilerek denklemde kullanılmasıdır.

Yapılan hesaplamalar sonucu, 0 numunesinin kristal büyüklüğü 21,50 nm, 1 numunesinin kristal büyüklüğü 19,68 nm, 2 numunesinin kristal büyüklüğü 20,03 nm, 3 numunesinin kristal büyüklüğü 19,83 nm ve 4 numunesinin kristal büyüklüğü 21,37 nm olarak bulunmuştur. Çok duvarlı karbon nanotüp katkısı kristal büyüklüğü üzerinde azaltıcı bir etki yapmıştır.

Elde edilen 0, 1, 2, 3 ve 4 numunelerinin en şiddetli düzlem piki olan (1 0 1) pikine karşılık gelen 2θ açıları sırası ile $42,38^\circ$, $42,94^\circ$, $42,79^\circ$, $42,55^\circ$, $42,40^\circ$ olarak bulunmuştur. Yapılan hesaplamalar sonucunda, 0, 1, 2, 3 ve 4 numunelerinin düzlemler arası mesafeleri sırası ile 0,2132 nm, 0,2106 nm, 0,2113 nm, 0,2124 nm, 0,2131 nm olarak bulunmuştur. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüp katkısının düzlemler arası mesafeyi arttırdığı sonucunu vermektedir.

Elde edilen numunelerin örgü parametrelerinin bilinmesi fiziksel açıdan yapının yorumlanabilmesi için önemli bir ölçüttür. Bu bağlamda MgB_2 'nin hekzagonal yapıda olduğu bilindiğinden ötürü Denklem 4.3. ile gösterilen hekzagonal yapı için örgü parametresi hesaplama denkleminde yararlanılarak elde edilen yapının örgü parametreleri bulunmuştur.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left[\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.2.)$$

Bu denklemde d düzlemler arası mesafe, h, k, l Miller indisleri, a ve c örgü parametreleridir. Hekzagonal yapıda $a=b$ olduğundan bulunan a değeri aynı zamanda b değeri olarak tanımlanır. Hekzagonal yapıda yükseklik parametresi c olarak tanımlanır. Örgü parametresinin bulunabilmesi için öncelikle (0 0 2) düzlem pikinden yola çıkarak her bir numunenin c parametresi bulunmuştur. Ardından en şiddetli pike sahip olan (1 0 1) düzlemi kullanılarak a ve b parametreleri bulunup Çizelge 4.1. oluşturulmuştur.

Kristallerin mekaniksel, elektriksel, manyetiksel ve optiksel gibi özellikleri yönelime bağlı olarak düzlemlere göre değişmektedir. Bu yüzden bu tez çalışması boyunca daha çok, en şiddetli pike sahip (1 0 1) düzlemi üzerinde tartışılmıştır. Çizelge 4.1. elde edilen numunelerin örgü parametrelerini göstermektedir.

Çizelge 4.1. Elde edilen numunelerin örgü parametreleri

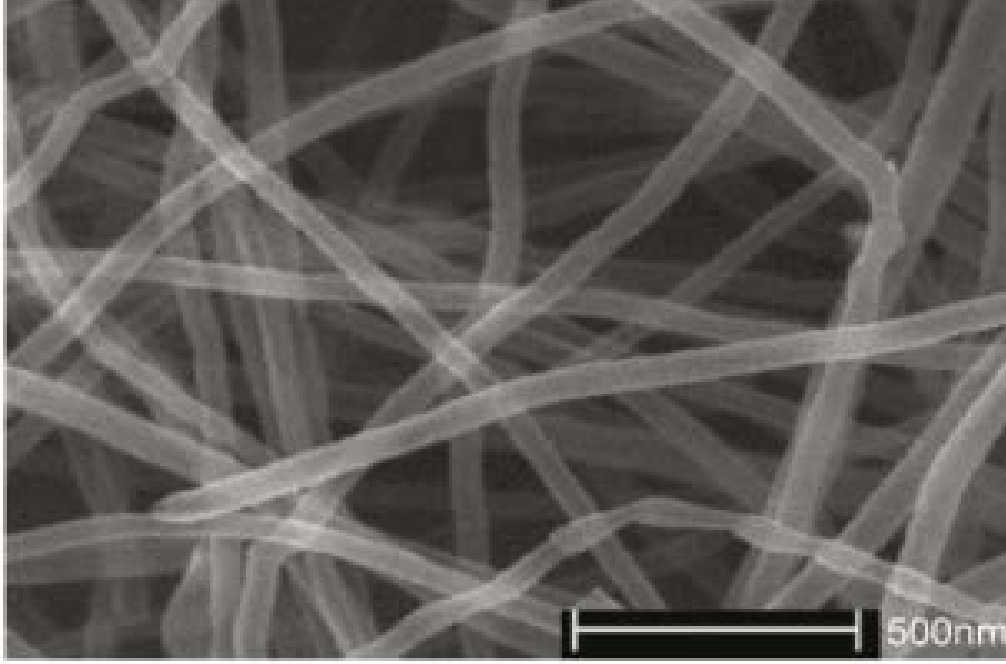
Numune	a=b (nm)	c (nm)
0	0,2842	0,4264
1	0,2806	0,4212
2	0,2817	0,4226
3	0,2832	0,4248
4	0,2840	0,4262

4.3. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçüm Sonuçları

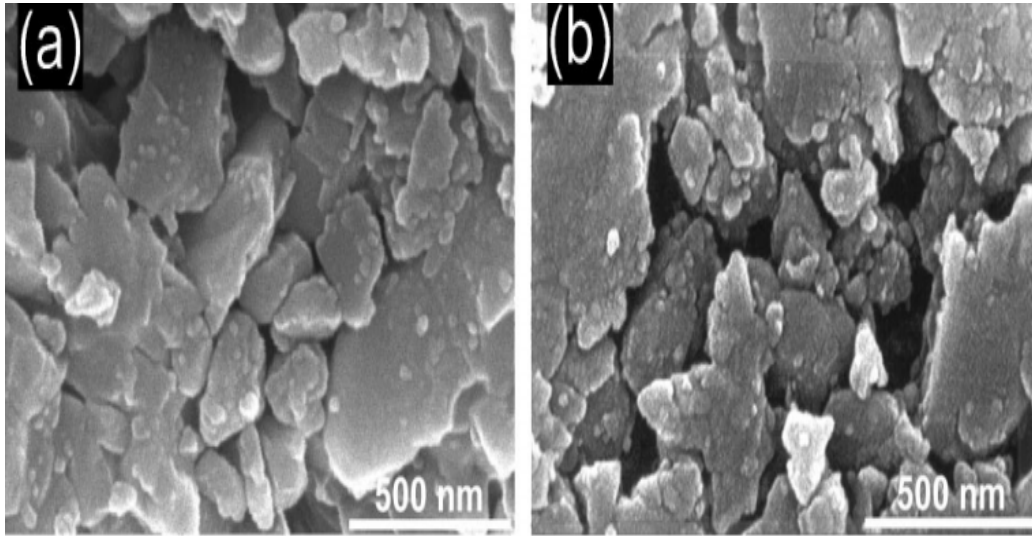
Numunelerin morfolojik yapısının anlaşılabilmesi adına Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Laboratuvarı'nda, Resim 3.1.'de gösterilen Jeol JSM-6060 LV marka cihaz ile numunelerin, farklı büyütme oranlarında fotoğrafları alındı. Alınan fotoğraflarda MgB_2 ve çok duvarlı karbon nanotüplere ait karakteristik görüntülere ulaşıldı.

Malzemelerin SEM fotoğrafları alınıp bu fotoğraf yardımı ile malzemelerin morfolojik analizleri yapılırken dikkat edilmesi gereken bir takım hususlar vardır. Küçük bir malzemeden oldukça yüksek büyütme oranlarında fotoğraflar alındığından ötürü yüzeyin birbirine yakın birden fazla fotoğrafının alınması sağlıklı bir analiz için önemlidir. Çünkü az sayıda fotoğraflama işlemi yapılırsa yalnızca odaklanılan yüzeyin görüntüleneceğinden dolayı genel bir yorum yapabilmek güçleşir. Bu nedenle olabildiğince çok fotoğraf alınmalıdır. Eğer birden çok numune kıyaslanacak olursa bu durumda da her bir numune için çok sayıda fotoğraf alınmalı aynı zamanda da alınan fotoğrafların kıyaslanabilmesi adına malzemelerin eşit büyütme oranlarında fotoğrafları alınmalıdır. Malzemelerin iletkenlik ve yalıtkanlık durumlarına göre de fotoğraflama öncesi malzeme hazırlık aşamaları farklılıklar göstermektedir. Bu tez çalışmasında numuneler 20 kV'de 2500 ve 5000 büyütme oranlarında fotoğraflanmıştır.

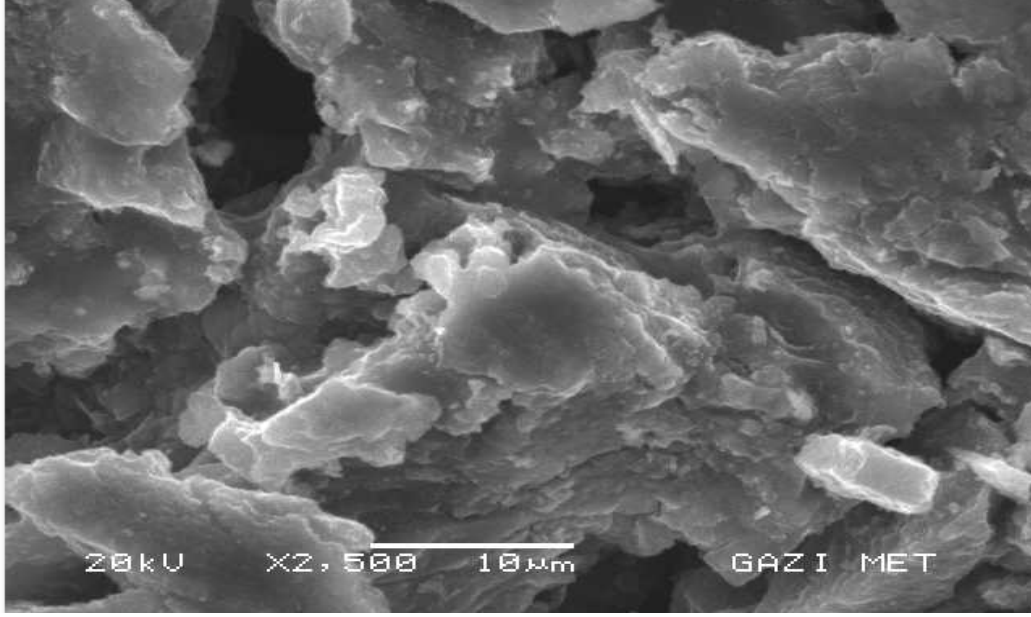
Resim 4.11. Çok duvarlı karbon nanotüplerin taramalı elektron mikroskobu fotoğrafıdır [94]. Bu resim çok duvarlı karbon nanotüplerin tüp şeklinde görüleceğini anlatmaktadır. Bu resimde görülen çok duvarlı karbon nanotüpler eğer bir yapıya katkılama yolu ile dâhil edilirse genel olarak yapı yüzeyinde tekli hâlde ya da toplu ipliksi yumakları hâlinde gözlenmektedir. Bu gözlemlenen çok duvarlı karbon nanotüp şekilleri deney şartlarına bağlı olarak küçük değişiklikler gösterse de, çok duvarlı karbon nanotüplere ait karakteristik tüp şekli her zaman korunmaktadır. Resim 4.12. saf MgB_2 'ye ait SEM fotoğraflarını göstermektedir [95]. Bu fotoğraflarda Mg ve B yapısal olarak yan yana bulunmaktadır. Bu durum elde edilen bileşiğin oluşturulabilmesi açısından önem arz etmektedir. Bu tez çalışması ile elde edilmiş numunelerin SEM fotoğrafları Referans 94 ve Referans 95 ile oldukça uyumludur.



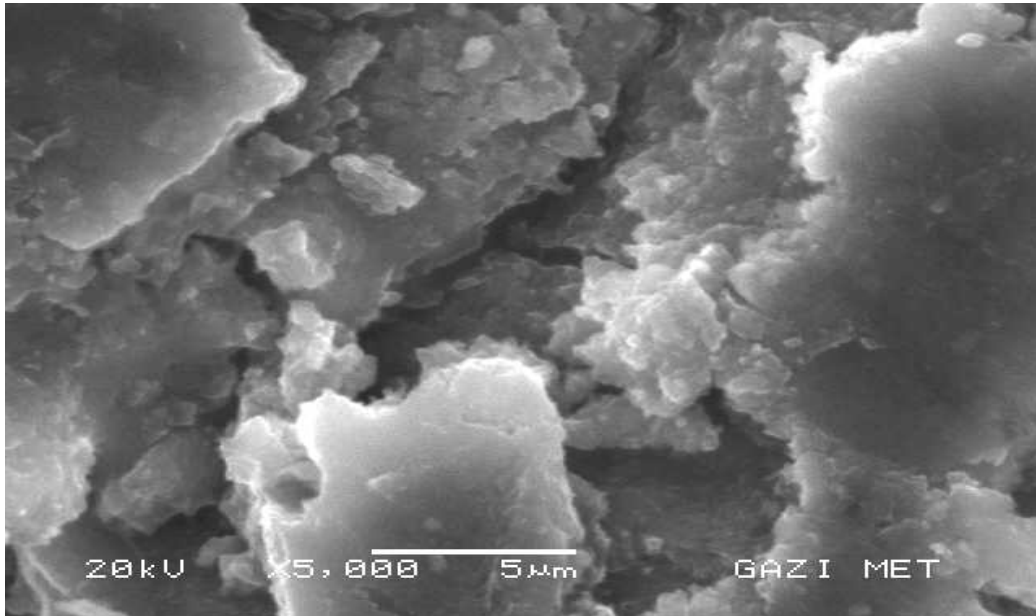
Resim 4.11. Çok duvarlı karbon nanot plerin SEM fotoğrafları



Resim 4.12. Katkısız MgB₂'nin SEM fotoğrafları



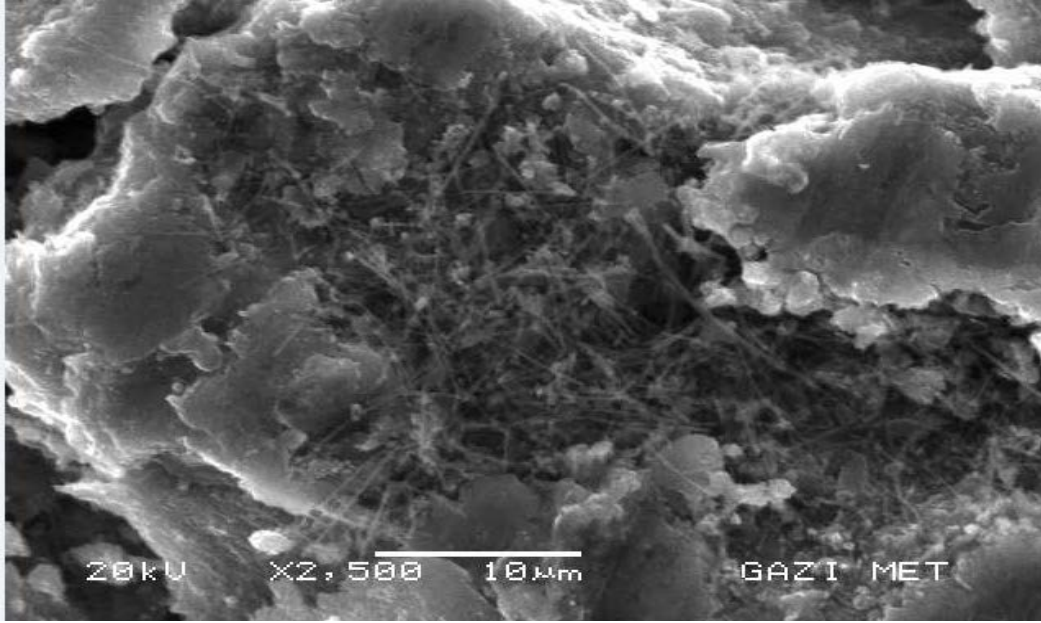
(a)



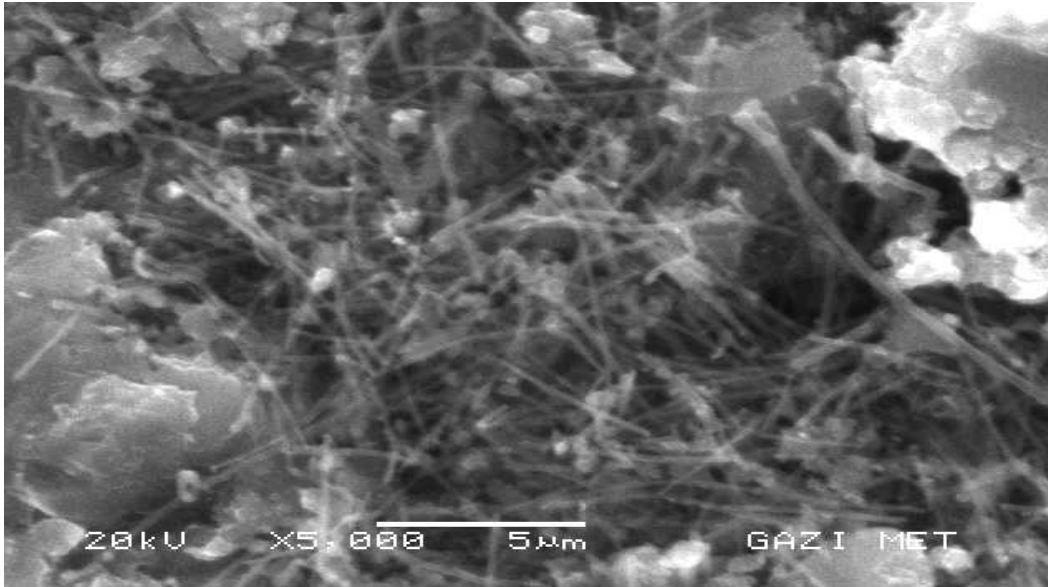
(b)

Resim 4.13. 0 numunesine ait SEM fotoğrafları (a- 2500 büyütmede, b- 5000 büyütmede)

650 °C’de fırınlanarak elde edilen katkısız 0 numunesinin, SEM fotoğraflarından yapının genel olarak büyük parçalar hâlinde toplu bir şekilde bulunduğunu, preslemenin sayesinde yapının toz numune gibi birbirinden uzaklaşmasının önüne geçildiği görülmektedir. Bu durumun tanecikler arası bağlantıyı artırdığı söylenebilmektedir.



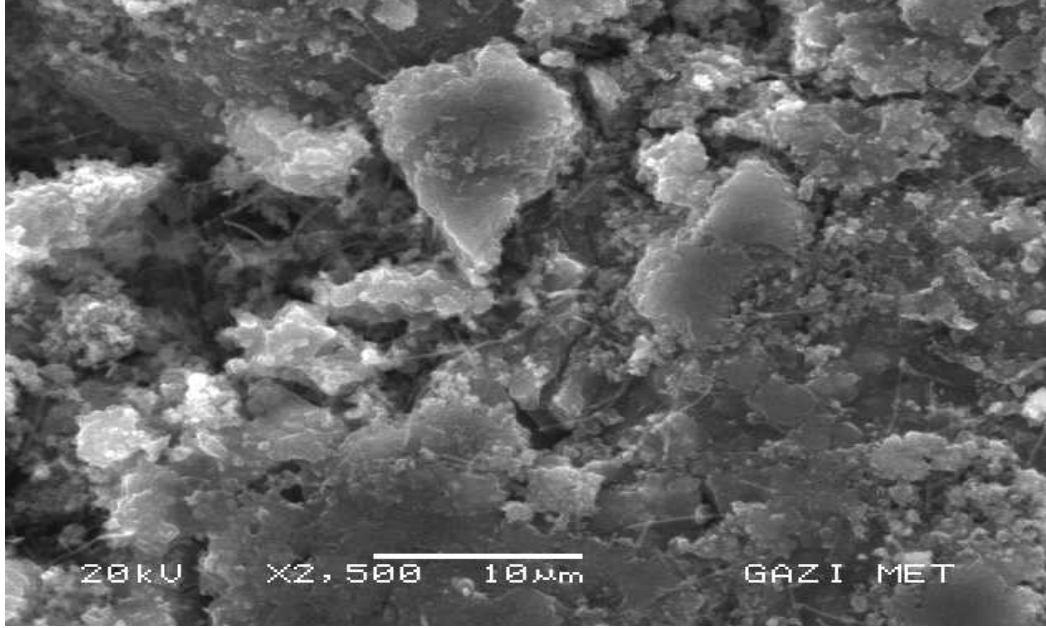
(a)



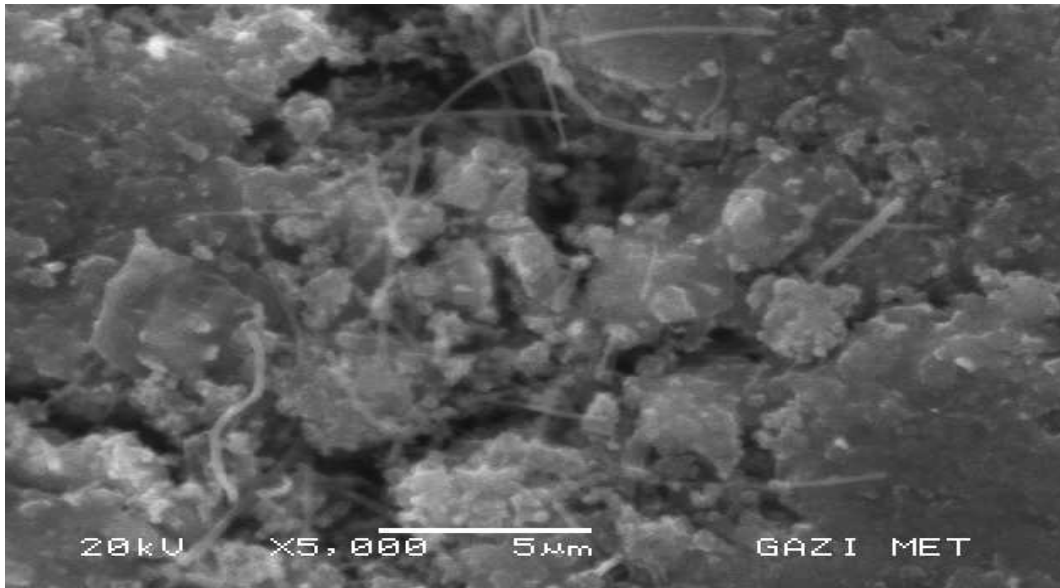
(b)

Resim 4.14. 1 numunesine ait SEM fotoğrafları (a- 2500 büyütmede, b- 5000 büyütmede)

1 numunesi hazırlanırken numunenin toplam ağırlığının % 1'i kadar çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yapılmıştır. Resim 4.14. a ve Resim 4.14. b'de oldukça belirgin bir şekilde çok duvarlı karbon nanotüp yapıları kendilerini ipliksi hâllerde belli etmektedir. Bu durum Resim 4.11. ile örtüşmektedir. MgB_2 yapıları ise birbirinden uzaklaşmış hâlde bulunmaktadır. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüplerin, büyük kümelenmelerin önüne geçmesinin bir sonucudur.



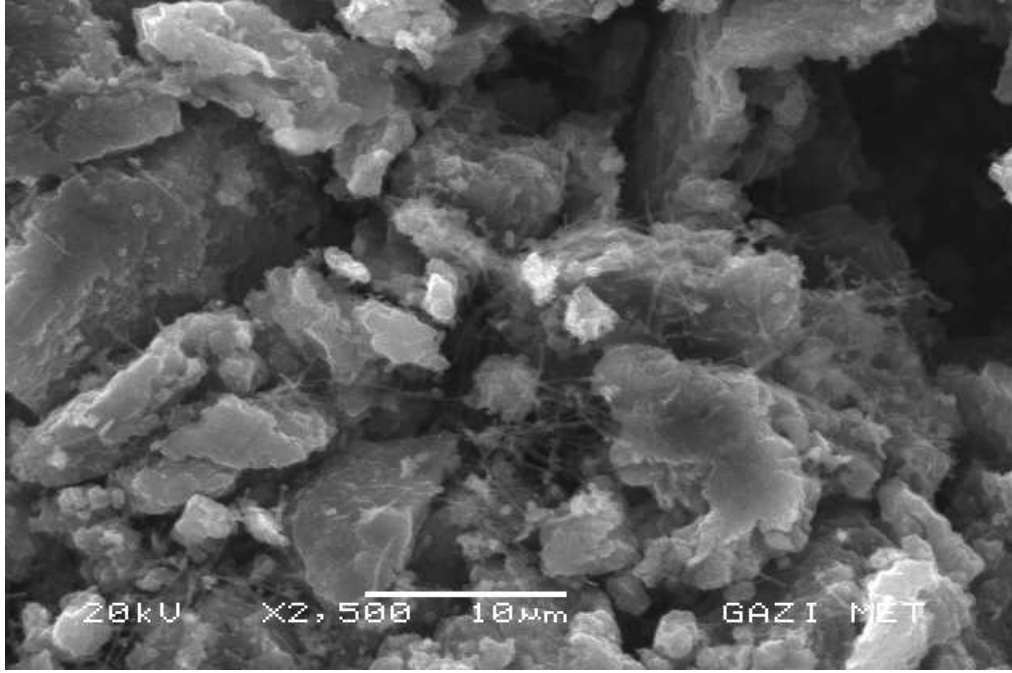
(a)



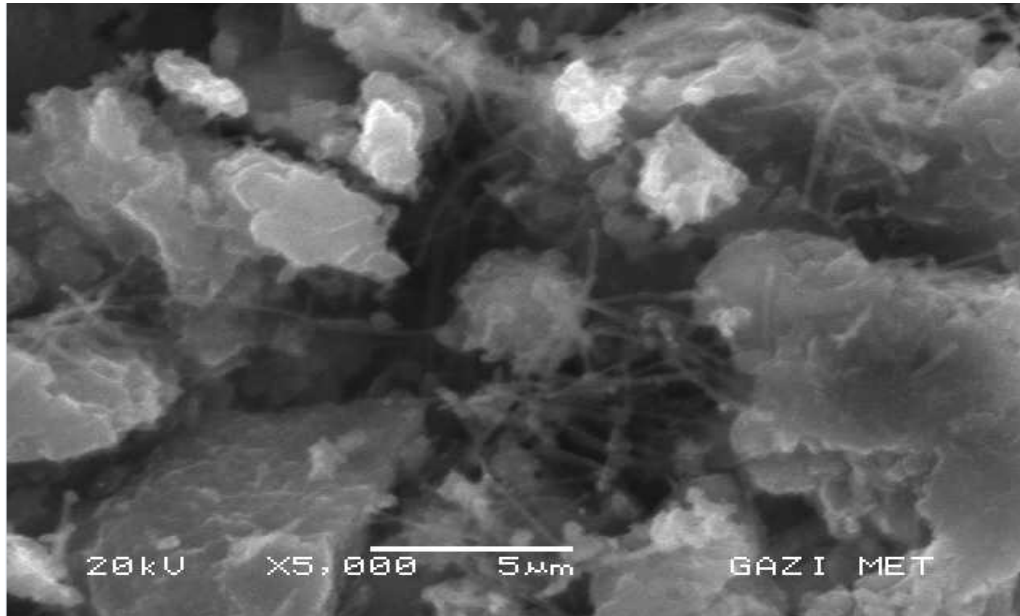
(b)

Resim 4.15.2. numunesine ait SEM fotoğrafları (a- 2500 büyütmede, b- 5000 büyütmede)

2 numunesi hazırlanırken numunenin toplam ağırlığının % 2'si kadar çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yapılmıştır. Bu numuneye ait fotoğraflarda da çok duvarlı karbon nanotüp yapıları görülmektedir. Bu fotoğraflarda, çok duvarlı karbon nanotüplerin 1 numunesinde olduğu gibi yüzeyde toplanmadığı; aksine yapının içerisine daha fazla nüfuz ettiği görülmektedir. Bu tez çalışmasında, sonuç bölümünde bu durumun örgü parametrelerinde, kritik akım yoğunluğu ve kritik geçiş sıcaklığında nasıl bir etki yaptığına yer verilmiştir.



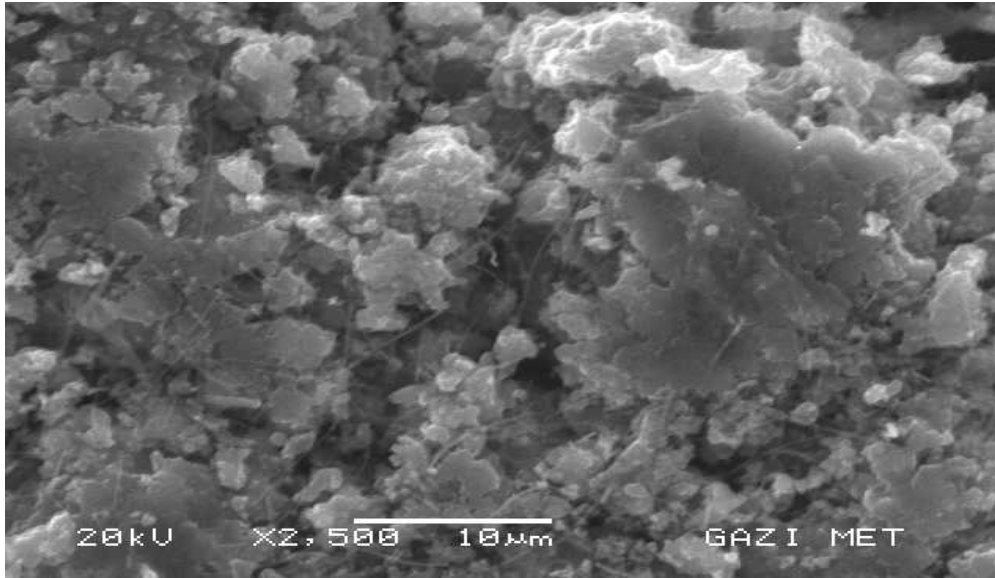
(a)



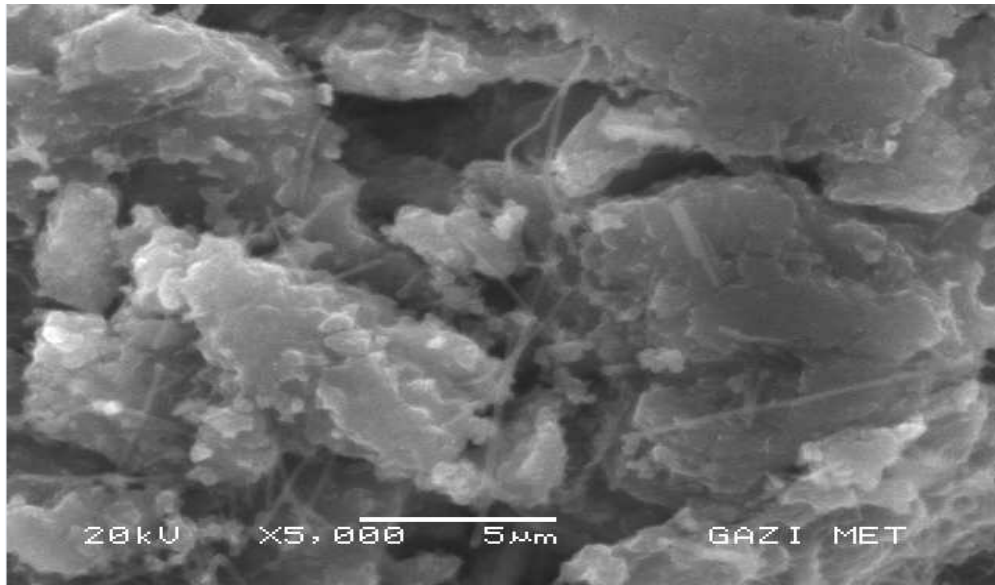
(b)

Resim 4.16. 3 numunesine ait SEM fotoğrafları (a- 2500 büyütmede, b- 5000 büyütmede)

3 numunesi hazırlanırken numunenin toplam ağırlığının % 3'ü kadar çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yapılmıştır. Bu numuneye ait fotoğraflarda da çok duvarlı karbon nanotüp yapıları ipliksi hâlleri ile varlığını göstermektedir. Katkılama oranı artışı ile karbon nanotüplerin yapıyı çevrelediği de görülmektedir. Bu durum MgB_2 yapısının büyük kümeler hâlinde bulunmasının önüne geçmektedir.



(a)



(b)

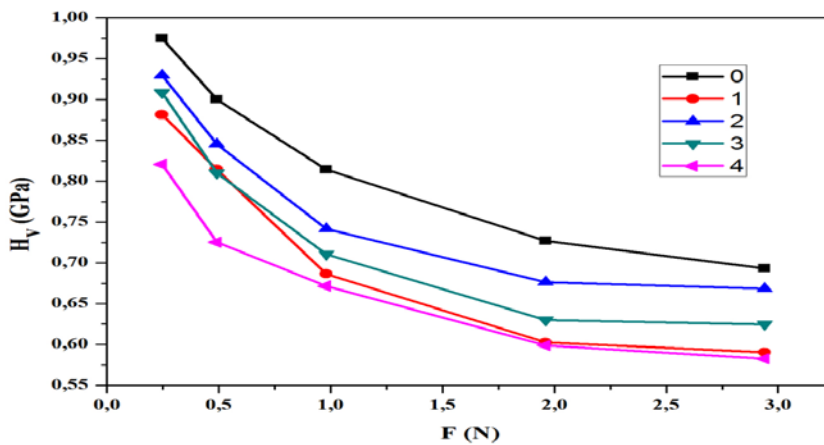
Resim 4.17. 4 numunesine ait SEM fotoğrafları (a- 2500 büyütmede, b- 5000 büyütmede)

4 numunesi hazırlanırken numunenin toplam ağırlığının % 4'ü kadar çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yapılmıştır. Bu numuneye ait fotoğraflarda da çok duvarlı karbon nanotüp yapılarını görmek mümkündür. Katkı oranının en fazla olduğu 4 numunesine ait Resim 4.17.'den anlaşılmaktadır ki; MgB_2 yapılarının arasına oldukça fazla miktarda sızan çok duvarlı karbon nanotüpler, MgB_2 'nin tamamen küçük parçalar hâlinde bir arada olmasını sağlamıştır.

Bu durumun mikrosertlik özellikleri üzerindeki etkisine bu tez çalışmasının sonuç bölümünde detaylıca yer verilmiştir. Morfolojik analizin yapıldığı bu kısımda SEM fotoğrafları bize 5 numunede de istenilen görüntülerin elde edildiğini göstermektedir.

4.4. Mikrosertlik Analiz Sonuçları

Yüke bağlı mikrosertlik, elastik modülü, gerilme değerleri, tüm malzemeler için beş farklı (0,24, 0,49, 0,98, 1,96, 2,94 N) dış yük uygulanarak hesaplanmış ve Çizelge 4.2. oluşturulmuştur. Çizelge 4.2.'deki değerler kullanılarak numunelerin Origin Programı yardımı ile uygulanan yük ile mikrosertlik değerlerinin değişim grafiği çizilmiş ve bu sayede numunelerin hangi mikrosertlik davranışı gösterdikleri bulunmuştur. Numuneler kendi aralarında karşılaştırıldıklarında görülmektedir ki numuneye uygulanan çok duvarlı karbon nanotüp katkısı numune üzerinde yumuşaklığı artırıcı etki oluştururken, numunede yüzey gerilimlerini de azaltmaktadır. Bu durum tanecikler arası bağlantının katkılama ile birlikte azaldığını göstermektedir. Ayrıca her bir d parametresi incelendiğinde en yoğun girme derinliğinin 4 numunesine ait olduğu, dolayısı ile çok duvarlı karbon nanotüp katkı oranının artması girme derinliğini de artırdığı düşünülmektedir. Bu durum numunenin yumuşaklığı ile bağlantılıdır. Tanecikler arası bağlantının zayıflamasıyla daha yumuşak bir hâl alan numuneye uygulanan dış kuvvet kaynağı uç, numune içerisine daha rahat nüfuz edebilmektedir. Yüzey gerilim değeri azalışı, katkılama ile ilgili olarak doğru orantı arz eden bir durum göstermese de genel durumdan da anlaşılacağı üzere çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yüzey gerilimini azaltmıştır. Şekil 4.3. numunelere ait H_V -F grafiğidir.



Şekil 4.3. Vickers yöntemine göre numunelere ait mikrosertlik değerlerinin uygulanan yük ile değişim grafiği

H_v-F grafiđi incelendiđinde bařlangıç mikrosertlik deđerleri en yůksek olan numunenin 0 numunesi olduđu, bařlangıç mikrosertlik deđerleri en dűřűk olan numunenin ise 4 numunesi olduđu gůrűlmektedir. izelge 4.2. numunelerin mikrosertlik parametrelerini gůstermektedir.

izelge 4.2. Tűm numuneler iin hesaplanan mikrosertlik parametreleri

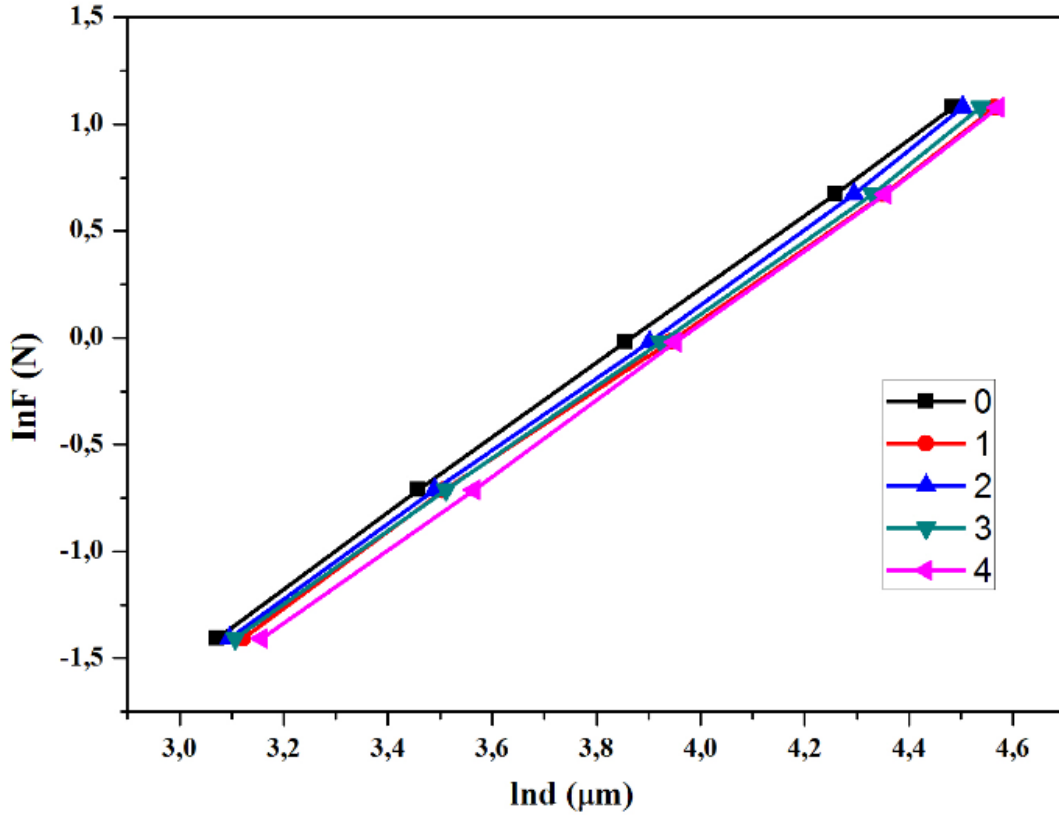
Numune	F (N)	d (μm)	Hv (Gpa)	E(Gpa)	Y
0	0,245	21,588	0,975	79,903	0,324
	0,490	31,774	0,900	73,769	0,300
	0,980	47,237	0,814	66,755	0,271
	1,960	70,706	0,727	59,589	0,242
	2,940	88,678	0,693	56,825	0,231
1	0,245	22,702	0,882	72,254	0,293
	0,490	33,402	0,814	66,754	0,271
	0,980	51,448	0,687	56,275	0,228
	1,960	77,663	0,603	49,391	0,200
	2,940	96,071	0,591	48,416	0,196
2	0,245	22,108	0,930	76,189	0,309
	0,490	32,782	0,846	69,303	0,281
	0,980	49,497	0,742	60,798	0,247
	1,960	73,301	0,676	55,445	0,225
	2,940	90,319	0,668	54,779	0,222
3	0,245	22,361	0,909	74,474	0,302
	0,490	33,494	0,810	66,387	0,269
	0,980	50,566	0,711	58,255	0,236
	1,960	75,949	0,630	51,646	0,210
	2,940	93,423	0,625	51,199	0,208
4	0,245	23,528	0,821	67,270	0,273
	0,490	35,397	0,725	59,441	0,241
	0,980	52,010	0,672	55,065	0,223
	1,960	77,902	0,599	49,089	0,199
	2,940	96,730	0,583	47,758	0,194

Genel olarak MgB_2 numunesinin yumuşak olduğu Kölemen ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada rapor edilmiştir. Bu çalışmada katkısız MgB_2 numunesinin sertlik karakteri Oliver-Pharr yöntemi kullanılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Neticede numunenin uygulanan yük ile çökme davranışı gösterdiği yani yumuşak olduğu saptanmıştır [96]. Bu tez çalışmasında elde edilen MgB_2 numunesinin yumuşaklık özelliği, Kölemen'in yaptığı çalışma sonucunda elde edilen numunelerin yumuşaklık özelliğine benzer olduğu görülmektedir. Literatürde rapor edilen Uzun ve arkadaşlarının yaptığı Al-Si şeritler üzerinde gerçekleştirdiği çalışmada, numuneye uygulanan yükün artması ile mikrosertliğin arttığı, belli bir yük değerinden sonra ise artışın azalış yönünde değiştiği görülmüştür [97]. Bu durum numunelerde tek bir davranışın istikrarlı olarak var olmadığını da göstermektedir.

Vickers mikrosertlik analizine göre yapılan değerlendirmede, numunelerin uygulanan yükün artması ile birlikte, tanecikleri arası boşluğunun arttığı, dolayısı ile yükün artması ile birlikte azalan bir mikrosertlik değerine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum numunelerin çentik boyut etkisi davranışına sahip olduğu anlamındadır. Kölemen'in yapmış olduğu bir çalışma bu durumu destekler niteliktedir. Kölemen yığın MgB_2 numunesinin farklı yaklaşımlar ile mikrosertlik karakterini incelediği çalışmasında üretmiş olduğu MgB_2 'lerin çentik boyut etkisi davranışı gösterdiğini saptamıştır [98]. Uygulanan yükün 2 N değerinin üzerindeki değerlerinde, numunelerin mikrosertlik açısından çok değişken olmayan bir duruma girdiği görülmektedir. Plato durumu denilen bu hâl numunenin uygulanan kuvvete karşı oluşturduğu doygunluk seviyesidir ve malzemeden malzemeye değişkenlik göstermektedir. Vickers mikrosertlik analizi ile yapılan bu tespitlerden sonra, numunelerin mikrosertlik karakterinin hangi yaklaşım yöntemi ile daha kapsamlı bir biçimde açıklanabildiğini görebilmek adına, bir dizi yaklaşım yöntemleri ile numuneler analiz edilmiştir.

4.4.1. Meyer kanununa göre mikrosertlik analizi sonucu

Meyer kanununun öngördüğü $\ln F$ ve $\ln d$ değerleri hesaplanarak, Origin Programı yardımı ile Şekil 4.4.'de gösterilen grafik çizilmiştir. Elde edilen grafik ile her bir numuneye ait genelleştirilmiş $y=ax\pm b$ eğim denklemi hesaplanılarak, bu denklemden Meyer üssü (n_k) olan a parametresi ve $\ln A_{1k}$ değeri olan b parametresi bulunup Çizelge 4.3. oluşturulmuştur.



Şekil 4.4. Meyer kanununa göre numunelerin lnF- ln d grafiği

Çizelge 4.3. Meyer kanununa göre deneysel verilerden elde edilen parametreler

Numune	Eğim(n_k)	$\ln A_{1k}$ (GPa)	H_v (GPa)
0	1,75	-6,78	0,97-0,69
1	1,70	-6,70	0,88-0,59
2	1,75	-6,83	0,92-0,66
3	1,72	-6,77	0,90-0,62
4	1,75	-6,96	0,82-0,58

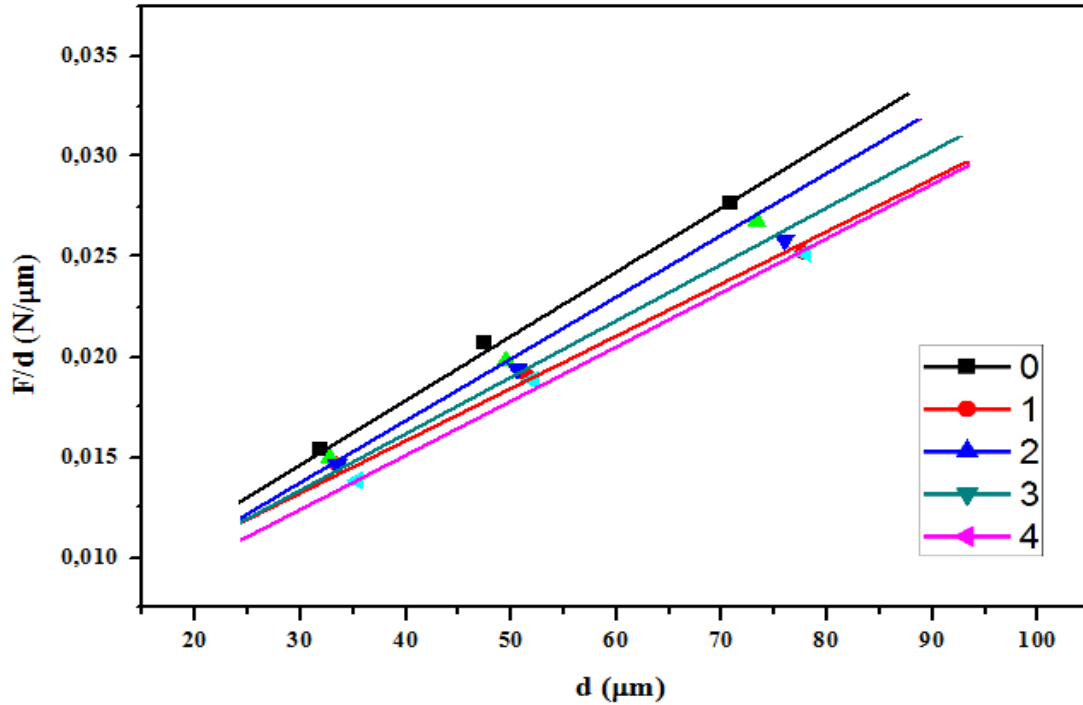
İncelenen numuneler için Meyer üssü değerinin 2'den küçük çıkması, mikrosertliğin uygulanan yükle azaldığı yani numunenin çentik boyut etkisi davranışı gösterdiğini doğrulamaktadır. Meyer üssü değeri çentik boyut etkisi davranışının bir ölçüsüdür. Eğer Meyer üssü 2 ve 2'den daha büyükse malzemede çentik boyut etkisi davranışı görülmez [99].

Meyer üssü değeri aynı zamanda malzemenin sert mi yumuşak mı olduğuna dair de bilgiler vermektedir. $1 < n_k < 1,6$ durumu malzemenin sert malzeme olduğunu, $1,6 < n_k$ durumu ise malzemenin yumuşak olduğunu ifade eder [100].

İncelenen numunelerin Meyer üssü değerinin 1,6'dan daha büyük olduğu görülmektedir. Dolayısı ile malzemelerin yumuşak olduğu sonucuna varılmaktadır. Ayrıca numunemizde magnezyum ve bor atomlarının oksitlenebilme yatkınlıkları olduğundan yapı içerisine oksit tabakalarda nüfuz etmiştir. Oksit tabakalarda malzemenin daha yumuşak olmasını sağlamıştır. Yapı içerisinde istenmeyen fazların önüne geçilmesine gayret edilse de bunun tam olarak başarılması pratikte oldukça güçtür.

4.4.2. Orantılı numune direnci modeline göre mikrosertlik analizi sonucu

Orantılı numune direnci modeline göre numunelerin W_{psr} , A_{1psr} ve H_{psr} değerleri hesaplanılarak Çizelge 4.4. oluşturulmuştur. Ayrıca Vickers analizi sonucu elde edilen temel verilerden yararlanılarak Şekil 4.5.'te gösterilen $F/d-d$ grafiği çizilmiştir. Burada W_{PSR} parametresinin negatif veya pozitif çıkması elde edilen numunelerin çentik boyut etkisi veya ters çentik boyut etkisi davranışını işaret etmektedir. Öyle ki W_{PSR} negatif ise numuneler ters çentik boyut etkisi, W_{PSR} pozitif ise çentik boyut etkisi davranışı göstermektedir.



Şekil 4.5. Orantılı numune direnci modeline göre numunelerin $F/d-d$ grafiği

Bu model çentik boyut etkisi davranışını açıklamada başarılı olurken ters çentik boyut etkisi davranışını açıklamada pek başarılı değildir. Bu bilgiye paralel olan sonuçlar orantılı numune direnci modelinde ortaya çıkmıştır. Vickers mikrosertlik analizi ile çizilen grafiklerde numunelerin sertlik değerlerinin değişmediği plato bölgesi Quinn ve arkadaşlarının (1997) yapmış olduğu çalışmada gerçek sertlik değeri olarak kabul edilmiştir.

Çizelge 4.4. Orantılı numune direnci modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler

Numune	A_{1PSR} (N/(μm^2))	W_{PSR} (N/(μm))	H_{PSR} (GPA)	H_v (GPA)
0	32×10^{-5}	49×10^{-4}	59×10^{-2}	$97 \times 10^{-2} / 69 \times 10^{-2}$
1	26×10^{-5}	53×10^{-4}	48×10^{-2}	$88 \times 10^{-2} / 59 \times 10^{-2}$
2	30×10^{-5}	44×10^{-4}	55×10^{-2}	$92 \times 10^{-2} / 66 \times 10^{-2}$
3	28×10^{-5}	49×10^{-4}	51×10^{-2}	$90 \times 10^{-2} / 62 \times 10^{-2}$
4	27×10^{-5}	42×10^{-4}	50×10^{-2}	$82 \times 10^{-2} / 58 \times 10^{-2}$

Bu tez çalışmasında elde edilen numunelerin Vickers mikrosertlik analizi ile elde edilen mikrosertlik plato bölgesi, orantılı numune direnci modeline ile elde edilen yükten bağımsız sertlik değer aralığına oldukça uzaktır. Dolayısı ile literatürden destek alındığında, elde edilen numunelerin mikrosertlik davranışı orantılı numune direnci modeline ile açıklanamaz sonucunu görebiliriz. Orantılı numune direnci modeli çentik boyut etkisini araştırabilmek için, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş hâlidir. Li ve grubu farklı malzemeler için mikrosertlik testleri yapmış ve orantılı numune direnci modelinin, çentik boyutu etkisini açıklamada başarılı olduğunu görmüştür [101].

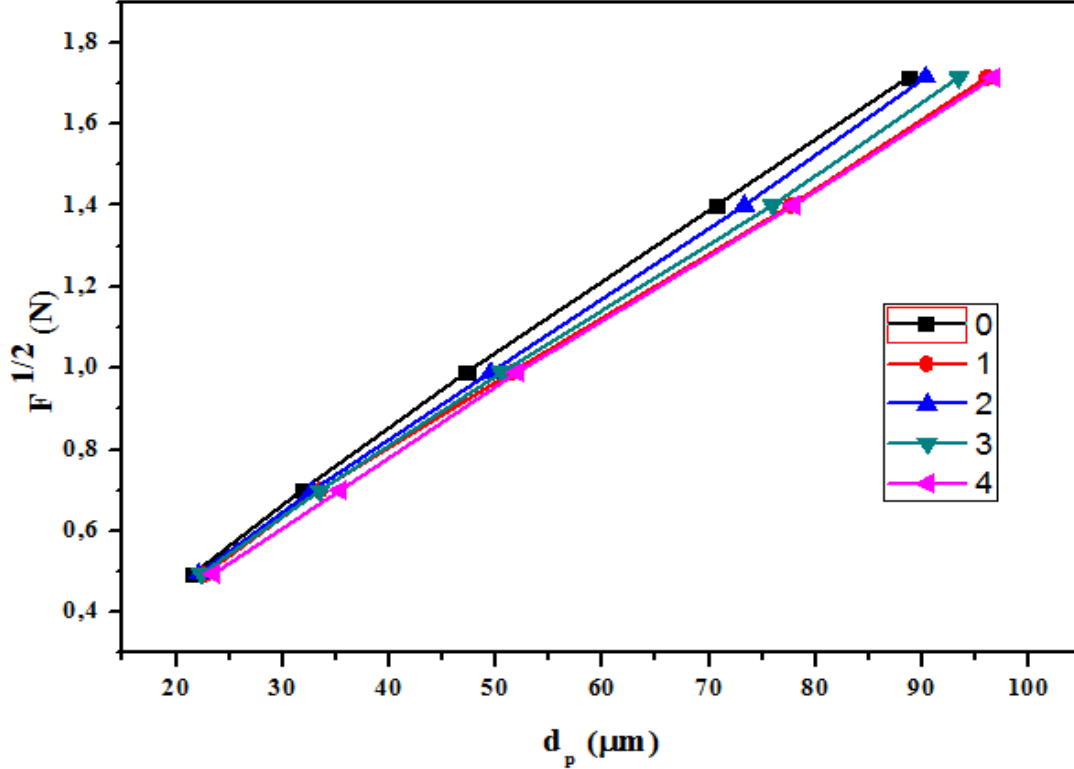
Çizelge 4.4. incelendiğinde tüm numunelerin W_{PSR} değerleri pozitif çıkararak numunelerin çentik boyut etkisi davranışı gösterdiği bulunmuştur. Bu durum Vickers mikrosertlik analizi ile elde edilen H_v -F grafiği ile de uyumluluk göstermektedir. Her ne kadar bu bilgi Vickers mikrosertlik analizi ile uyumlu olsa da orantılı numune direnci modeli ile hesaplanan yükten bağımsız mikrosertlik değerleri H_{PSR} çizelge üzerinden incelendiğinde, numunelerin H_{PSR} değerleri plato bölgesi H_v aralığına düşmediği görülmektedir. Literatürde sıkça bahsedildiği üzere orantılı numune direnci modeli daha çok çentik boyut etkisi davranışı gösteren numuneleri açıklamada başarı göstermiştir. Öyle ki Gong ve arkadaşları seramik yapılar üzerinde yapmış oldukları çalışmada seramik malzemelerin çentik boyut etkisi davranışı göstermesini orantılı numune direnci modeli ile açıklamıştır

[102]. Fakat Çizelge 4.4. incelendiğinde H_{PSR} değerleri hiçbir numunede plato bölgesine denk gelmemektedir. Dolayısı ile bu model bu tez çalışması ile elde edilen numunelerin mikrosertlik karakterinin açıklamada yeterli değildir.

4.4.3. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre mikrosertlik analizi sonucu

Numune üzerine uygulanan kuvvet değerinin karekökü ile d parametresi kullanılarak $F^{1/2}$ - d grafiği çizilmiş ve 3. Bölümde bahsi geçen hesaplamalar yapılarak, $(A_2)^{1/2}$, d_e ve H_{EPD} parametreleri bulunup Çizelge 4.5. oluşturulmuştur.

Elastik/Plastik Deformasyon modelinde temel öncül de değeridir. Bu değer negatif veya pozitif çıkması numune üzerinde elastik veya plastik deformasyonun oluşup oluşmadığı hakkında bilgiler verir. Eğer d_e değeri negatif çıkarsa numuneye uygulanan yük ile numune üzerinde elastik deformasyon oluşmadığını fakat plastik deformasyonun oluştuğunu, d_e değeri pozitif çıkarsa da hem plastik hem de elastik deformasyonun oluştuğunu ifade eder.



Şekil 4.6. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre numunelerin $F^{1/2}$ - d_p grafiği

Çizelge 4.5. Elastik/Plastik Deformasyon modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler

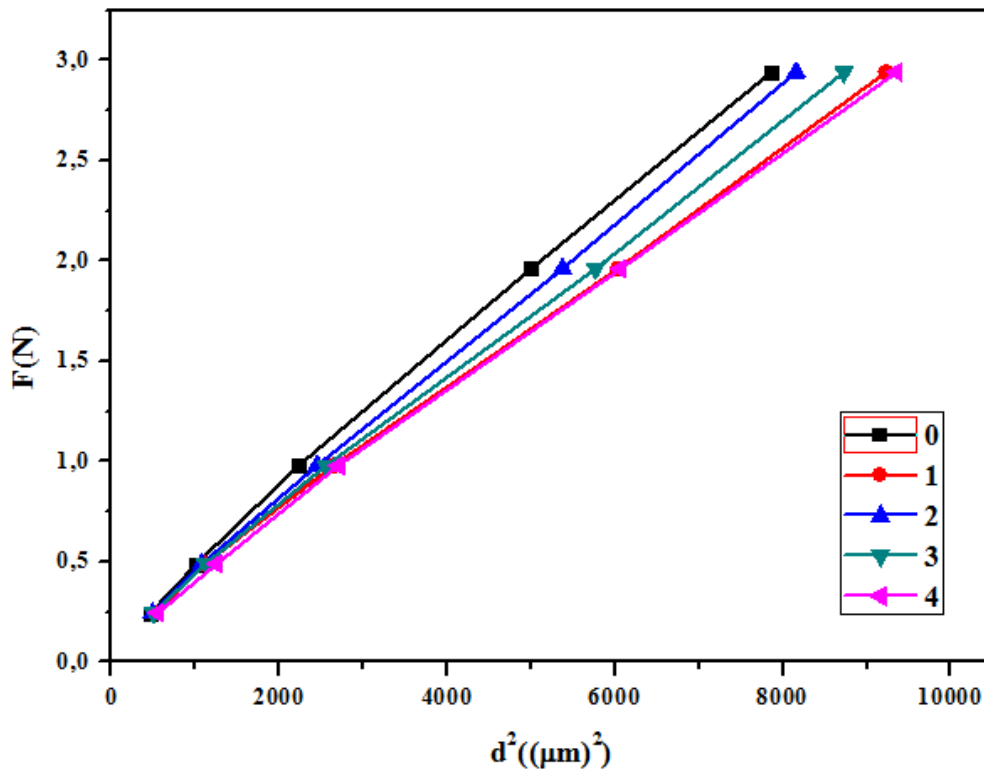
Numune	$(A_2)^{1/2} (N/(\mu m^2))$	$d_e (\mu m)$	$H_{EPD} (GPa)$	$H_v (GPa)$
0	18×10^{-3}	11×10^{-2}	33,37	$97 \times 10^{-2} / 69 \times 10^{-2}$
1	16×10^{-3}	13×10^{-2}	29,67	$88 \times 10^{-2} / 59 \times 10^{-2}$
2	17×10^{-3}	11×10^{-2}	31,52	$92 \times 10^{-2} / 66 \times 10^{-2}$
3	16×10^{-3}	12×10^{-2}	29,67	$90 \times 10^{-2} / 62 \times 10^{-2}$
4	16×10^{-3}	11×10^{-2}	29,67	$82 \times 10^{-2} / 58 \times 10^{-2}$

Elastik deformasyona yatkın numunelerin üzerine bir dış yük uygulandığında numune üzerinde bir deformasyon meydana gelse de, numune elastik bir tepki göstererek üzerindeki deformasyonu yeniden toparlayarak düzeltme eğilimi gösterecektir. Bu durum numune üzerinde çentik derinliğinin küçülmesi anlamına gelmektedir. Çizelge 4.5. incelendiğinde tüm numunelerde d_e değeri pozitif çıktığı dolayısı ile plastik ve elastik deformasyonun her ikisinin de olduğu anlaşılmaktadır. Bazı hâllerde malzemeye uygulanan yükün kalkması ile beraber, her ne kadar malzeme plastik deformasyon gösterme eğiliminde olmuş olsa da toplam deformasyonun bir kısmı elastik şekil değişimi olarak geri gelir. Bu toparlanma numunenin kırılmasından sonra da oluşabilir. Sertlik deneyleri zaten malzemede lokal bir tahribat oluşturur ve bu durum ölçülen sertlik değerinin mutlak bir değer olmasından çok bağıl bir değer olduğu anlamındadır [103]. Çizelge 4.5. incelendiğinde numunelerin hiçbirinde H_{EPD} değeri yükten bağımsız mikrosertlik değer aralığına denk gelmemektedir. Dolayısı ile bu yaklaşım modelinin, bu tez çalışması ile elde edilen numunelerin mikrosertlik karakterlerini açıklamada yetersiz olduğu anlaşılmaktadır.

4.4.5. Hays-Kendall yaklaşımına göre mikrosertlik analizi sonucu

Hays Kendall yaklaşımına göre Şekil 4.7.'de gösterilen $F-d^2$ grafiği çizilmiş ve 3. bölümde bahsi geçen hesaplamalar ile A_{1HK} , W_{HK} ve H_{HK} değerleri bulunup Çizelge 4.6. oluşturulmuştur. Grafiğin eğim değerinden A_{1HK} bulunmuş, $1854,4.A_{1HK}$ denkleminde W_{HK} değeri hesaplanmıştır. Bir numuneye dış bir kuvvet uygulanarak mikrosertlik ölçümü yapılırken Hays-Kendall yaklaşımına göre plastik deformasyon için yeterli kuvvete ulaşıldığı fakat elastik deformasyon için uygun kuvvet oluşturulmadığı W_{HK} değerinin negatif çıkması ile anlaşılmaktadır. Bu değer pozitif çıkarsa hem elastik hem plastik

deformasyon meydana geldiği sonucuna varılır. Elde edilen numunelere ait W_{HK} incelendiğinde tüm numunelerde bu değerin pozitif çıktığı görülmüştür. Dolayısı ile bu yaklaşıma göre numunelerde hem elastik hem de plastik deformasyon oluşmuştur. Ayrıca bu yaklaşım için oluşturulan mikrosertlik değerleri, numunenin temel mikrosertlik değerlerinden elde edilen plato bölgesi ile kıyaslandığında, H_{HK} değerleri plato bölgesi dışında bulunmaktadır. Bu durumu elde edilen numunelerin mikrosertlik karakterlerini açıklamada Hays-Kendall yaklaşımının yeterli olmadığını göstermektedir.



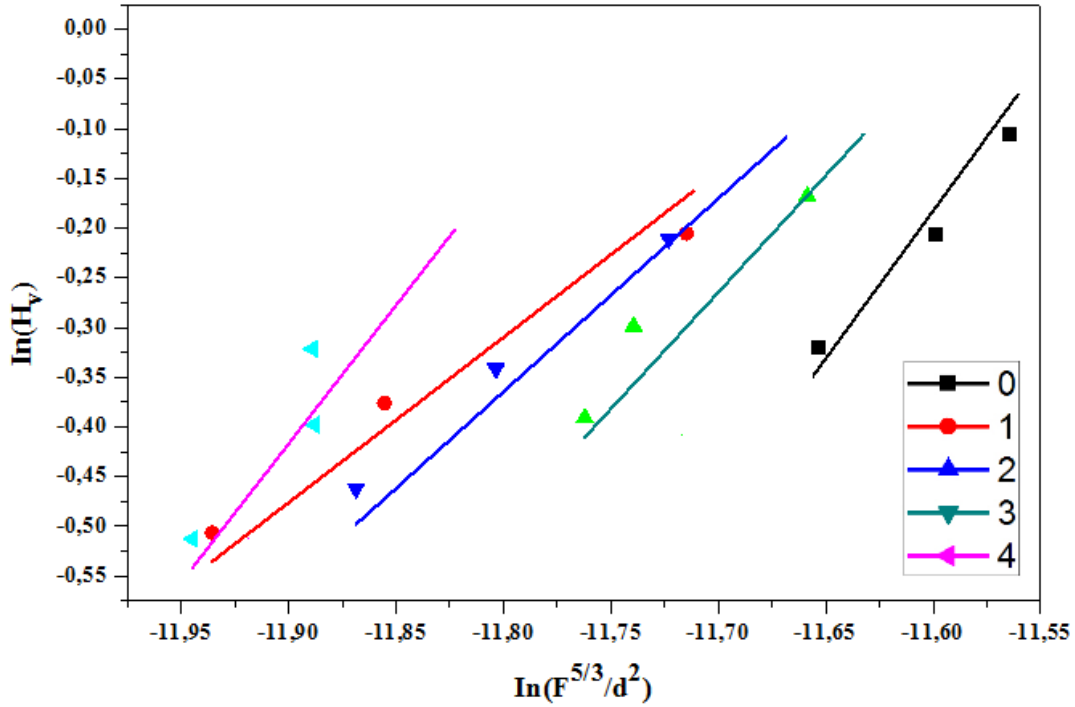
Şekil 4.7. Hays-Kendall yaklaşımına göre numunelerin $F-d^2$ grafiği

Çizelge 4.6. Hays-Kendall yaklaşımına göre deneysel verilerden elde edilen parametreler

Numune	A_{HK}	W_{HK} (N)	H_{HK} (GPa)	H_v (GPa)
0	36×10^{-5}	12×10^{-2}	66×10^{-2}	$97 \times 10^{-2} / 69 \times 10^{-2}$
1	30×10^{-5}	13×10^{-2}	55×10^{-2}	$88 \times 10^{-2} / 59 \times 10^{-2}$
2	34×10^{-5}	10×10^{-2}	63×10^{-2}	$92 \times 10^{-2} / 66 \times 10^{-2}$
3	32×10^{-5}	11×10^{-2}	59×10^{-2}	$90 \times 10^{-2} / 62 \times 10^{-2}$
4	30×10^{-5}	11×10^{-2}	55×10^{-2}	$82 \times 10^{-2} / 58 \times 10^{-2}$

4.4.6. Çentici kaynaklı yarıлма modeline göre mikrosertlik analizi sonucu

Çentici kaynaklı yarıлма modelinin ön gördüğü hesaplamalar yardımı ile Şekil 4.8. ve Çizelge 4.7. oluşturulmuştur. Elde edilen eğim değeri olan m 0,6'dan büyük olduğu durumda numuneler çentik boyut etkisi davranışı gösterirken, m 0,6'dan küçük olduğu durumda ise numuneler ters çentik boyut etkisi davranışı göstermektedir. Çizelge 4.7.'de görüldüğü üzere, elde edilen tüm numuneler için m değeri 0,6'dan büyük çıkmıştır. Bu durum malzemelerin çentik boyut etkisi davranışı gösterdiklerini ifade etmektedir ve numuneler üzerinde yapılan Vickers analizi sonuçları ile de uyumludur.



Şekil 4.8. Çentici Kaynaklı Yarıлма modeline göre numunelerin $\ln(H_v)/ \ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiği

Çizelge 4.7. Çentici Kaynaklı Yarıлма modeline göre deneysel verilerden elde edilen parametreler

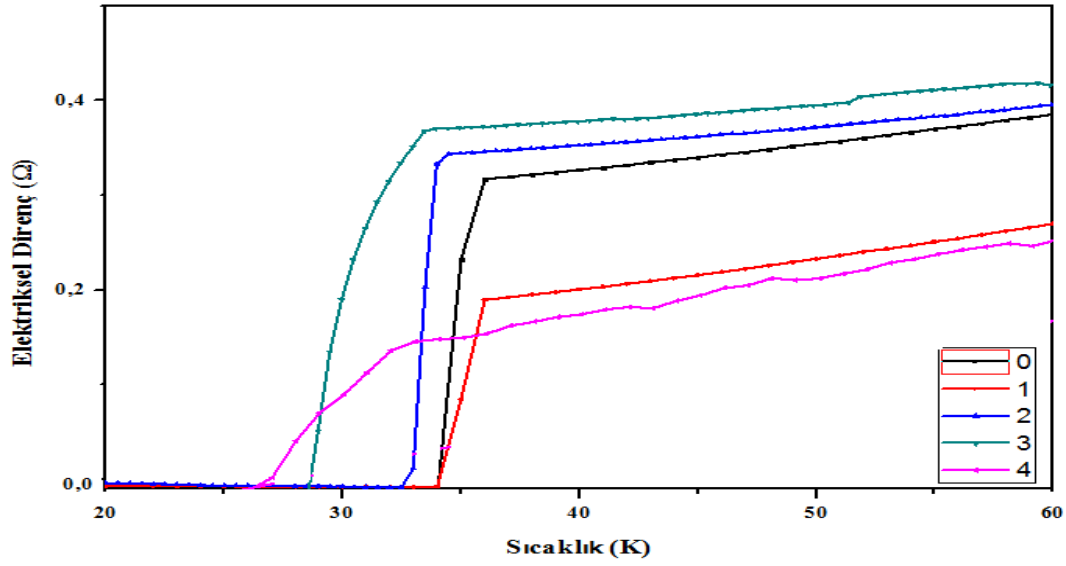
Numune	m	$H_v(\text{GPA})$
0	29×10^{-1}	$97 \times 10^{-2}/69 \times 10^{-2}$
1	16×10^{-1}	$88 \times 10^{-2}/59 \times 10^{-2}$
2	23×10^{-1}	$92 \times 10^{-2}/66 \times 10^{-2}$
3	19×10^{-1}	$90 \times 10^{-2}/62 \times 10^{-2}$
4	27×10^{-1}	$82 \times 10^{-2}/58 \times 10^{-2}$

Elde edilen numunelerin mikrosertlik davranışlarını açıklamada bu modelin yeterli görülmektedir. Tüm yaklaşımlar göz önünde bulundurularak genel bir değerlendirme yapılacak olursa, numuneye katkılanan çok duvarlı karbon nanotüplerin MgB_2 'nin yapısının tanecikler arası bağlantısını azaltarak MgB_2 'yi daha yumuşak yaptığı; numuneye uygulanan dış kuvvetin, numune üzerinde hem plastik hem de elastik deformasyon oluşturduğu; numunelerin genel olarak literatürle uyuşur nitelikte yumuşak olduğu numunelerin mikrosertlik davranışını açıklamada çentici kaynaklı yarıлма modelinin yeterli olduğu sonuçlarına ulaşılmaktadır.

4.7. Sıcaklığa Bağlı Elektriksel Direnç Ölçüm Sonucu

MgB_2 'ye ait kritik geçiş sıcaklığı üretim yöntemleri ve bu yöntemlerde kullanılan deney parametrelerine bağlı olarak oldukça geniş bir yelpazede değişiklik göstermektedir. Saf MgB_2 için kritik geçiş sıcaklığı aralığı 34,50 K ile 39,40 K değerleri aralığında görülmektedir [104]. Literatürde malzemelere çeşitli katkılar yapılarak malzemelerin kritik geçiş sıcaklık değerlerinde artışlar ve ya azalışlar oluşturulduğunu görebilmek mümkündür. Fakat bir süperiletkende aranan bir diğer fiziksel özellik ise kritik akım yoğunluğudur. Öyle ki bu tez çalışmasının kuramsal kısmında açıklandığı gibi MgB_2 'de karbon ve karbon nanotüplerin katkısı kritik akım yoğunluğunu artırmaktadır. Her ne kadar karbon nanotüpler kritik geçiş sıcaklığını azaltıcı yönde etki ediyor olsa da kritik akım yoğunluğunu artırdığı için tercih edilen bir katkı maddesidir ki bu tez çalışmasında da çok duvarlı karbon nanotüp katkısı bu açıdan değerlendirilerek kullanılmıştır.

Literatür özeti kısmında detaylıca ifade edildiği gibi, MgB_2 'ye karbon nanotüp katkısı yapıldığı takdirde MgB_2 'nin kritik geçiş sıcaklığı değerinde düşüşler gözlenir. Bu düşüşler katkı oranına bağlı olarak doğru orantılı bir şekilde gerçekleşmektedir. Şekil 4.9. bu tez çalışmasında elde edilen numunelerin sıcaklığa bağlı elektriksel dirençlerinin değişimini göstermektedir.



Şekil 4.9. Numunelere ait sıcaklığa karşı elektriksel direnç değişim grafiği

Çizelge 4.8. Elde edilen numunelere ait geçiş sıcaklık değerleri ilişkisi

Numune	Başlangıç Değeri (K) ($T_c^{\text{başlangıç}}$)	Bitiş Değeri (K) ($T_c^{\text{bitiş}}$)	İki Nokta Arası Fark (K) (ΔT_c)
0	36,00	34,00	2,00
1	35,80	33,80	2,00
2	34,30	32,70	1,60
3	33,40	27,90	5,50
4	32,00	25,00	7,00

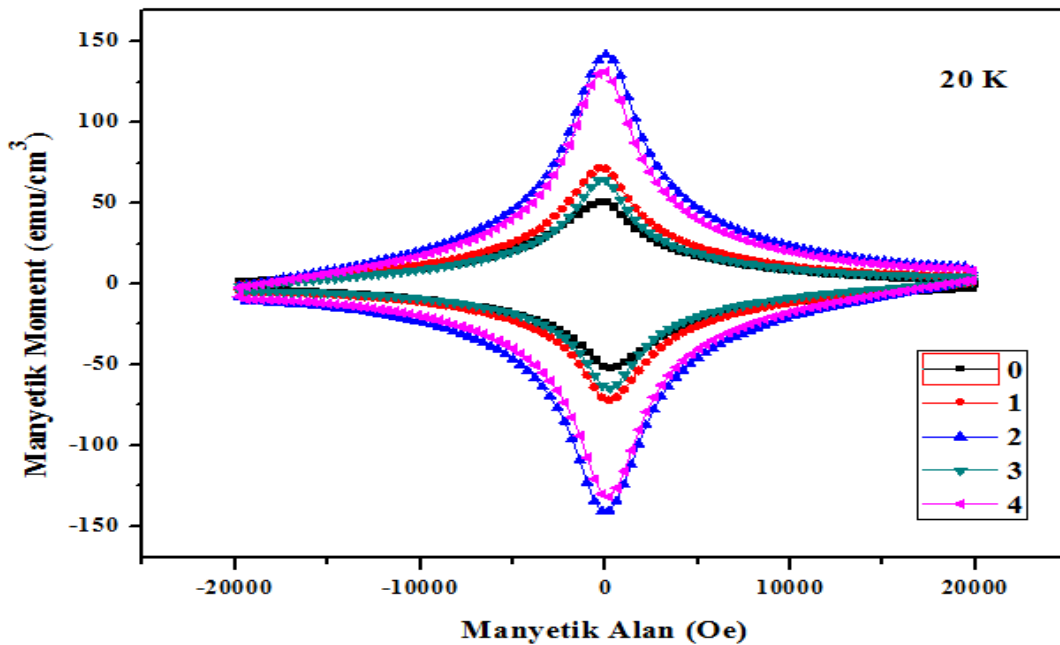
Şekil 4.9.'den anlaşılacağı üzere tüm numuneler belli bir sıcaklık değerinden sonra elektriksel dirençlerini kaybetmişlerdir. Elde edilen her bir numunenin süperiletkenliğe geçiş için başlangıç ve bitiş sıcaklık değerleri hesaplanıp Çizelge 4.8. oluşturulmuştur. Bu işlemde her bir numune için R-T grafiğinde, numunelerin elektriksel dirençlerinin ani azalışa başladığı ve elektriksel direncin azalışının bittiği noktalara yatayda ve dikeyde eksenler çizilerek ayrı ayrı kesişim noktaları kullanılmıştır.

Çizelge 4.8.'den anlaşıldığı üzere $T_c^{\text{başlangıç}}$ değeri en yüksek 36,00 K değeri ile 0 numunesi iken, bu değer katkı oranı artışı ile ters orantılı bir şekilde azalış göstermektedir. Ayrıca süperiletkenliğe geçiş için başlangıç ve süperiletkenliğe geçiş için bitiş değerleri arasındaki farkın en fazla olduğu numune, katkı oranının en yoğun olduğu numunedir ki bu durum geçişin yavaş olduğunu ve istenmeyen bir hâl olduğunu göstermektedir. ΔT_c en düşük olan numune ise 2 numunesidir. Bu durum 2 numunesinin süperiletken duruma en hızlı geçiş yaptığını göstermektedir. Bu durum 2 numunesine ait x-ışını kırınım

desenlerinden de anlaşılmaktadır. 2 numunesine ait karakteristik düzlem pikleri diğer numunelere göre daha keskin ve daha dar bulunmuştu. Numunenin kristalitesinin kalitesi ile ilişkili olan bu hâlin numunenin ΔT_c değerini de etkilediği görülmektedir. Dolayısı ile x-ışını kırınım deseninde elde edilen pikler ne kadar dar ve şiddetli ise kristal yapı o denli iyidir, kristal yapının iyi olduğu numunelerin ise sıcaklığa bağlı elektriksel direnç düşüş hızı o denli yüksektir.

4.5. Dış Manyetik Alana Karşı Gösterilen Manyetik Tepki Ölçüm Sonucu

Maddelerin itme çekme özellikleri olarak bilinen manyetizma oldukça önemli bir fiziksel özelliktir. Bu sebeple MgB_2 numunesinin manyetik özelliklerini araştırmaya ve mevcut manyetik özelliklerini iyileştirmeye yönelik birçok çalışma gerçekleştirilmiştir. Bu tez çalışmasında elde edilen numuneler Kastamonu Üniversitesi, Fizik Bölümü Laboratuvarı'nda, Lake Shore VSM cihazı ile 20 K sıcaklıkta, -20000 Oe ile 20000 Oe aralığında bir manyetik alan altında M-H ölçümüne tabi tutuldu. Şekil 4.10. numunelere ait manyetik alana karşı manyetik moment değişimi göstermektedir.



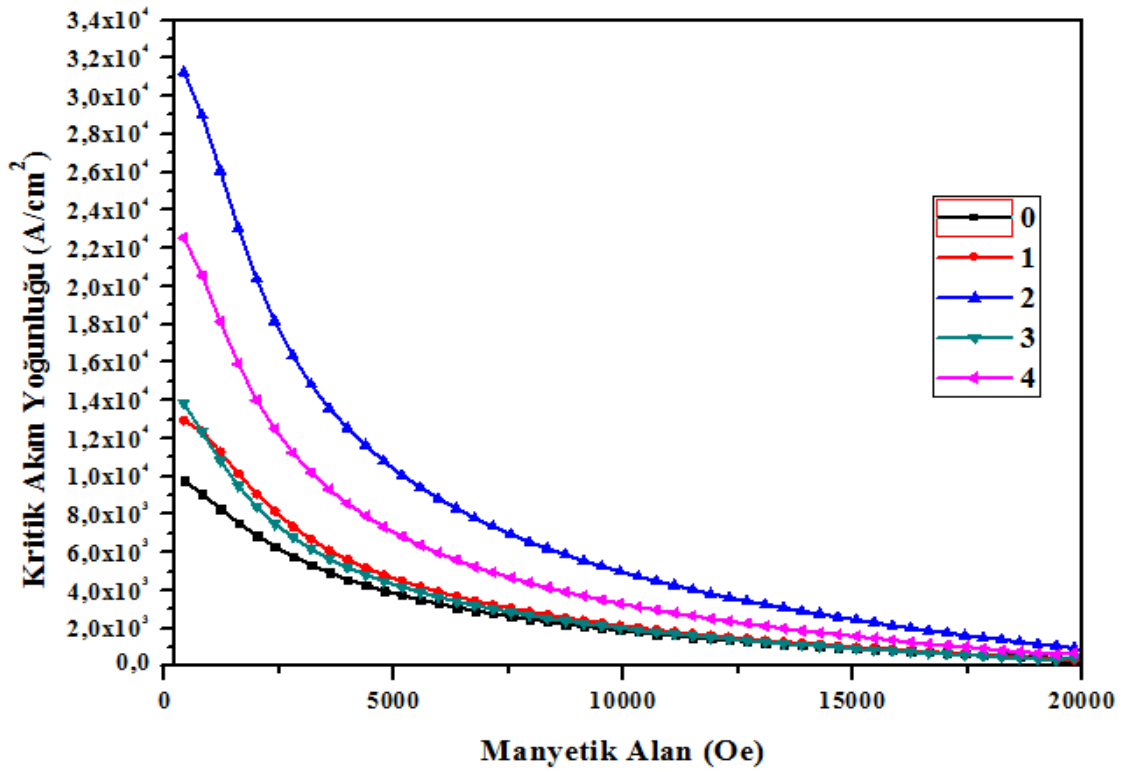
Şekil 4.10. Numunelere ait manyetik alana karşı manyetik moment değişim grafiği

Numunelere ait M-H eğrileri incelendiğinde tüm numunelerde diyamanyetik özelliğe has bir histeristik görülmektedir. Eğrilerin daralma oranları ve manyetiklik değerleri

birbirlerinden farklılık göstermektedir. Uygulanan manyetik alana göre numunelerin sahip oldukları manyetizasyon değerleri büyükten küçüğe 2, 4, 1, 3 ve 0 şeklinde sıralanmaktadır. Numunelere ait eğrilerde herhangi bir kırılma gözlenmemiştir. Bu durum yapı içerisinde var olan safsızlık fazlarının belirgin olmaması anlamına gelmektedir. Tüm numunelerin, uygulanan manyetik alanın 0 Oe değerinin üzerine çıkması ile beraber manyetiklik değerlerinde azalma görülmüştür. Bu durum numunenin kendi içerisinde topaklanması sonucu tanecikler arası bağın azalmasının neticesi olarak yorumlanmaktadır. Manyetik alanın 0 Oe üzerindeki değerlerinde, iç alanını en çok azaltan numunenin 0 numunesi olduğu görülmektedir. Bu durumun numune kendi içinde büyük parçalar hâlinde topaklanmaların yoğun olduğu anlamındadır ki tanecikler arası bağın da azaldığı bu hâl 0 numunesine ait SEM fotoğraflarında da açıkça görülmektedir. M-H eğrileri içerisinde kalan alanın artması perçinleme özelliğinin artması sonucu kritik akım yoğunluğunun artışı olarak düşünülmektedir [105]. Bu durumda eğri iç alanı en fazla olan 2 numunesinin perçinlenme özelliğinin arttığı dolayısı ile de kritik akım yoğunluğunun en yüksek değere sahip olacağı düşünülmektedir. MgB_2 numunesinde karbon nanotüp katkısının kritik akım yoğunluğunu artırdığı bilinmektedir. 2 numunesine ait eğrinin iç alanı diğer numunelere ait eğrilerin iç alanından daha büyük çıkmıştır. İç alanın en az çıktığı numunenin de katkısız numune olduğu görülmektedir. Dolayısı ile bu sonuçtan, çok duvarlı karbon nanotüp katkısının manyetizasyon üzerinde arttırıcı bir sonucu olduğu görülmektedir.

4.6. Kritik Akım Yoğunluğu Hesaplama Sonuçları

Süperiletken bir malzemenin teknolojik sahada etki alanını genişletmenin temel yolu, süperiletken malzemenin taşıyabileceği akım yoğunluğu miktarını artırmaktan geçmektedir. Bu tez çalışmasında literatürde sıklıkla vurgu yapılan karbon nanotüp katkısının kritik akım yoğunluğunu iyileştirdiği bilgisinden yola çıkılarak çok duvarlı karbon nanotüp katkılanması ile üretilen MgB_2 numunelerinin kritik akım yoğunlukları incelenmiştir. Bu bağlamda yapılan yarı deneysel hesaplamalarda Denklem 3.13. ve Denklem 3.14. kullanılmıştır. Bu denklemlerde kullanılan ΔM değerleri için, numunelere 20 K sıcaklığında, belli bir manyetik alan uygulanıp numunelerin vermiş oldukları manyetik moment tepkileri ölçülerek manyetik alan - manyetik moment (M-H) grafiği çizilmiştir. Bu grafik verilerinden elde edilen ΔM değerleri ve her bir numunenin geometrik ölçüleri ilgili denklemlerde kullanılarak kritik akım yoğunluğu değerleri hesaplanıp Şekil 4.11. grafiği çizilmiştir.

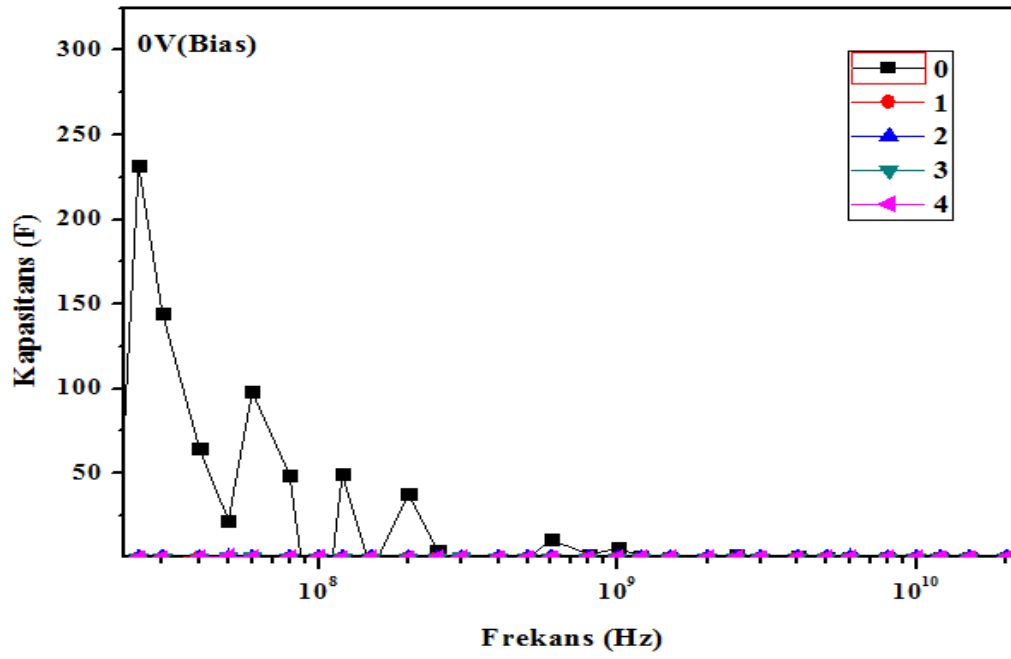


Şekil 4.11. Numunelere ait manyetik alana karşı kritik akım yoğunluğu değişimi grafiği

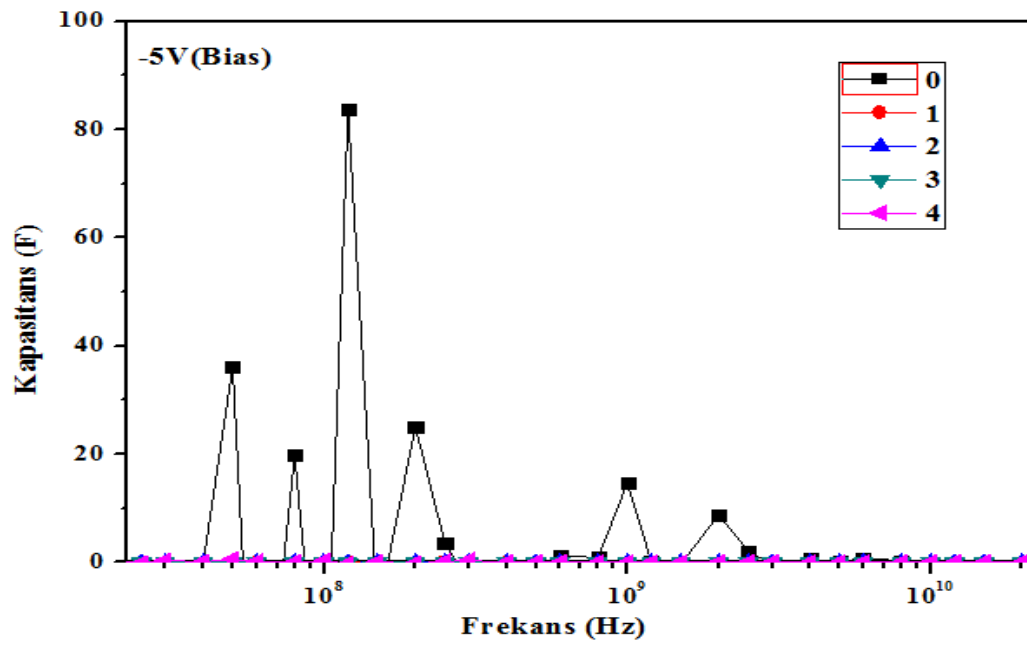
Şekil 4.11. incelendiğinde, manyetik alanın artması ile birlikte tüm numunelerde kritik akım yoğunluğu azaldığı görülmektedir. Manyetik alanın sıfıra yakın olduğu bir noktada, ortalama $1,0 \times 10^4$ A/cm²'lik akım yoğunluğuna sahip 0 numunesi en düşük kritik akım yoğunluğuna sahip olan numunedir. Katkı oranı ile birlikte, kritik akım yoğunluğu değeri her ne kadar doğru orantılı bir artış eğilimi göstermiş olmasa da, katkılamanın olduğu tüm numunelerde katkısız numuneye kıyasla daha yüksek bir kritik akım yoğunluğu değeri görülmektedir. Kritik akım yoğunluğu değeri ortalama olarak $3,2 \times 10^4$ A/cm² değeri ile 2 numunesine aittir. 0'a yakın manyetik alan değerinde 1, 3 ve 4 numunelerinin kritik akım yoğunluğu değerleri ortalama olarak sırası ile $1,3 \times 10^4$ A/cm², $1,4 \times 10^4$ A/cm² ve $2,3 \times 10^4$ A/cm²'dir. Bu sonuç manyetizasyon ölçümü ile elde edilen grafikte numunelere ait iç alan genişlikleri ile oldukça uyumludur.

4.8. Dielektrik Ölçüm Sonuçları

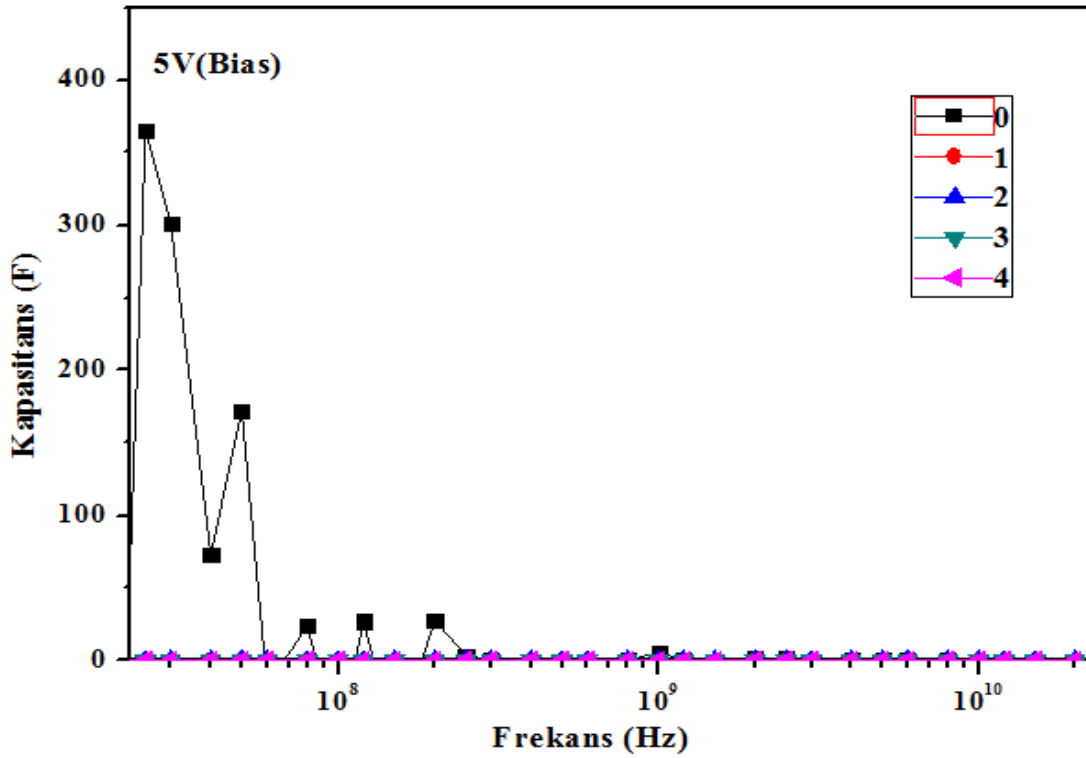
Oda sıcaklığında yapılan ölçümlerde V(bias) -5 V, 0 V ve 5 V değerlerinde elde edilen sonuçlar ile Şekil 4.12., Şekil 4.13. ve Şekil 4.14. ile gösterilen grafikler çizilmiştir.



Şekil 4.12. Numunelerin 0 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği



Şekil 4.13. Numunelerin -5 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği



Şekil 4.14. Numunelerin 5 V(Bias) değerinde frekansa bağlı kapasitans değişim grafiği

Farklı bias voltajlarında çizilen frekansa bağlı kapasitans değişim grafikleri incelendiğinde, tüm grafiklerde 0 numunesinin belli bir miktar kapasitans değeri görülürken çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numunelerde kapasitans değeri sıfıra düşmektedir. Kapasitans değeri ile ilişkili olan dielektrik sabiti, malzemenin depolayabildiği enerjinin bir ifadesidir. Enerji depolaması ise kapasitans tanımlanır. Dolayısı ile çok duvarlı karbon nanotüp katkısı dielektrik sabiti sıfıra götürürken numuneleri yalıtkanlıktan uzaklaştırıp daha iletken hâle getirmiştir. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüplerin iyi birer elektriksel iletken olduklarının bir sonucudur. Bu bağlamda çok duvarlı karbon nanotüp katkılama dielektrik özellikleri olumsuz anlamda etkilemiştir.

5. SONUÇLAR

Karbon katkısının MgB_2 üzerinde olumlu etkileri bilinmektedir. Bu tez çalışmasında klasik katihâl reaksiyon yöntemi ile MgB_2 numuneleri çok duvarlı karbon nanotüp katkılanması ile üretilip elde edilen numunelerin mekaniksel, elektriksel ve yapısal özellikleri incelenmiştir. Bulunan tüm sonuçlar literatür sonuçları ile uyumluluk içindedir. Bu tez çalışması klasik katihâl reaksiyon yöntemi kullanılarak çok duvarlı karbon nanotüp katkılama ile üretilen MgB_2 süperiletkeni için birçok fiziksel bulguyu barındırdığından konu ile ilgili diğer benzer çalışmalardan ayrılmaktadır.

Katkı oranı için belirlenen % 2 değerinde, numune üzerinde çok duvarlı karbon nanotüp katkısının olumlu etkileri en üst seviyeye ulaşırken; bu katkı değerinin üzerindeki değerlerde ise katkı maddesinin numune üzerindeki olumlu etki hızında düşüşler saptanmıştır. Yalnızca numune üretim işlemi sonundaki analizler sonucunda değil aynı zamanda üretim esnasında da bu durum ortaya çıkmıştır. Öyle ki soğuk hidrolik presleme aşamasında % 2 katkı oranının üzerindeki oranlarda katkı ile üretilen numunelerde yoğun olarak yüzey çatlamlarına rastlanmıştır. Nitekim bu durumun ortadan kalkması için ve aynı zamanda da tanecikler arası etkileşimin artacağı düşüncesi ile fırınlanma basamağı iki kez tekrarlanmıştır. İlk fırınlamadan sonra numunelerin daha gevrekleştiği tespit edilip yeniden öğütülmüş, preslenmiş ve aynı şartlar altında tekrar fırınlanmıştır. Bu durum ilk fırınlama ile nemlilik oranının düşürüldüğü MgB_2 için, daha kolay preslenen ve tanecikler arası daha güçlendirilmiş bir oluşumu doğurmuştur.

Numunelerin kristografik yapısı hakkında bilgi edinmek için yapılan x-ışınları kırınımı analizinde, tüm numunelere ait karakteristik piklerin baskın olarak var olduğu görülmektedir. Bu durum öncelikle MgB_2 yapısının oluşumu anlamını taşımaktadır. Kristografik desenlerde birtakım safsızlık pikleri de görülmektedir. Kimyasal bir reaksiyon sonucu elde edilen kimyasal malzemede tespit edilen safsızlık atomları, reaksiyon öncesi veya reaksiyon esnasında çevresel kontaminasyonlar netice ortaya çıkabilir. Magnezyumun oksijen ile kolay reakte olması özelliğinden dolayı deney esnasında, magnezyumlar oksitlenmiştir. Bu durum numunelerin manyetik özellikleri, kritik geçiş sıcaklığı değerleri ve kritik akım yoğunluğu gibi fiziksel durumlarında nispi olarak olumsuz bir durum var etmiştir. Aynı zamanda yapıya dâhil olmayan magnezyum atomları ve elektriksel açıdan

iyi birer iletken olan çok duvarlı karbon nanotüpler numunelerin metalik özelliğini doğrudan etkileyerek numunelerin kapasitif etkisini de azaltmıştır.

2 nolu numuneye ait piklerin diğer numunelere ait piklere nazaran daha dar olduğu görülmektedir. Bu durum 2 nolu numunenin kristalitesinin daha iyi olduğunu ve yapı oluşumunu daha hızlı ve daha düzgün bir biçimde tamamladığını göstermektedir. Resim 5.1.'de 2 numunesinin SEM fotoğrafı bu durumu doğrular niteliktedir. SEM fotoğrafında, taneciklerin bir birlerine daha yakın olduğu bu durum tanecikler arası bağın arttığını, yapının düzgün oluştuğunu ve fiziksel özelliklerin olumlu yönde etkilendiğini göstermektedir. Nitekim buna bağlı olarak 2 numunesinin kristalite düzgünlüğünden ötürü, diğer numunelere nazaran $M-H$, J_c ve $R-T$ gibi sonuçları da süperiletkenlik özellikleri açısından daha iyi çıkmıştır. Yine 2 nolu numunenin pik şiddeti diğer numunelere nazaran daha fazla çıkmıştır. Bu durum tanecikler arası güçlü bağ ile ilişkilidir.

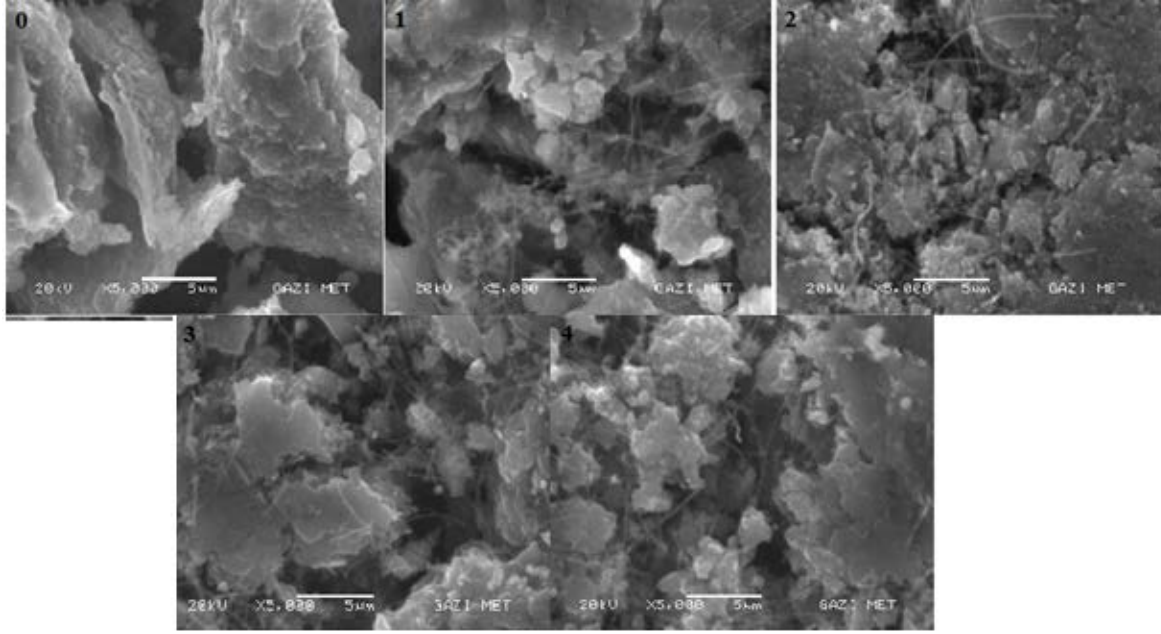
Çok duvarlı karbon nanotüp katkılı olan tüm numunelerde, katkısız olan numuneye nazaran sahip oldukları karakteristik piklerde bir miktar genişleme görülmektedir. Bu durum bor ve magnezyum atomlarının arasına giren çok duvarlı karbon nanotüplerin hegzagonal MgB_2 yapısını bir miktar strese maruz bıraktığı; bu durumda numunelerde örgü parametrelerinde bozulmalar meydana getirdiği sonucuna çıkarılmaktadır. Nitekim katkılı numunelerin örgü parametreleri incelendiğinde, katkısız numuneye ait örgü parametresi değerlerinden farklı değerler elde edildiği anlaşılmaktadır. Resim 5.1. incelendiğinde çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numunelerde, 0 numunesindeki gibi büyük kümelenmelerden ziyade daha küçük parçalar hâlinde yığılmalar görülmektedir. İpliksi görünümdeki yapılar çok duvarlı karbon nanotüpler iken, küçük yığınlar MgB_2 yapılarıdır. Her küçük MgB_2 kümesinin, aslında çok duvarlı karbon nanotüplerin yapıya dahil olması neticesinde, büyük kümelenme hâlinde MgB_2 oluşumunu engellediği görülmektedir. Netice olarak bu durum tanecikler arası bağı da zayıflatmıştır. Aslında bu durum süperiletkenliğe geçiş sıcaklık aralığı üzerinde de artırıcı bir etki oluşturmuştur. Bu durum, çok duvarlı karbon nanotüp katkısının kritik geçiş sıcaklığına geçiş aralığını artırıcı yönde etkilendiğini göstermektedir.

Katkısız numunenin kristal büyüklüğü çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numunelerden daha fazla çıkmıştır. Dolayısı ile çok duvarlı karbon nanotüp katkısı kristal büyüklüğünü azaltıcı yönde etkilemiştir. Bu durum SEM fotoğrafları ile de örtüşmektedir.

X-ışını kırınımı analizi sonucu elde edilen kırınım desenlerinden yararlanılarak Çizelge 5.1. oluşturulmuştur. Çizelge 5.1. incelendiğinde tüm numunelerde katkısız numuneye nazaran karakteristik düzlem piklerinde bir miktar kaymalar gözlenmiştir. Katkısız MgB_2 'ye ait (0 0 1) düzlem pikinin $25,58^\circ$ değerinden ortalama $26,50^\circ$ değerine, (0 0 2) düzlem pikinin $52,18^\circ$ değerinden ortalama $52,50^\circ$ değerine, (1 0 2) düzlem pikinin $63,41^\circ$ değerinden ortalama $63,50^\circ$ değerine kaydığı görülmektedir. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüp, bor ve magnezyum atomlarının iyon yarıçaplarının birbirinden farklı olmasından dolayı çok duvarlı karbon nanotüp katkılanması ile beraber, numunelerde örgü parametresinin azaldığını göstermektedir. Nitekim örgü parametresinin en fazla olduğu numune katkısız olan 0 numunesi iken, katkılama ile örgü parametresinde düşüşler görülmüştür. Bu durum numuneler kendi arasında kıyaslandığında da bariz bir biçimde ortaya çıkmaktadır.

Çizelge 5.1. Elde edilen MgB_2 numunelerine ait h-k-l düzlemleri ve bunlara karşılık gelen 2θ açıları

Numune (h k l)	0	1	2	3	4
(0 0 1)	25,58 (2 θ)	26, 47 (2 θ)	26,56 (2 θ)	26,84 (2 θ)	26,15 (2 θ)
(1 0 1)	42,38 (2 θ)	42,94 (2 θ)	42,79 (2 θ)	42,55 (2 θ)	42,40 (2 θ)
(0 0 2)	52,18 (2 θ)	52,25 (2 θ)	52,35 (2 θ)	52,35 (2 θ)	51,82 (2 θ)
(1 0 2)	63,41 (2 θ)	63,47 (2 θ)	63,49 (2 θ)	63,55 (2 θ)	63,04 (2 θ)
(2 0 0)	70,71 (2 θ)	70,73 (2 θ)	71,06 (2 θ)	70,26 (2 θ)	69,86 (2 θ)
(2 0 1)	76,44 (2 θ)	76,53 (2 θ)	76,67 (2 θ)	76,55 (2 θ)	76,10 (2 θ)



Resim 5.1. Numunelere ait SEM fotoğrafları

Resim 5.1. incelendiğinde yapının bir bütün olarak büyük parçalar hâlinde bulunmasının katkı oranı ile azaldığı görülmektedir. Bu durum numunelerin yükten bağımsız mikrosertlik değerlerinde de değişikliğe neden olmuştur. Yapının büyük parçalar hâlinde bulunduğu 0 numunesine ait yükten bağımsız mikrosertlik değeri, çok duvarlı karbon nanotüp katkılı numunelere ait yükten bağımsız mikrosertlik değerine nazaran daha fazla çıkmıştır. En düşük yükten bağımsız mikrosertlik değeri ise katkı oranının en fazla olduğu 4 numunesinde görülmüştür. SEM fotoğraflarında 4 numunesinde ipliksi çok duvarlı karbon nanotüplerin yapının üst ve alt bölgelerinde sarım şeklinde durduğu görülmektedir. Bu durum büyük bir kümelenmesinin önüne geçmektedir ve numuneye uygulanan dış kuvvetle birlikte kuvvet uygulayıcı uç daha kolay numuneye nüfuz edebilmektedir. Bu durumu Çizelge 4.2.'de d parametresinde açıkça görülmektedir. Katkı oranı arttıkça d parametresi yani girme derinliği de artmaktadır. Dolayısı ile çok duvarlı karbon nanotüplerin numune üzerinde yükten bağımsız mikrosertlik değerinde düşüslere sebep olduğu, bu durumun yapıyı yumuşattığı söylenebilmektedir.

Mikrosertlik analizlerinde yüzey gerilim değerinin de katkı oranı artışı ile genel olarak azaldığı görülmektedir. Esneklik değeri malzemeler için ayırt edici bir özelliktir. Elde edilen numunelerde bulunan borun yaklaşık olarak 320 GPa; magnezyumun 45 GPa; çok duvarlı karbon nanotüplerin ise yaklaşık olarak 30 GPa kadar gerilme kuvvetine dayanabileceği düşünüldüğünde, numuneler içeriklerindeki bor, magnezyum ve çok

duvarlı karbon nanotüpün elastiklik değerine göre, kendilerine uygulanan dış kuvvete belli bir seviyeye kadar esneyerek karşı koyabilecek belli bir seviyede kuvvetin üstünde ise numuneler karşı koyabilme gücünü gösteremeyip kalıcı hasarlara uğrayacaktır. Elastik-plastik deformasyon yaklaşımına göre de parametresinin pozitif çıkması numunelere uygulanan dış kuvvet sonucu hem plastik hem de elastik deformasyon oluştuğunu söyler ki bu durumda bor, magnezyum ve çok duvarlı karbon nanotüplerin dış kuvvete karşı yapılarını bozmadan koruyabilme özelliklerinin birbirlerinden farklılığının doğal bir sonucudur.

Numunelerin tamamı mikrosertlik karakter açısından çentik boyut etkisi davranışına sahiptir. Çentik boyut etkisi davranışına sahip malzemelerde, malzeme üzerine bir dış kuvvet uygulanırsa, malzeme giderek mikrosertlik değerini azaltır. Şekil 4.3.'te görülen, en hızlı mikrosertlik değerini azaltan numune katkı oranı en yüksek olan 4 numunesidir. Çok duvarlı karbon nanotüpün numuneleri daha yumuşak hâle getirdiği burada da görülmektedir.

Manyetik özellikler süperiletken numunelerin fiziksel karakterlerinde belirleyici rol oynamaktadır. Bu bakış açısıyla, 20 K sıcaklık değerinde numunelere -20000 Oe ile +20000 Oe arasında bir manyetik alan uygulanarak numunelerin manyetik moment tepkileri ölçüldü ve M-H grafiği elde edildi. M-H grafiklerinde, ilgili numuneye ait eğrinin iç alanının büyüklüğü, negatif ve pozitif bölgede numunenin verdiği maksimum manyetik moment tepkisi değerine göre değiştiğinden ötürü, yüksek manyetik moment tepkisi yüksek iç alanı doğuracaktır ki bu durumda kritik akım yoğunluğunu doğrudan etkileyecektir.

M-H eğrilerinde iç alan değerleri numuneler arasında kıyaslandığında büyükten küçüğe doğru 2, 4, 1, 3 ve 0 numunesi şeklinde sıralanmaktadır. Dolayısı ile katkısız numunenin iç alanının en az çıkmış olması ve katkı miktarı ile iç alanın artması ve kritik akım yoğunluğunun artışı şeklinde doğal bir sonuç çıkarması tez çalışmasının başından itibaren beklenen bir durumdu. Kritik akım yoğunluğu ile ilişkili olan perçinlenme özelliği de çok duvarlı karbon nanotüp katkısı ile artmaktadır. Manyetiklik değerinin azalışı, numunenin büyük parçalar hâlinde topaklanarak tanecikler arası bağlantının azalmasının bir sonucudur. Bu durumda Resim 5.1. incelendiğinde büyük parçalar hâlinde bulunan 0 numunesinin manyetiklik değerinin diğer numunelere kıyasla neden daha az çıkmış

olmasının sebebi anlaşılmaktadır. Ayrıca eğrilerin hiçbirinde kırılma görülmemesi, numunelerdeki safsızlık fazlarının baskın olmadığını aynı zamanda herhangi bir faz geçişinin de gözlenmediğini göstermektedir.

Süperiletken bir malzeme manyetik alan ve sıcaklık gibi koşullar uygunlaştırıldığında, elektriksel dirençlerini sıfıra düşürürler. Bu bağlamda elde edilen numunelerin sıcaklığa karşı elektriksel dirençleri ölçülerek R-T grafiği çizilmiştir. Bu grafik bize yapının süperiletken olup olmadığını, süperiletkenlik fazı oluştu ise numunelerin hangisinde daha hızlı geçiş olduğu gibi bir dizi ön bilgiler verir. Yapılan analizler neticesinde literatürde var olan MgB_2 için mevcut kritik geçiş sıcaklığı aralığında, tüm numunelerde süperiletken yapıya geçişler görülmüştür. En yüksek geçiş sıcaklığı 36,00 K olarak katkısız numunede görülürken en düşük geçiş sıcaklığı 32,00 K olarak katkı oranı en yüksek olan 4 numunesinde görülmüştür. Katkı oranının artışı ile kritik geçiş sıcaklığı değerinde ters orantılı bir azalışın görülmesi, çok duvarlı karbon nanotüp katkısının kritik geçiş sıcaklığını azalttığı anlamını gelmektedir.

X-ışını kırınımı analizi sonucu elde edilen kırınım desenleri incelendiğinde, safsızlık pikleri en şiddetli olarak 4 numunesinde görülmektedir. Aynı zamanda MgB_2 içerisine katkılanan çok duvarlı karbon nanotüpler de safsızlık fazı olarak değerlendirildiğinde en yoğun safsızlık atomlarının x-ışını kırınım desenlerinde 4 numunesinde görülmesi olağan bir durumdur. Nitekim SEM fotoğraflarında da çok duvarlı karbon nanotüpler ipliksi hâlleri ile yoğun olarak 4 numunesinde görülmektedir. Safsızlık atomlarının fazlalığı tanecikler arası arası bağlantıyı azaltırken süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı aralığı olan ΔT_c değerini artırmaktadır. ΔT_c değeri 7,00 K ile en fazla 4 numunesinde görülmektedir. Süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı aralığının numuneler arasında gözlenen en düşük değerin 1,60 K ile 2 numunesinde görülmesi, 2 numunesine ait x-ışını kırınımı analizi sonucu elde edilen kırınım desenlerindeki keskin ve dar piklerle ilişkilidir ki bu durum tanecikler arası bağın fazlalığı ve yapıdaki düzgün kristalite ile de bağlantılıdır. Dolayısı ile bu durum süperiletkenlik özelliklerine de pozitif etki yapmaktadır. Ayrıca süperiletkenliğe geçişin bittiği sıcaklık değeri 25 K olarak katkı oranı en çok olan 4 numunesinde görülmektedir. Süperiletkenliğe geçişin bittiği sıcaklık değerinin azalışı da, safsızlık atomlarına bağlıdır. Sonuç olarak çok duvarlı karbon nanotüp katkısı ΔT_c 'yi artırırken, $T_c^{\text{bitiş}}$ değerini de azaltmıştır. Numuneler ortalama 40 K değerine kadar omik bir davranış gösterirken, geçiş sıcaklığı bandına girdiklerinde aniden omik olmayan bir hâle evrilmektedirler. Bu durum

oda sıcaklığında numunelerin elektriksel iletkenliğinin çok duvarlı karbon nanotüp katkısıyla birlikte artmasının omik özellik ile güçlü bir bağının olduğunu göstermektedir.

Numunelerde çok duvarlı karbon nanotüp katkısı artışı ile birlikte kritik akım yoğunluğu değeri de artmıştır. Kritik akım yoğunluğunun en düşük görüldüğü numune katkısız 0 numunesi iken, en yüksek kritik akım yoğunluğu değeri 2 numunesinde görülmektedir. Bu durum M-H grafiğinde numunelere ait eğrilerin altında kalan alan büyüklükleri ile de ilişkilidir.

2 numunesinin SEM görüntülerindeki tanecikler arası mesafenin azlığı, x-ışını kırınımı analizi sonucu elde edilen kırınım piklerinin keskin ve dar oluşu, M-H eğrisinde, eğrinin iç alanının fazlalığı, ΔT_c değerinin azlığı, safsızlık atomlarının çok olmayışı gibi durumlar bu tez çalışmasında elde edilen numuneler içinde en iyi fiziksel özelliklerin görüldüğü numunenin 2 numunesi olduğunu göstermektedir.

Numuneler dielektriksel açıdan kapasitif etkilerini çok duvarlı karbon nanotüp katkısı ile kaybetmişlerdir ve oda sıcaklığında iletkenliklerini artırmıştır. Bu durum çok duvarlı karbon nanotüpler iletkenlik değerinin yüksek olmasının doğal bir sonucudur.

Bu tez çalışması ile maddeler hâlinde aşağıda sıralanan sonuçlar elde edilmiştir:

Çok duvarlı karbon nanotüp katkısı MgB_2 üzerinde;

- a) Kritik geçiş sıcaklığını düşürücü,
- b) Kritik geçiş sıcaklık aralığını arttırıcı,
- c) Kritik akım yoğunluğunu arttırıcı,
- d) Manyetizasyon değerinde arttırıcı,
- e) Örgü parametrelerinde bazı bozukluklar oluşturucu,
- f) Mekaniksel olarak daha yumuşak ve esnek bir hâle dönüştürücü,
- g) Oda sıcaklığında kapasitif etkisini yok edici bir etki oluşturmuştur.

Ayrıca, MgB_2 süperiletkenine ait fiziksel özelliklerin iyileştirilmesi adına yapılacak en ideal çok duvarlı karbon nanotüp katkı oranının, bu tez çalışmasında uygulanan katkı oranları içerisinde değerlendirildiğinde, % 2 değeri olduğu saptanmıştır.

KAYNAKLAR

1. Ürper, O. (2014). *Tek duvarlı karbon nanotüplerin organik güneş pillerinde elektrot malzemesi olarak kullanılması*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Enerji Bilim ve Teknoloji Anabilim Dalı, Enerji Bilim ve Teknoloji Programı, İstanbul.
2. Buzea, C., Yamashita, T. (2001). Review of superconducting properties of MgB₂. *Superconductor Science and Technology*, 14, 115-146.
3. Solomons, G. T. W. (2013). *Organic Chemistry* (On Birinci Basım). United States: John Wiley High Education, 35-38.
4. Dresselhaus, G. S., Dresselhaus, M. S., Saito, R. (1998). *Physical properties of carbon nanotubes*. (Üçüncü Basım). London: Imperial College Pres, 47.
5. Aqel, A., El-Nour, K. M.M. A., Ammar, R. A. A., Al-Warthan, A. (2010). Carbon nanotubes, science and technology part (I) structure, synthesis and characterisation. *Arabian Journal of Chemistry*, 5 (1), 1-23.
6. Ali, E., Hadis, D., Hamzeh, K. K., Mohammad, K. (2014). *Carbon nanotubes: Properties, synthesis, purification, and medical applications*. *Nanoscale Research Letters*, 9(1):393.
7. Journet, C., Bernier, P. (1998). Production of carbon nanotubes. *Applied Physics A*, 67,1-9.
8. Corrias, M., Caussat, B., Ayrat, A., Durand, J., Kihnd, Y., Kalck, Ph. (2003). Carbon nanotubes produced by fluidized bed catalytic CVD: first approach of the process. *Chemical Engineering Science*, 58, 4475-5582.
9. Cervantez, O., Rueda, M. G., Ortiz, L. J. (2005). Catalytic CVD Production of Carbon Nanotubes Using Ethanol. *Microelectronic Journal*, 36: 495.
10. Kingston, C. T., Simard, B. (2003). Fabrication of Carbon Nanotubes. *Analytical Letters*, 36, (15), 3119-3145.
11. Popov, V. N. (2004). Carbonnanotubes: properties and application. *Materials Science and Engineering Reports*, 43 (3), 61-102.
12. Yokomichi, H., Sakai, F., Ichihara, M., Kishimoto, N. (2002). Carbonnanotubes synthesized by thermal chemical vapor deposition using M(NO₃)_n.mH₂O as catalyst. *Physica B*, 323: 311.
13. İnternet:süperiletkenlik, <http://www.superconductors.org/>
14. Himbele, J. J. (2016). *Contribution à l'étude d'un insert dipolaire supraconducteur à haute température critique pour accélérateur de particules, utilisent le concept de câble multi-rabans torsadé*. Doktora Tezi, Docteur De La Communauté Grenoble Alpes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Elektrik Mühendisliği, Grenoble.

15. Bean, C. P. (1962). Magnetization of hard superconductors. *Physical Review Letters*, 8, 250 (1962).
16. London, H., London, F. (1935). The electromagnetic equations of the superconductors. *Proceeding of Royal Society*. A149, 71.
17. Babaoğlu, M. G. (2012). *Aromatik hidrokarbon katkılı MgB₂ süperiletkenlerin elektromanyetik karakterizasyonu*. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara.
18. Kittel, C. (2005). *Introduction to Solid State Physics*. (Sekizinci Basım). Hoboken: John Wiley and Sons International Rights, 277.
19. Meissner, W. and Ochsenfeld, R. (1933). *Superconductivity*. *Naturwiss.*21.
20. İnternet:süperiletkenlik, <http://lampx.tugraz.at/~hadley/ss2/problems/super/s.pdf>
21. Ginzburg, V. L. and Landau, D. L. (1950). *Zh. Exsp. Theor. Fiz.* 20, 10064.
22. Koralay, H. (2007). *Farklı oranlarda vanadyum katkısı yapılmış bi-tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin üretimi, yapısal ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi*. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara.
23. Charles P. P. Jr., Horacio A. F., Richard J. C., Ruslan, P. (2007). *Superconductivity*. (İkinci Basım). London: Elsevier, 171.
24. Duncan, W., Bruce, Dermot, O., Richard, I. (2010). *Low-Dimensional Solids*. (Birinci Basım). New York: John Wiley & Sons Ltd., 212.
25. Saefuloh, I., Imaduddin, A., Yusman, Herbirowo, S., Yusuf, Y. (2019). Manufacture and analysis of MgB₂ superconducting wire with addition carbon nano tube (CNT) by in-situ. *International Journal of Mechanical and Production Engineering Research and Development*, 9, 289-296.
26. Wesche, R. (2015). *Physical Properties of High-Temperature Superconductors*. (Birinci Basım). New York: John Wiley & Sons Ltd., 133.
27. Kittel, C. (2005). *Introduction to Solid State Physics*. (Sekizinci Basım). Hoboken: John Wiley and Sons International Rights, 270.
28. Hinks, D. G., Claus, H., Jorgensen, J. D. (2001). The Complex nature of superconductivity in MgB₂ as revealed by the reduced total isotope effect. *Nature*, 411-457.
29. Safran S. (2018). Karbon Kaplı Nano-Bor Kullanılarak Hazırlanan Süperiletken MgB₂ Numunelerde Magnezyum Kaynağının Yapısal Ve Elektriksel Özellikler Üzerindeki Rolü. *Gazi Uni J. Sci, Part C*. 6, 3(715 – 720).
30. Safran, S. (2010). *MgB₂ süperiletken tellerde alternatif akım kaybı ve akı perçinleme mekanizmaları*. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara.

31. Handstein, A., Hinz, D., Fuchs, G., Muller, K. H., Nenkov, K., Gutfleisch, O., Narozhnyi, V. N., Schultz, L. (2001). Fully dense MgB_2 superconductor textured by hot deformation. *Journal of Alloys and Compounds*, 1, 329.
32. De Lima, O. F., Ribeiro, R. A., Avila, M. A., Cardoso, C. A., Coelho, A. A. (2001). Anisotropic superconducting properties of aligned MgB_2 crystallites. *Physical Review Letters*, 86, 5974.
33. Jung, M. H., Jaime, M., Lacerda, A. H., Boebinger, G. S., Kang, W. N., Kim, H. J., Choi, E. M., Lee, S. I. (2001). Anisotropic superconductivity in epitaxial MgB_2 films. *Chemical Physics Letters*, 343, 447.
34. Ferdeghini, C., Ferrando, V., Grassano, G., Ramadan, W., Bellingeri, E., Braccini, V., Marre, D., Manfrinetti, P., Palenzona, A., Borgatti, F., Felici, R., Lee, T. L. (2001). Growth of c-oriented MgB_2 thin films by Pulsed Laser Deposition: structural characterization and electronic anisotropy. *Superconductor Science and Technology*, 14, (11).
35. Patnaik, S., Cooley, L. D., Gurevich, A., Polyanskii, A. A., Jiang, J., Cai, X. Y., Squitieri, A. A., Naus, M. T., Lee, M. K., Choi, J. H., Belenky, L., Bu, S. D., Letteri, J., Song, X., Schlom, D. G., Babcock, S. E., Eom, C. B., Hellstrom, E. E., Larbalestier, D. C. (2001). Electronic anisotropy, magnetic field-temperature phase diagram and their dependence on resistivity in c-axis oriented MgB_2 thin films. *Superconductor Science and Technology*, 14, 315.
36. Xu, M., Kitazawa, H., Takano, Y., Ye, J., Nishida, K., Abe, H., Matsushita, A., Kido, G. (2001). Single crystal MgB_2 with anisotropic superconducting properties. *Applied Physics Letters*, 79, 2779.
37. Lee, S., Mori, H., Masui, T., Eltsev, Y., Yamamoto, A., Tajima, S. (2001). Growth structure analysis and anisotropic superconducting properties of MgB_2 single crystals. *Journal of the Physical Society of Japan*, 70, 2255-2258.
38. Uyar, R. E. (2016). *Silisyum nitrat ara yüzey yalıtkan tabakalı mıs yapının elektrik ve dielektrik parametreleri üzerine gama radyasyonunun etkileri*. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara.
39. Ye, S., Song, M., Matsumoto, A., Togano, K., Takeguchi, M., Ohmura, T., Kumakura, H. (2013). High-performance MgB_2 superconducting wires for use under liquid-helium-free conditions fabricated using an internal Mg diffusion process. *Superconductor Science and Technology*, 26, (12).
40. Ma, Y. (2013). *Superconducting properties of PIT processed MgB_2 wires and tapes*. ACASC, Cappadocia, Turkey, Oct, 23-25.
41. Dipak, P., Shahriar, Md., Hossaina, A., Motamana, A., Barua, S., Shahabuddin, M., Kim, H. J. (2014). Rational design of MgB_2 conductors toward practical applications. *Cryogenics*, 63, 160-165.
42. Jiang, J., Senkowicz, B. J., Larbalestier, D. C., Hellstrom, E. E. (2006). Influence of boron powder purification on the connectivity of bulk MgB_2 . *Superconductor Science and Technology*, 19, (8).

43. Egilmez, M., Ozyuzer, L., Tanoglu, M., Okur, S., Kamer, O., Oner, Y. (2006). Electrical and mechanical properties of superconducting MgB_2 /Mg metal matrix composites. *Superconductor Science and Technology*, 19:359–364.
44. Vitali, F. N. *Bulk Magnesium Diboride Mechanical and Superconducting Properties*. Department of Mechanical and Aerospace Engineering UCSD Materials Science and Engineering Program University of California, San Diego La Jolla, California 92093-0411.
45. Qu, B., Sun, X. D., Li, J. G., Xiu, Z. M., Liu, S. H., Xue, C. P. (2001). Significant improvement of critical current density in MgB_2 doped with ferromagnetic Fe_3O_4 nanoparticles. *Superconductor Science and Technology*, 22, (1)
46. Novosel, N., Pajic, D., Skoko, Z., Mustapic, M., Babic, E., Zadro, K., Horvat, J., (2012). The influence of CuFe_2O_4 nanoparticles on superconductivity of MgB_2 . *Physics Procedia*, 36: 1498 – 1503.
47. Cheng, H., Zhang, H., Zhao, Y., Feng, Y., Rui, X. F., Munroe, P., Zeng, H. M., Koshizuka, N., Murakami, M. (2003). Doping effect of nano-diamond on superconductivity and flux pinning in MgB_2 . *Superconductor Science and Technology*, 16, (10).
48. Soltanian, S., Horvat, J., Wang, X. L., Munroe, P., Dou, S. X. (2003). Effect of nano-carbon particle doping on the flux pinning properties of MgB_2 superconductor. *Physica C: Superconductivity*, 390, (3): 185-190.
49. Ueda, S., Yamamoto, A., Shimoyama, J., Horii, S. (2004). Enhanced critical current properties observed in Na_2CO_3 -doped MgB_2 . *Superconductor Science and Technology*, 17(7):926.
50. Ye, S. J., Matsumoto, A., Zhang, Y. C., Kumakura, H. (2014). Strong enhancement of high-field critical current properties and irreversibility field of MgB_2 superconducting wires by coronene active carbon source addition via the new B powder carbon-coating method. *Superconductor Science and Technology*, 27. 085012 (10).
51. Kim, J. H., Yeoh, W. K., Xu, X., Dou, S. X., Munroe, P., Rindfleisch, M., Tomsic, M. (2006). Superconductivity of MgB_2 with embedded multiwall carbon nanotube. *Physica C: Superconductivity*, 449: 133–138.
52. Dou, S. X., Yeoh, W. K., Horvat, J., Ionescu, M. (2003). Effect of carbon nanotube doping on critical current density of MgB_2 superconductor. *Applied Physics Letters*, 83, 4996.
53. Chandra, S., Rajiv G., Malik, S. K., Srivastava, O. N. (2006). Improved critical current density of MgB_2 – carbon nanotubes (CNTs) composite. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 6, 1804-1809.
54. Yeoh, W. K., Kim, J. H., Horvat, J. S., Dou, X., Munroe, P. (2006). Improving flux pinning of MgB_2 by carbon nanotube doping and ultrasonication. *Superconductor Science and Technology*, 19, (1)

55. Yeoh, W. K., Horvat, J., Dou, S. X., Munroe P. (2005). Effect of carbon nanotube size on superconductivity properties of MgB_2 . *Ieee Transactions on Applied Superconductivity*, 15, (2)
56. Patel, D., Maeda, M., Choi, S., Seong, J. K., Shahabuddin, M., Parakandy, J. M., Shahriar, Md., Hossaina, A., Kim, J. H. (2014). Multiwalled carbon nanotube-derived superior electrical, mechanical and thermal properties in MgB_2 wires. *Scripta Materialia*, 88, 13–16.
57. Yeoh, W. K., Horvat, J., Kim, J. H., Xu, X., Dou, S. X. (2007). Effect of carbon substitution on the superconducting properties of MgB_2 doped with multi-walled carbon nanotubes and nano carbon. *Ieee Transactions on Applied Superconductivity*, 17, (2).
58. Wei, J., Li, Y., Xua, C., Wei, B., Wu, D. (2003). *Structure and superconductivity of MgB_2 -carbon nanotube composites*. *Materials Chemistry and Physics*, 78, 785–790.
59. Coşkunsu, E. (2015). *X-ray analizörlü enerji dağılımlı taramalı elektron mikroskobu (sem/eds) ile enfsı/gsr (europen network forensic science institue/ gun shot residue proficiency test) numunesinde elementel atış artıklarının analizi ve optimizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Disiplinlerarası Adli Bilimler Adli Kimya Ve Adli Toksikoloji Anabilim Dalı, Ankara.
60. Sangwal, K., Surowska, B. (2003). Study of indentation size effect and microhardness of $SrLaAlO_4$ and $SrLaGaO_4$ single crystals. *Journal Materials Research Innovations*, 7(9), 91–104.
61. Gong, J., Wu, J., Guan, Z., (1999). Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics. *Journal of European Ceramic Society*, 19(15), 2625-2630.
62. Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. (2000). Load-dependence of knoop hardness of Al_2O_3 -TiC composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 20, 1895-1900.
63. Gong, J., Miao, H., Zhao, Z., Guan, Z. (2001). Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets. *Materials Science and Engineering A*, 303(1), 179-186.
64. Bekteş, M., Uzun. O., Aktürk, S., Ekinici, A. E., Uçar, N. (2004). Vickers microhardness studies of Fe-Mn binary alloys. *Chinese journal of Physics Letters*, 42(6), 733-739.
65. Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B., Uçar, N. (2005). Indentation size effect and microhardness study of β -Sn single crystals. *Chinese journal of Physics Letters*, 22(12), 3137-3140.
66. Uzun, O., Karaaslan, T., Gögebakan, M., Keskin, M. (2004). Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8–16 wt.%Si alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 376 (1-2), 149-157.

67. Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., Güçlü, N. (2005). Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. *Journal of European Ceramic Society*, 25 (6), 969-977.
68. Şahin, O. (2006). *Beta-Sn tek kristallerinin bazı mekaniksel özellikleri ile kristal yönelimi arasındaki ilişki*. Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Isparta.
69. Gane, N., Bowden, F. P. (1968). Microdeformation of solids. *Journal of Applied Physics*, 39, 1432-1435.
70. Li, H., Bradt, R. C. (1996). The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. *Journal Material Science*, 31, 1065.
71. Li, H., Bradt, R. C. (1993). The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. *Journal of Materials Science*, 28, 917-926.
72. Awad, R., Abou-Aly, A. I., Kamal, M., Anas, M. (2011). Mechanical properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 substituted by pr. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 24, 1947-1956.
73. Collings, E., W., Lee, E., Sumption, M. D., Tomsic, M., Wang, X. L., Soltanian, S., Dou, S. X. (2003). Continuous- and batch-processed MgB₂/Fe strands—transport and magnetic properties. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 386, 555–559.
74. Kızılkoca, B. (2015). *Katkılı MgB₂ süperiletken bulk üretimi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisans Tezi, Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Hatay.
75. Matsushita, T., Kiuchi, M., Otabe, E. S., Yamamoto, A., Shimoyama, J., Kishio, K. (2010). Critical current properties at high magnetic fields in polycrystalline MgB₂ superconductors. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 470 (20), 1406-1410.
76. Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., Akimitsu, J. (2001). Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410(6824):63-4.
77. Mudgel, M., Awana, V. P. S., Bhalla, G. L., Kishana, H. (2008). Superconductivity of non- stoichiometric intermetallic compound NbB₂. *Elsevier*, 147 (11-12), 439-442.
78. Spaldin, N., A., (2003). *Magnetic materials fundamentals and applications*. (İkinci Basım). Cambridge: Cambridge University Press, 131.
79. İnternet:Lake Shore Cryotronics, http://www.lakeshore.com/ObsoleteAndResearchDocs/7300_Manual.pdf, 2001.
80. Franco, C. M., Ferreira, B., Santos, C. A. M., Ghiveldar, L., Filho, H. J. I., Machado, A. J. S. (2004). Physical property characterization of bulk MgB₂ superconductor. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 408, 130.

81. Kolesnikov, N., N., Kulakov, M., P. (2002). *MgB₂ Superconducting Wires: Basics And Applications. Physica C: Superconductivity and its Applications*, 363, 166
82. Rodrigues, D., Lucas, Jr., Silvaa, B. S., Vivian, C. V., Hellstromb, E. (2012). Superconducting properties of MgB₂ with addition of other AlB₂-type diborides and carbon sources, prepared using high energy ball milling and HIP. *Physics Procedia*, 36, 468 – 474.
83. Ansari, I. A. (2019). Study of dynamic behaviors for nano Fe-doped MgB₂ superconductor via ac-susceptibility measurements. *Ceramics International*, 45, 1523-1527.
84. Tolendiuly, S., Fomenko, S. M., Dannangoda, G. C., Martirosyan, K. S. (2017). Self-propagating high temperature synthesis of MgB₂ superconductor in high-pressure of argon condition. *Eurasian Chemico-Technological Journal*, 19, 177-181.
85. Paranthaman, M., Thompson, J., R., Christen, D., K., (2001). Effect of carbon-doping in bulk superconducting MgB₂ samples. *Physica C: Superconductivity*, 355 (1-2), 1-5.
86. Tampieri, A., Celotti, G., Sprio, S., Caciuffo, R., Rinaldi, D. (2004). Study of the sintering behaviour of MgB₂ superconductor during hot-pressing. *Physica C: Superconductivity*, 400 (3–4), 97-104.
87. Kim, C. J., Yi, J. H., Jun, B. H., You, B. Y., Park, S. D., Choo, K. N. (2014). Reaction-induced pore formation and superconductivity in in situ processed MgB₂ superconductors. *Physica C: Superconductivity*, 502, 4-9.
88. Yi, J. H., Kim, K. T., Jun, B. H., Sohn, J. M., Kim, B. G., Joo, J., Kim. C. J. (2009). Pore formation in in situ processed MgB₂ superconductors. *Physica C: Superconductivity*, 469 (15–20), 1192-1195.
89. Shcherbakova, O. V., Pan, A. V., Wang, J. L., Shcherbakov, A. V., Dou, S. X., Wexler, D., Babic, E., Jercinovi, M., Husnjak, O. (2008). Sugar as an optimal carbon source for the enhanced performance of MgB₂ superconductors at high magnetic fields. *Superconductor Science and Technology*, 21(1):015005 (7).
90. Yeoh, W. K., Kim, J. H., Horvat, J., Dou, S. X., Munroe, P. (2006). Improving flux pinning of MgB₂ by carbon nanotube doping and ultrasonication. *Superconductor Science and Technology*, 19 (2).
91. Feng, Q. R., Chen, C., Xu, J., Kong, L., Chen, X., Wang, Y., Gao Z. (2004). Study on the formation of MgB₂ phase. *Physica C: Superconductivity*, 411(1), 41-46.
92. Shafi, P. M., Bose, A. C. (2015). Impact of crystalline defects and size on X-ray line broadening: A phenomenological approach for tetragonal SnO₂ nanocrystals. *AIP Advances* 5, 057137.
93. Suryanarayana, C., Norton, M. G. (1998). *X-Ray diffraction a practical approach*. (Birinci Basım). New York: Plenum Publishing Corporation, 212.

94. Yuan, Y., Chen, J. (2016). Nano-welding of multi-walled carbon nanotubes on silicon and silica surface by laser irradiation. *Materials Science Nanomaterials (Basel)*, 6(3), 36.
95. Prozorov, T., Prozorova, R., Snezhko, A., Suslick, K. S. (2003). Sonochemical modification of the superconducting properties of MgB_2 . *Applied Physics Letters*, 83 (10).
96. Kölemen, U., Uzun, O., Aksan, M. A, Güçlü, N., Yakıncı, E. (2006). An analysis of load depth-sensing microindentation experiments for intermetallic MgB_2 . *Journal of Alloys and Compounds*, 415(1-2), 294-299.
97. Uzun, O., Karaaslan, T., Keskin, M. (2003). Hardness evaluation of Al-12Si-0.5Sb melt-spun ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 358, 104-111.
98. Kölemen, U. (2006). Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB_2 superconductors using different models. *Journal of Alloys and Compounds*, 425, 429-435.
99. Quinn, J. B., Quinn, V. D. (1997). Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. *Journal of Materials Science*, 32, 4331-4346.
100. Bekteş, M. (2004). *Fe-Mn alaşımlarının mikrosertlik ölçümleri*. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Isparta.
101. Li, H., Han, Y. H., Bradt, R. C., Mater, J. (1994). Knoop microhardness of single crystal sulphur. *Journal of Materials Science*, 29, 5641-5645.
102. Gong, J., Wu, J., Guan, Z., (1999). Examination of the indentation size effect in low load Vickers hardness testing of ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 19 2625-2631.
103. Sohns, J., Seifert, B., Hahne, E. (1981). The effect of impurities on the melting temperature and the heat of fusion of latent heat storage materials. *International Journal of Thermophysics*, 2(1).
104. Prikhna, T. A. (2014). Properties of MgB_2 bulk. *Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine, Arxiv ResearchGate*.
105. Durán, A., Verdin, E., Galván, D. H., Romero-Salazar, C., Morales, F., Adem, E., Rickards, J., Maple, M. B., Escudero, R. (2008). Magnetic instability in irradiated MgB_2 dense samples. *Journal of Applied Physics*, 104(9):093917(6).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : KAYA, Naki
 Uyruğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 14.07.1986, İskenderun
 Medeni hâli : Evli
 Telefon : 0(533) 018 32 86
 e-mail : nakikaya06@gmail.com



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Doktora	Gazi Üniversitesi / Fizik Bölümü	Devam ediyor
Yüksek lisans	Kilis 7 Aralık Üniversitesi / Fizik Bölümü	2012
Lisans	Gaziantep Üniversitesi / Fizik Bölümü	2009
Lise	Ankara Anadolu Lisesi	2004

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2016-Hâlen	T.C. İstanbul Arel Üniversitesi	Öğretim Görevlisi
2010-2010	Yeni Yapan İlkokulu / 7 Aralık İlkokulu	Öğretmen
2011-2011	Polateli Çok Programlı Anadolu Lisesi	Öğretmen
2011-2012	Mustafa Kın Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi	Öğretmen

Yabancı Dil

İngilizce, Fransızca

Yayınlar

1. Kaya, N., Delihacıoğlu, K. (2013). Reflection and Transmission Coefficients From Chiral Nihility Slab. *Journals of Optoelectronics and Advanced Materials*, Cilt (7), 859-863.

2. Kaya, N., Çavdar, Ş., Koralay, H. (2020). CVD Yöntemi ile Karbon Katkılanmış Bor Kullanılarak Üretilen MgB_2 'nin Mikrosertlik Özelliklerinin İncelenmesi. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji Cilt* (8), 192-204.
3. Koralay, H., Öztürk, Ö., Tuğluoğlu, N., Kaya, N., Turan, N., Tayanç, T., Çavdar, Ş. (2018, 29 Nisan-04 Mayıs). *Crystallization Kinetics and Glass Transition Kinetics of The $Bi_{1.9}Pb_{0.3}Sr_2Ca_2Cu_{3-x}Co_xO$ Glass-Ceramic System*, 6th International Conference on Superconductivity and Magnetism, Antalya.
4. Koralay, H., Öztürk, Ö., Tuğluoğlu, N., Kaya, N., Çelik, Ş., Çavdar, Ş. (2017, 28-29 Aralık). *BSCCO Cam Seramik Malzemesine Co Katkısının Etkisi*, 1st International Turkish World Engineering and Science Congress – ITWESC, Antalya.
5. Çavdar, Ş., Tuğluoğlu, N., İzmirli, S., Kaya, N., Öztürk, Ö., Koralay, H. (2017, 10-12 Mayıs). *The Investigation of Structural Features of $Bi(1.8-x)Pb_{0.2}Ga_xSr_2CaCu_2O_y$ Glass Ceramic Superconductivity*, International Conference on Advances and Innovations in Engineering ICAIE, Elazığ.
6. Koralay, H., Kaya, N., Çavdar, Ş., Taşçı, A., T., Öztürk, Ö., Çiçek, B., Tuğluoğlu, N. (2017, 10-12 Mayıs). *The Effect of Encapsulation Time on the Encapsulation Carbon of Boron Powder With CVD Method*, International Conference on Advances and Innovations in Engineering ICAIE, Elazığ.
7. Koralay, H., Kaya, N., Tuğluoğlu, N., Öztürk, Ö., Çiçek, B., Çavdar, Ş. (2017). *Determination of Suitable Sintering Temperature for MgB_2 Produced by Carbon Encapsulated Boron Obtained by Chemical Vapor Deposition Method*, ICCME 2017: 19th International Conference on Chemical and Materials Engineering, Roma.
8. Çavdar, Ş., Turan, N., Kaya, N., Öztürk, Ö., Tuğluoğlu, N., Koralay, H. (2016, 29 Nisan-04 Mayıs). *Influence of Heat Treatment Duration on Mechanical properties of $RuSr_2GdCu_2O_x$* , 5th International Conference of Superconductivity and Magnetism, Fethiye.
9. Kaya, N., Koralay, H., Öztürk, Ö., Çiçek, B., Çavdar, Ş. (2016, 16 Aralık). *CVD Yöntemi ile Elde Edilen Karbon Kapsüllenmiş Bor ile Üretilen MgB_2 İçin Uygun Sinterleme Sıcaklığının Belirlenmesi*, 22. Yoğun Madde Fiziği, Ankara
10. Delihacıoğlu, K., Kaya, N. (2012, 29 Kasım-01 Aralık). *Bakışsız Yokluk Ortamda Yansıma ve İletim Katsayıları İncelemesi*, Eleco 2012 Elektrik - Elektronik ve Bilgisayar Mühendisliği Sempozyumu, Bursa.
11. Koralay, H., Kaya, N., Öztürk, Ö., Turan, N., Çavdar, Ş. (2019, 4-8 Eylül). *Production of MgB_2 by Using Carbon Capsulated Boron With CVD Method*. *Türk fizik derneği 35. Uluslararası Fizik Kongresi*, Bodrum.



GAZİ GELECEKTİR..