



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

FULLEREN(C60) KATKILANDIRILMIŞ MGB2 SÜPERİLETKENİNİN  
FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ

GÖKHAN ŞANLI

Ocak - 2014



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

FULLEREN(C60) KATKILANDIRILMIŞ MGB2 SÜPERİLETKENİNİN  
FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ

GÖKHAN ŞANLI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman

Doç. Dr. Ahmet KILIÇ

Ocak 2014

**Gökhan ŞANLI** tarafından **Doç. Dr. Ahmet KILIÇ** danışmanlığında hazırlanan “Fulleren (C60) Katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> Süperiletkeninin Fiziksel Özellikleri ” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **FİZİK** Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Erdal ARAS

Gazi Üniversitesi

Üye : Doç. Dr. Ahmet KILIÇ

Ankara Üniversitesi

Üye : Yard. Doç. Dr. Selva BÜYÜKAKKAŞ

Niğde Üniversitesi

**ONAY:**

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından ....../...../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun ....../...../20.... tarih ve ..... sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

...../...../20...

**Doç. Dr. Osman SİVRİKAYA**  
**MÜDÜR**

## **TEZ BİLDİRİMİ**

Tez içindeki bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Gökhan ŞANLI

## ÖZET

# FULLEREN(C60) KATKILANDIRILMIŞ $MgB_2$ SÜPERİLETKENİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ

ŞANLI, Gökhan  
Niğde Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Fizik Ana Bilim Dalı

Danışman : Doç. Dr. Ahmet KILIÇ

Ocak 2014, 38 sayfa

Bu tez çalışmasında, genel formülü  $MgB_2$  olan numuneye 0,050g, 0,075g ve 0,125g fulleren(C60) eklenmesiyle, katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak argon atmosferinde numune üretimi yapılmıştır. Üretilen bu numunelerin yapısal ve manyetik özellikleri incelenmiştir. Numunelerin yapısal karakterizasyonu X-ışını toz kırınımı (XRD) tekniği ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ölçümleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Manyetik özellikleri ise AC alınganlık ölçümleri ile belirlenmiştir. Numunelerin X-ışını kırınımı desenlerinden tüm katkılama oranlarında ana yapının oluştuğu ve kırınım desenlerinin ana faz olan  $MgB_2$ 'ye ait olduğu gözlenmiştir. Kritik sıcaklık değerleri AC alınganlık ölçümleri ile belirlendi. Ölçümlerde, katkılama miktarının artmasıyla  $T_c$  değerinin azaldığı görülmüştür.

*Anahtar Sözcükler:*  $MgB_2$ , C60 katkısı, AC Susceptibility, XRD

## SUMMARY

# PHYSICAL PROPERTIES OF THE FULLEREN(C60) ADDED MgB<sub>2</sub> SUPERCONDUCTORS

ŞANLI, Gökhan

Nigde University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

Supervisor : Assoc. Professor Dr. Ahmet KILIÇ

January 2014, 38 pages

In this thesis, preparation of samples in the form of the main formula MgB<sub>2</sub> by adding 0,050g, 0,075g and 0,125g fullerene(C60), has been carried out by using solid state reaction method in the argon atmosphere. The structural and magnetic properties of prepared samples are investigated. Structural characterization of samples is performed by X-ray powder diffraction (XRD) technique and Scanning Electron Microscopy (SEM) measurements. Magnetic properties were determined by AC susceptibility measurements. Main structure and the diffraction patterns of the MgB<sub>2</sub> are observed by the X-ray diffraction patterns of the samples. The critical temperature (T<sub>c</sub>) of the samples is determined by the AC susceptibility measurements. This measurements showed that, T<sub>c</sub> is decreased with increasing amount of the adding C60.

*Keywords:* MgB<sub>2</sub>, C60 doping, AC Susceptibility, XRD

## ÖN SÖZ

Bu tez çalışmasında  $MgB_2$  numunesine farklı miktarlarda C60 katkılanarak argon atmosferi altında katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak numuneler üretilmiştir. Üretilen numunelerin yapısal özellikleri XRD ve SEM görüntüleri incelenerek, manyetik özellikleri ise AC alınganlıkları ölçülerek belirlenmiştir. Üretilen numunelerin tümünde beklenildiği gibi  $MgB_2$ 'ye ait ana yapının oluştuğu gözlenmiştir. Üretilen numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde  $MgB_2$ 'ye ait homojen ve karakteristik kristal yapının oluştuğu görülmüştür. Kritik sıcaklık ölçümleri AC alınganlıkları ölçülerek bulunmuş ve C60 katkısı ile beklendiği gibi kritik sıcaklıklarında azalma gözlemlenmiştir.

Yüksek lisans çalışmalarım boyunca, bilgi ve önerileri ile çalışmalarımaya yön vererek katkı sağlayan ve her konuda desteğini esirgemeyen danışmanım sayın Doç. Dr. Ahmet KILIÇ' a ve yine çalışmalarım boyunca bilgi ve deneyimini esirgemeyen ve her konuda yardımcı olan hocam sayın Prof. Dr. Refik KAYALI' ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca deneysel çalışmalarım yapılmasında emeği geçen Doktora öğrencisi Ebru KILIÇARSLAN nezdinde Ankara Üniversitesi Süperiletken Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Merkezi'ndeki tüm çalışanlara teşekkürlerimi sunarım.

Bu tezi, sadece bu çalışmam boyunca değil, tüm öğrenim hayatım boyunca maddi ve manevi koruyuculuğumu üstlenen babam Ali ŞANLI' ya, annem Sahre ŞANLI' ya, kardeşlerime ve hayat arkadaşım Sema ŞANLI' ya ithaf ediyorum.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	iv
SUMMARY .....	v
ÖN SÖZ .....	vi
İÇİNDEKİLER .....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	viii
FOTOĞRAF VB. MALZEMELER DİZİNİ .....	ix
SİMGE VE KISALTMA .....	x
BÖLÜM I GİRİŞ .....	1
BÖLÜM II SÜPERİLETKENLİĞİN TEORİSİ .....	4
2.1 Giriş .....	4
2.2 Kritik Manyetik Alan ( $H_c$ ) .....	4
2.3 İzotop Etkisi .....	4
2.4 Kritik Akım .....	5
2.5 Meissner Etkisi .....	7
2.6 London Denklemi .....	10
2.7 Bardeen-Cooper-Schrieffer (BCS) Teorisi .....	13
BÖLÜM III MAGNEZYUM BORÜR .....	14
3.1 Giriş .....	14
3.2 Magnezyum Borür( $MgB_2$ )'ün kristal yapısı .....	14
3.3 Magnezyum Borüre Değişik Materyal Katkılamaları .....	16
3.4 Numunelerin Elde Edilmesi.....	17
3.5 X-Işını Kırınımı (XRD) Ölçümleri.....	20
3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri.....	20
3.7 AC alınganlık ölçümleri.....	20
BÖLÜM IV DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	25
4.1 X-Işını Kırınımı(XRD) Ölçümleri .....	25
4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri .....	28
4.3 AC Alınganlık Ölçümleri .....	29
BÖLÜM V SONUÇ.....	34
KAYNAKLAR .....	35

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### BÖLÜM I

- Şekil 1.1 (a) Metal için Özdirencin sıcaklıkla değişimini gösteren grafik ..... 1
- Şekil 1.1 (b) Süperiletken için Özdirencin sıcaklıkla değişimini gösteren grafik ..... 1

### BÖLÜM II

- Şekil 2.1 Kritik yüzey faz diyagramı ..... 7
- Şekil 2.2 Meissner Etkisi ..... 7
- Şekil 2.3 a) I. tip süperiletkenin manyetik alandaki davranışı ..... 9
- Şekil 2.3 b) II. tip süperiletkenin manyetik alandaki davranışı ..... 9
- Şekil 2.4 Uygulanan bir manyetik alanın yarı sızdıran bir süperiletken içerisine girişi .... 12

### BÖLÜM III

- Şekil 3.1  $MgB_2$ 'nin kristal yapısı ..... 14
- Şekil 3.2 AC Alınanlık Ölçüm Sistemi Şeması (Çiçek, 2009) ..... 23

### BÖLÜM IV

- Şekil 4.1 Saf  $MgB_2$  numunenin x-ışını kırınım deseni ..... 26
- Şekil 4.2 0,050 g C60 katkılı  $MgB_2$  numunenin x-ışını kırınım deseni ..... 26
- Şekil 4.3 0,075 g C60 katkılı  $MgB_2$  numunenin x-ışını kırınım deseni ..... 27
- Şekil 4.4 0,125 g C60 katkılı  $MgB_2$  numunenin x-ışını kırınım deseni ..... 27
- Şekil 4.5 Katkısız  $MgB_2$  numunenin AC alınanlık ölçümü ..... 30
- Şekil 4.6 0,075 C60 katkılı  $MgB_2$  numunenin AC alınanlık ölçümü ..... 31
- Şekil 4.7 0,125 C60 katkılı  $MgB_2$  numunenin AC alınanlık ölçümü ..... 32
- Şekil 4.8 Katkısız ve katkılı  $MgB_2$  numunelerinin AC alınanlık ölçümleri ..... 33

## FOTOĞRAF VB. MALZEMELER DİZİNİ

Fotoğraf 3.1 Homojen Toz Hazırlamak için Ar Atmosferli Glove-Box (a) ve Ball Milling (b) .....	18
Fotoğraf 3.2 Isıl işlemde kullanılan paslanmaz çelik tüp (a) ve fırın (b).....	18
Fotoğraf 3.3 C60 katkılı MgB <sub>2</sub> tablet numune .....	19
Fotoğraf 4.1 Katkısız (a), 0,075 g (b) ve 0,125 g (c) C60 katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin SEM fotoğrafları .....	29

## SİMGE VE KISALTMA

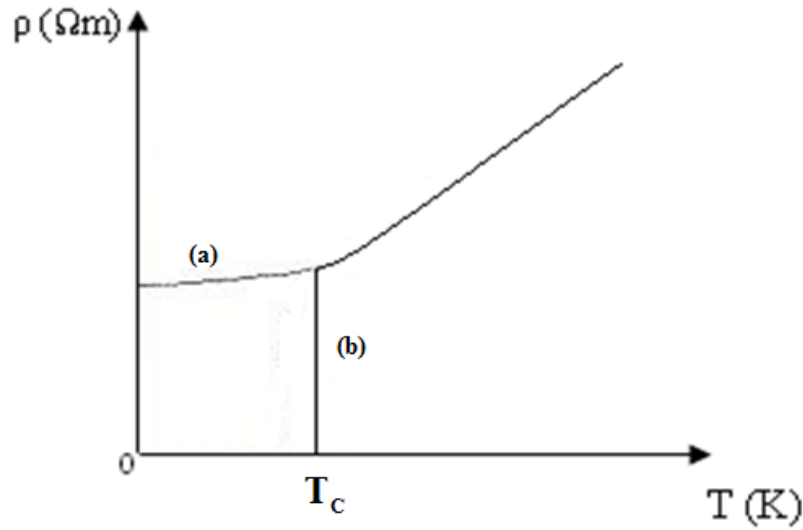
<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
$T_c$	Kritik Sıcaklık
$J_c$	Kritik Akım Yoğunluğu
$H_c$	Kritik Manyetik Alan
$H_{c1}$	Alt Kritik Manyetik Alan
$H_{c2}$	Üst Kritik Manyetik Alan
$H_{irr}$	Tersinmezlik Alanı
$a$	Örgü Parametresi
$b$	Örgü Parametresi
$c$	Örgü Parametresi
$\xi$	Eş-Uyum Uzunluğu
$\lambda$	Nüfuz Etme Derinliği
$\Delta$	Enerji Aralığı
$\sigma$	Band Yapısı
$\pi$	Band Yapısı
$\gamma$	Anizotropi Parametresi
$\Phi_0$	Akı Kuantumu
$\chi_1'$	Temel Harmonik Alınganlığın Faz-İçi Bileşeni
$\chi_1''$	Temel Harmonik Alınganlığın Faz-Dışı Bileşeni
$M$	Mıknatıslanma
$k$	Boltzman sabiti
$X$	X-ışını
$\rho$	Özdirenç

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
AC	Alternatif akım
DC	Doğru akım
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-ışını Kırınımı
FDD	Faz Duyarlı Dedektör

## BÖLÜM I

### GİRİŞ

Süperiletkenlik 1911 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerlinh Onnes tarafından keşfedildi. Onnes bu çalışmasından dolayı 1913'te Nobel ödülüne layık görüldü. K. Onnes 1908 yılında helyumu sıvılaştırdı ve 1911 de civa üzerinde yaptığı deneylerde 4,2 K de civanın DC akıma karşı direnç göstermediğini ortaya koydu. Burada 4,2 K saf civa için süperiletkenliğe geçiş sıcaklığıdır ve  $T_c$  ile gösterilir.



**Şekil 1.1.** Öz direncin sıcaklıkla değişimini gösteren grafik (a) Metal (b) Süperiletken

Zaman içerisinde başka elementlerin ve bileşiklerin de süperiletken olduğu keşfedildi. Sıfır direncin yanı sıra kusursuz diamanyetizma özelliği, keşfedilen süperiletkenler için ortak bir özelliktir. Kusursuz diamanyetizma özelliği süperiletkenliğin keşfinden yaklaşık 22 yıl sonra W. Meissner ve R. Ochsenfeld tarafından gözlemlendi. Elektromanyetizma açısından Meissner olayının ilk açıklaması 1935 yılında London kardeşler tarafından yapılmıştır. Böylece süperiletkenliğin iki temel özelliği, klasik fizik açısından makroskopik düzeyde anlaşılabilir hale gelmiştir.

1950 yılında V. Ginzburg ve L. Landau genel simetri özelliklerine dayalı süperiletkenlere teorik açıklama getirmişlerdir. Fakat Ginzburg-Landau teorisi

süperiletkenlerin makroskobik özelliklerini açıklamasına rağmen mikroskobik özelliklerini açıklamakta yetersiz kalmıştır.

1957 yılında süperiletkenliği anlamaya yönelik ilk teori John Barden, Leon Cooper ve Robert Shcrieffer tarafından geliştirilmiştir. Yine aynı yıl süperiletkenlerin Tip I ve Tip II süperiletkenler diye ikiye ayrıldığı bulunmuştur. 1962 yılında Brian D. Josephson 2 mm kalınlığında yalıtkan bir engel ile ayrılmış iki süperiletken arasında tünelleme akımının olduğunu keşfetmiştir.

Yakın bir zamana kadar bilinen en yüksek kritik sıcaklığa (23,2 K) sahip süperiletken niyobyum germanyum ( $Nb_3Ge$ ) alaşımı idi. Ama 1986 yılının başlarında İsviçre IBM Araştırma Laboratuvarlarında, J. George Bednorz ve Kral Alex Müller, süperiletkenlik alanında devrim yaratan bir keşifte bulunmuşlardır. Bu araştırmacılar Lantanyum-Baryum-Bakır oksijen bileşiğinin yaklaşık 35 K civarında süperiletken olduğunu keşfetmişlerdir. Böylece 1986 yılı yüksek sıcaklık süperiletkenliği üzerine yapılan çalışmaların başlangıcı sayılmıştır.

Alabama ve Houston üniversitesindeki araştırma grupları 1987 yılının başlarında yitrium, baryum, bakır ve oksijenden ( $YBa_2Cu_3O_7$ ) oluşan karışık bir fazda 92 K civarında bir sıcaklıkta süperiletkenlik gözlemişlerdir. 92 K'nın daha ucuz ve kolayca bulunabilen sıvı azotun kaynama sıcaklığı olan 77 K'nin üzerinde olmasından dolayı yüksek sıcaklık süperiletkenliği için bir dönüm noktası olmuştur.

1988 yılında Tl-Ca-Ba-Cu-O sentezi ile yapılan çalışmada süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı 120 K olarak bulunmuştur. Bundan 5 yıl sonra talyum yerine civa konularak yapılan çalışmada  $HgBa_2Ca_2Cu_3O_8$  süperiletkeninin kritik sıcaklığı 133 K olarak bulunmuştur (Sheng ve Hermann, 1988).

2001 yılında ilk defa metalik bir süperiletken olan magnezyum borürün ( $MgB_2$ ) 39 K gibi yüksek bir kritik sıcaklığa sahip olduğunu Prof. J. Akimitsu bulmuştur.  $MgB_2$  üzerine yapılan yoğun çalışmalar bu süperiletkenin 20 K'de santimetre kare başına üzerinden bir milyon amperin üzerinde akım geçirebildiğini ve süperiletkenliğin bozulmadığını göstermiştir. Yüksek kritik sıcaklık ve akım yoğunluğuna sahip olan

MgB<sub>2</sub>'nin aynı zamanda düşük maliyetli olması, bu süperiletkeni diğerlerinden avantajlı duruma getirmiştir (Nagamatsu vd., 2001).

## BÖLÜM II

### SÜPERİLETKENLİĞİN TEORİSİ

#### 2.1 Giriş

Bu bölümde kritik sıcaklıktan sonra süperiletkenliğe geçişi belirleyen diğer faktörleri göreceğiz. Daha sonra süperiletkenliği anlamaya yönelik geliştirilen teorileri ve yapılan çalışmaları daha yakından göreceğiz.

#### 2.2 Kritik Manyetik Alan ( $H_C$ )

Süperiletken geçişlerini belirleyen bir diğer faktörde kritik manyetik alandır. Nasıl bir süperiletken kritik sıcaklığın üzerinde normal direnç, altında sıfır direnç gösteriyorsa bir süperiletken için kritik manyetik alanda öyledir. Süperiletken durumda malzemeye bir dış manyetik alan uygulandığında, alanın belirli bir değerine kadar malzeme süperiletkenliğini korurken yeteri kadar güçlü bir manyetik alan süperiletkenliği yok edebilir ve normal direnç tekrar ortaya çıkabilir. Süperiletkenliği bozan ve sıcaklığın bir fonksiyonu olan bu alan kritik manyetik alan ( $H_C$ ) olarak adlandırılır. Kritik manyetik alanın sıcaklığa bağımlılığı;

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

Burada  $H_C(0)$  mutlak sıfırdaki kritik manyetik alandır. Kritik manyetik alan sıcaklık kadar malzemenin cinsine de bağlıdır. Süperiletken malzemelerin teknolojinin her alanında ekonomik olarak uygulanabilmesi için öncelikle kritik sıcaklık ve alanı büyük değerlere taşımak gereklidir .

#### 2.3 İzotop Etkisi

Teorik çalışmaları Fröhlich tarafından yapılan ve 1950'lerde Maxwell ve Reynolds tarafından keşfedilen izotop etkisi, doğru bir süperiletken teorisi geliştirme yolunda çok önemli bir adım olmuştur.

Civanın farklı izotopları üzerindeki bir çalışma, kritik sıcaklık ve izotop kütleleri arasında bir bağlantının varlığını ortaya koymuştur. Civanın atomik kütlesi 199.5 ten 203.4'e değiştiğinde  $T_c = 4.18 \text{ K}$ 'den  $4.14 \text{ K}$ 'e inmiştir. Buradan da herhangi bir element için  $T_c \sqrt{M} = \text{sabit}$  olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

İzotop kütlesi kristal örgünün bir karakteristiği olduğu için örgünün özelliklerini etkileyebilmektedir. Çünkü her izotop farklı elektron düzenine yani farklı bir örgü yapısına sahiptir. Elektron sisteminden kaynaklanan süperiletkenliğin de izotop kütlesine, yani örgü durumuna bağlılığının gösterilebilmiş olması bizi süperiletkenliğin elektronlarla örgü arasındaki etkileşmeden kaynaklandığı sonucuna götürür.

Fröhlich, elektron-fonon (örgü titreşimi) etkileşmesinin iki elektronu çiftlendirebileceğini ve böylece elektronların sanki aralarında doğrudan bir etkileşme varmış gibi davranabileceğini ileri sürmüştür. Fröhlich, süperiletkenliğe yol açan etkileşmede fononların rol oynadığı fikrini; izotop etkisi deneysel olarak keşfedilmeden önce öngörmüştür.

Elektron-fonon etkileşmesinin süperiletkenliğe yol açması gerçeği, süperiletkenlerin normal durumda niçin kötü birer iletken olduklarını da açıklar.

Güçlü elektron-fonon etkileşmesine sahip olanlar oda sıcaklığında kötü iletkenlerdir. Oysa, zayıf elektron-fonon etkileşmesine sahip olan soy metaller oda sıcaklığında çok iyi iletken olmalarına rağmen çok düşük sıcaklıklarda bile süperiletken hale geçemezler.

## 2.4 Kritik Akım

Kritik akım, bir süperiletkende akımın bir dirençle karşılaştığı andaki büyüklüğü olarak tanımlanır. Direnç ilk olarak yüzeyin herhangi bir kısmında toplam manyetik alan değeri kritik manyetik alan değeri  $H_c$ 'ye eriştiğinde görülür. Ancak cisimlerin geometrik şekilleri (demanyetizasyon faktörü) nedeniyle manyetik alan tüm yüzeylere aynı oranda etkimeyebilir. Örneğin, manyetik alan içindeki bir kürenin ekvator çevresi manyetik akı çizgilerinin yoğunluğu nedeniyle kritik manyetik alan  $H_c$  değerine daha çabuk ulaşarak ekvator çevresini normal hale geçirir ve diğer bölgeler süperiletken olmaya devam eder.

Ancak bu durum II. tip süperiletkenlerdeki süperiletken-normal durum geçişleri ile karıştırılmamalıdır.

Kritik akım yoğunluğunu incelemek için silindirik yapıda, r yarıçaplı yeterince ince ( $r=\lambda$ ) süperiletken bir tel düşünelim. Bu telden I akımı geçirilirse Amper Yasasına göre;

$$\oint \vec{B} \cdot d\vec{l} = \mu_0 I = \mu_0 \iint \vec{J} \cdot d\vec{s} \quad (2.2)$$

süperiletken teli çevreleyen bir  $\vec{B}$  alanı oluşur. Bu eşitlikten  $B = \mu_0 I / 2\pi r$  eşitliği elde edilir ve B değeri  $B_c$  değerine ulaştığında teldeki akımda kritik değerine ulaşır, çünkü kritik akım süperiletkende kritik manyetik alanı oluşturan akımdan büyük olamaz. Kritik akım olma durumunda tel süperiletken olma özelliğini tamamen kaybeder. Bu durumda kritik akım;

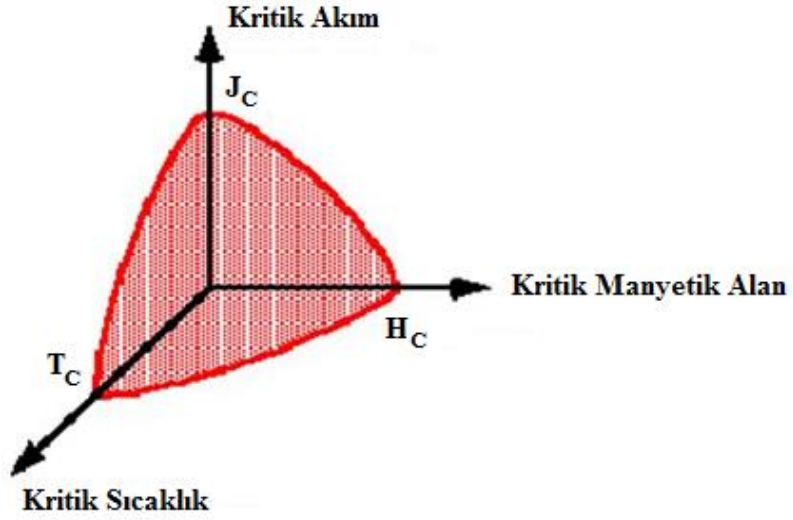
$$I_c = 2\pi r \frac{B_c}{\mu_0} \quad (2.3)$$

ve kritik akım yoğunluğu da;

$$J_c = 2 \frac{B_c}{\mu_0 r} \quad (2.4)$$

şeklinde ifade edilir.

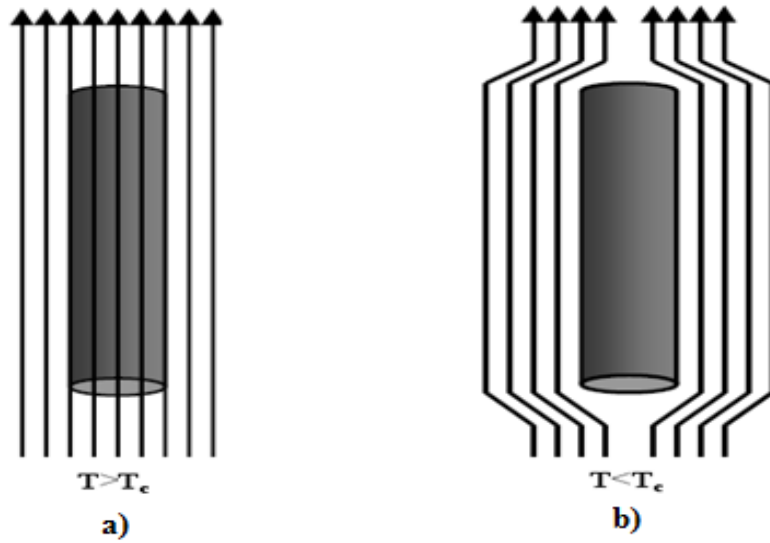
II. Tip süperiletkenlerin keşfine kadarki süreçte I. Tip süperiletkenler yüksek akımlar taşımadıkları için pratikte kullanılmamışlardır. II. Tip süperiletkenlerin keşfi ile I. Tip ve II. Tip süperiletkenlerin taşıyabildikleri akım değerleri arasında büyük fark görülmüş böylece hem II. Tip süperiletkenler üzerine çalışmalar yoğunlaşmış hem de endüstride yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır .



Şekil 2.1. Kritik yüzey faz diyagramı

## 2.5 Meissner Etkisi

Bir süperiletken magnetik alan içerisinde soğutularak geçiş sıcaklığına getirilirse, magnetik indüksiyon çizgileri dışarı itilir. Bu özellik Şekil 2.2 (a)' da görüldüğü gibi, Meissner etkisi olarak adlandırılır ve sıfır dirençten sonra süperiletkenlerin bilinen en belirgin özelliği olarak tanımlanır. Meissner etkisi bir süperiletkenin, içinde  $B=0$  olacak şekilde davrandığını gösterir.



Şekil 2.2. Meissner Etkisi

Bu sonucun çok kullanışlı bir ifadesini,  $B_a$  'ya paralel yönde ince ve uzun bir şerit biçimindeki numuneyi göz önüne alarak buluruz.

$$B = B_a + 4\pi M = 0 \quad (2.5)$$

CGS sisteminde Denklem 2.5'teki  $B_a$  uygulanan manyetik alandır. Denklem 2.5'i kullanarak aşağıdaki ifade elde edilir,

$$\frac{M}{B_a} = -\frac{1}{4\pi} \quad (2.6)$$

Bu oran diamagnetik alınganlığı verir. Süperiletken için alınganlık  $\chi_s$  ile gösterilecek olursa;

$$\chi_s = -\frac{1}{4\pi} \quad (2.7)$$

şeklindedir.

Süperiletkenin gözlenen bu özelliği, direncin ortadan kalkması yüzünden oluşmuş değildir. Ohm yasasına göre;

$$\vec{E} = \rho \vec{J} \quad (2.8)$$

burada  $\vec{J}$  akım yoğunluğudur.  $\vec{J}$  sabit tutulurken öz direnç sıfıra giderse  $\vec{E}$  sıfır olmalıdır. Faraday yasasından elde edilen Maxwell denkleminde;

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (2.9)$$

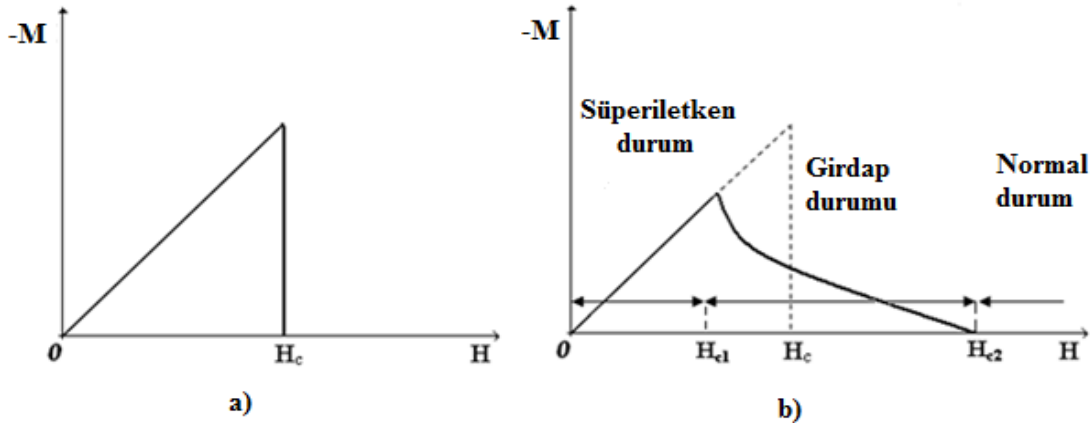
buradan  $\vec{E} = 0$  ise;

$$\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = 0 \quad (2.10)$$

bulunur. Bu şekilde, ideal bir iletkende manyetik akının değişmediği gösterilmiş olur. Yani, soğutma sırasında geçiş sıcaklığında, metaldeki manyetik akı sabit kalmaktadır. İşte Meissner etkisi bu sonucun karşıtını ortaya koymakta ve tam bir diamagnetikliğin süperiletkenlik halinin temel özelliği olduğu söylemektedir.

Elektronların ortalama serbest yollarının sonsuz olduğu ideal bir iletken ile süperiletken arasında bir fark daha olması beklenir. Konuyu ayrıntılı olarak incelediğimizde görülecektir ki ideal iletken magnetik alan içerisine konulduğunda kalıcı bir girdap akımları perdelemesi oluşturamaz: magnetik alan bir saatlik süre içinde 1 cm kadar derinliğe nüfuz eder.

Meissner-Ochsenfeld deney koşulları altında bir süper iletken için beklenen mıknatıslanma eğrisini Şekil 2.3 (a)'da göstermiştir. Bu eğri, magnetik alan yönünde uzatılmış silindir şeklinde bir numune için yaklaşık olarak doğru olur. Bu yapıya uyan bir çok saf madde bulunur; önceleri yumuşak süperiletken denilen bu tür maddeler günümüzde I. tür süper iletken olarak adlandırılır. I. tür süperiletkenlerin  $H_c$  değerleri çok düşük olduğundan süperiletken mıknatıs yapımında kullanışlı değildir.



**Şekil 2.3.** Manyetik alandaki davranışlarına göre (a) I. tip süperiletken (b) II. tip süperiletken

Diğer maddeler Şekil 2.3 (b)'de gösterilen mıknatıslanma eğrisine uyarlar ve II. Tip süperiletken adını alırlar. Bunlar genellikle normal durumda yüksek elektrik özdirencine sahip, yani elektronik ortalama serbest yolları küçük olan alaşım veya geçiş metallere aittir.

II. Tip süperiletkenlerde bu özellik  $H_{c2}$  gibi bir kritik alan değerine kadar sürer. Daha düşük bir kritik  $H_{c1}$  alanı ile üst  $H_{c2}$  alanı arasındaki değerlerde akı yoğunluğu  $B \neq 0$  olup Meissner etkisi tam oluşmamış olur.  $H_{c2}$  nin değeri, geçiş olayının termodinamik incelemesinden bulunan  $H_c$  değerinin 100 katı veya daha fazlası olabilir.  $H_{c1}$  ile  $H_{c2}$  arasında süperiletken içerisinde öbekler halinde manyetik akı oluşur ve buna girdap durumu (vortex) denir. Nb, Al ve Ge'den oluşan bir alaşımda sıvı helyum sıcaklığında 410 kG (41 tesla) değerinde,  $PbMo_6S_8$ 'de ise 540 kG değerinde kritik  $H_{c2}$  gözlenmiştir.

Ticari amaçla yapılan süperiletken sarımlı solenoidler ile 100 kG şiddetinde yüksek ve kararlı magnetik alanlar elde edilebilmektedir. Bu maddeler magnetik rezonans tomografisi gibi önemli tıp uygulamaları için çok önemlidir .

## 2.6 London Denklemi

Meissner etkisi süperiletken durumda  $\chi = -1/4\pi$  (CGS) veya  $\chi = -1$  (SI) kadar bir manyetik duygunluk anlamına gelir. Bu genel sonuç her durumu açıklar gibi görünse de, ince filmlerde magnetik akı bulunuşunu açıklayamaz. London kardeşler, Maxwell denklemlerini başlangıç olarak kullanıp Ohm yasasını zamana bağlı olarak kabul ederek London denklemini öne sürdüler.

Normal durumda bir metalin elektriksel iletkenliği

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (2.11)$$

şeklinde Ohm kanunu ile tanımlanır. Faraday yasası ve Amper kanunundan elde edilen Maxwell denklemlerini yazarsak;

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (2.12)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_r \mu_0 \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (2.13)$$

Özdirencin olmadığına  $\vec{E}$  elektrik alanının varlığında serbest bir elektron için hareket denklemini;

$$m \frac{d\vec{V}}{dt} = -e\vec{E} \quad (2.14)$$

olarak verilir. Klasik olarak akım yoğunluğu yazılırsa,

$$\vec{J}_s = -n_s e \vec{V}_s \quad (2.15)$$

Denklem 2.15'te  $e$ ; elektronun yükü,  $n_s$ ; birim hacimdeki elektron sayısı ve  $\vec{V}_s$  ise elektronun sürüklenme hızıdır. Denklem 2.15'den  $\vec{V}_s$  çekilip Denklem 2.14'te yerine yazılırsa,

$$\vec{E} = \frac{m}{n_s e^2} \frac{\partial \vec{J}_s}{\partial t} \quad (2.16)$$

olarak elde edilir ve bu I. London denklemi olarak bilinir. Yukarıdaki denklemin her iki tarafının da rotasyoneli alınır;

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = \frac{m}{n_s e^2} \frac{\partial}{\partial t} \vec{\nabla} \times \vec{J}_s \quad (2.17)$$

Denklem 2.17 elde edilir ve buradan da,

$$\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = \frac{m}{\mu_0 n_s e^2} \frac{\partial}{\partial t} (\nabla^2 \vec{B}) \quad (2.18)$$

Denklem 2.18 elde edilir. Bu denklemin sağındaki ifadenin ilk çarpan terimine London nüfuz derinliği denir ve Denklem 2.19'daki gibi verilir;

$$\lambda_L = \left( \frac{m}{\mu_0 n_s e^2} \right)^{1/2} \quad (2.19)$$

London denkleminin Meissner etkisi ile uyum içerisinde olduğu gösterilebilir. Yukarıdaki denklemde  $\lambda_L$ 'nin tanımı kullanılarak zamana göre integrali alınır;

$$\lambda_L^2 \nabla^2 (\vec{B} - \vec{B}_0) = (\vec{B} - \vec{B}_0) \quad (2.20)$$

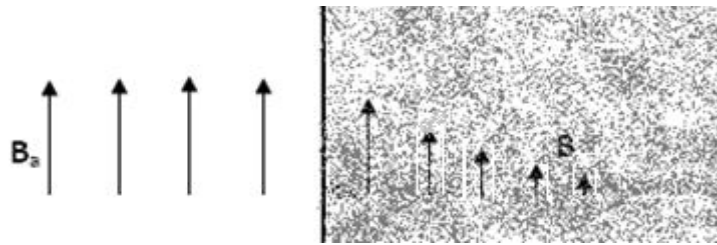
bulunur. Burada  $\vec{B}_0 = \vec{B}(t=0)$  'daki magnetik alan, Meissner etkisi ile yakın bir benzerlik kurabilmek için sıfır seçilirse,

$$\lambda_L^2 \nabla^2 \vec{B} = \vec{B} \quad (2.21)$$

Denklem 2.21'in çözümü,

$$\vec{B}(x) = \vec{B}(0) \exp\left(-\frac{x}{\lambda_L}\right) \quad (2.22)$$

şeklinde.  $\vec{B}(0)$ ,  $x=0$  sınırındaki manyetik alandır.  $x=0$ ' dan  $+x$  bölgesini kapsayan bir süperiletkene  $-x$ ' den  $+x$ ' e yönelmiş bir manyetik alan uygulanırsa Denklem 2.22 manyetik alanın süperiletkene girebileceği bir bölge tanımlar. London sızma derinliği normal durum için sonsuz olacağından  $x \leq 0$  bölgesi için  $\vec{B}(x) = \vec{B}(0)$  olmalıdır.  $x > 0$  için ise  $\vec{B}(x)$  üstel olarak azalacaktır. Şekil 2.4' te, dış manyetik alanın madde içine girişi görülmektedir. Bu durumda, nüfuz derinliği  $\lambda$ , manyetik alanın  $e^{-1}$  değerine düştüğü uzaklık olarak tanımlanır. Saf süperiletkenlerde tipik olarak  $\lambda \sim 500 \text{ \AA}$  kadardır.



**Şekil 2.4.** Uygulanan bir manyetik alanın yarı sonsuz bir süperiletken içerisine girişi

İnce bir filme uygulanan manyetik alan, eğer film kalınlığı  $\lambda_L$  den küçükse, düzgün bir şekilde film içerisine nüfuz eder bu nedenle ince filmde Meissner etkisi tam oluşmaz. İnce filmde uyarılan alan  $B_a$  dan çok daha küçüktür ve süperiletkenin enerji yoğunluğuna  $B_a$ 'nın çok az etkisi olur. Buna göre, manyetik alana paralel ince filmlerde  $H_c$  kritik alanı çok yüksek olur.

## 2.7 Bardeen-Cooper-Schrieffer (BCS) Teorisi

BCS teorisi bir süperiletkenin en önemli iki temel özelliği olan mükemmel iletkenlik ve kusursuz diamagnetizmayı açıklamaktadır. BCS teorisi fononlar yardımıyla iki elektron arasında ortaya çıkan etkileşmenin bu elektronlar arasında çekici kuvvet oluşturacağı esasına dayanır. Elektron-fonon-elektron etkileşmesi sonucu oluşan çekici kuvvet Cooper Çifti olarak bilinen elektron çiftinin oluşumuna yol açar.

Cooper çifti oluşumunu açıklayabilmek için elektronların fermi sıvısı içerisinde bulunduğu düşünülebilir. Örgü sıcaklığı mutlak sıfır sıcaklığına doğru düşürüldüğünde, örgü titreşimi azalır. Eğer bir elektron ara yer konumuna girerse, düşük sıcaklıkta iyon korlarının ısısal hareketliliğinden kaynaklanan örgü deformasyonundan daha büyük olabilen belirgin bir deformasyona neden olur. Elektron etkileşme bölgesinden uzaklaştığında dahi örgü bozulması kendisini koruyacak ve bölgesel oluşan artı yük yoğunluğu diğer bir elektronu kendisine doğru çeker. Böylece iki elektron arasında bilinen Coulomb itme kuvvetinin yerini daha baskın olan çekici elektron-elektron etkileşme kuvveti alır.

Momentumları  $\vec{k}$  ve  $-\vec{k}$  olan birbirine zıt yönde bir çift elektronun oluşturduğu Cooper çifti  $2e$  yüküne ve  $2m^*$  kütesine sahip bir parçacık gibidir. Toplam spini ve momentumu sıfır olduğundan bir bozon gibi davranırlar. Bu özelliklerinden dolayı da Pauli dışarlama ilkesine uymazlar ve fermi enerjisinde bir yasak enerji aralığı oluştururlar. Süperiletken, Cooper çiftleri çiftlenmemiş iki elektronun enerjisinden daha düşük enerjiye sahiptir ve enerji aralığı  $E = 3.5k_B T_c$  ile verilir. Yalnızca  $T_c$ 'nin altında oluşan bu enerji aralığı, süperiletken elektronları aralığın üstünde yer alan normal elektronlardan ayırır. Böylece süperiletken elektronların iletkenliği, aralığın üzerindeki normal elektronların iletkenliğini kısa devre yapar.

## BÖLÜM III

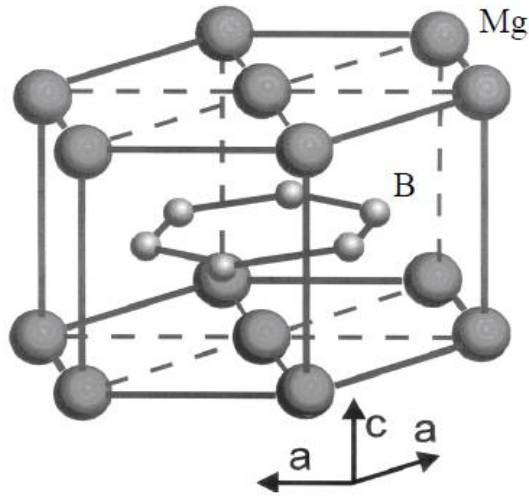
### MAGNEZYUM BORÜR

#### 3.1 Giriş

$MgB_2$  1950'lerden bu yana bilinen bir bor bileşiğidir. 1950'lerden bu yana bilinen bir bileşik olmasına rağmen süperiletken özelliği 2001 yılının başlarında Japonya da J. Akimitsu ve gurubu tarafından bulunmuştur (Nagamatsu vd., 2001).  $MgB_2$ 'nin geçiş sıcaklığı 39 K dir. Bir intermetalik bileşikte 39 K gibi bir yüksek sıcaklıkta süperiletkenliğe geçişin görülmesi  $MgB_2$ 'yi önemli bir süperiletken haline getirmiştir. Bu bölümde magnezyum borür ve magnezyum borürün kristal yapısı ve magnezyum borüre yapılan bazı katkıları göreceğiz.

#### 3.2 Magnezyum Borür ( $MgB_2$ )'ün kristal yapısı

$MgB_2$  de, kristal yapıdaki hekzagonal sıkı paketlenmiş magnezyum atomları arasında grafit tipi bor atomları yerleşmiştir. Her magnezyum atomu, bor atomlarının oluşturduğu altıgenlerin merkezinde yer almaktadır. Hekzagonal düzlem içi örgü parametresi;  $a=0.3086$  nm ve düzlemler arası örgü parametresi  $c=0.3524$  nm olup, bu değerler magnezyum ve bor atomlarının başlangıç düzenine göre değişmektedir.



Şekil 3.1.  $MgB_2$ 'nin kristal yapısı

MgB<sub>2</sub>'nin yüksek kritik sıcaklığa sahip olmasının sebebi, belli elektronlarla belli örgü titreşimleri arasındaki etkileşimin güçlü olmasıdır. Burada meydana gelen güçlü etkileşim MgB<sub>2</sub>'nin kristal yapısı ile elektronların bağlanma durumlarından kaynaklanmaktadır. İletkenlikten sorumlu olan elektronların bor katmanında buldukları kabul edilmektedir. Hekzagonal düzlem içinde çok güçlü bir bağlanma varken, düzlemler arası çok zayıf bir bağlanma söz konusudur. Düzlemsel bağların iletim elektronları düzlem içi örgü titreşimlerinden çok güçlü bir şekilde etkilenmektedirler. Etkileşme mekanizmasının BCS teorisinde olduğu gibi fonon değiş tokuşuna dayandığı bilinmektedir. Bu güçlü etkileşme veya çiftleşme mekanizması yüksek sıcaklıklara kadar süperiletkenliğin korunmasını sağlamaktadır.

Son yıllarda yapılan çalışmalar süperiletken magnezyum borürün 20 K'de santimetre kare başına bir milyon amperin üzerinde akım geçmeye uygun olduğunu ve süperiletken özelliğinden hiç bir şey kaybetmediğini göstermiştir.

Yüksek geçiş sıcaklığı, düşük yoğunluğu ve hem magnezyumun hem de borun tabiiatta bolca bulunmaları teknoloji için MgB<sub>2</sub>'yi önemli bir malzeme haline getirmiştir. Ama süperiletken tel üretiminde MgB<sub>2</sub>'nin başlangıç malzemesi olarak toz formunda olması uygun bir kılıf malzemesi olmadan tel yapımına elverişli olmadığını göstermektedir. Ayrıca kullanılacak kılıf malzemesinin süperiletkenliğe zarar vermemekle birlikte termal, elektrik ve mekanik özelliklerinin iyi olması ve MgB<sub>2</sub> ile reaksiyona girmemesi çok önemlidir (Eğilmez vd., 2004).

Başlangıç malzemesi olarak toz formda elde edilen MgB<sub>2</sub>'yi tel hale getirmek için kullanılan en ekonomik ve en pratik yöntem tüp içinde toz (TİT) yöntemidir. Bu yöntemde süperiletken toz sünek bir metal tüp içerisine doldurulur ve daha sonra mekanik yöntemlerle daha uygun çaplara indirilir. Kılıf malzemesi olarak Ag, Fe, Cu, Ni, Nb, Ta kullanılmıştır. Bunlar içerisinde en ekonomik olanı Fe'dir. Fe aynı zamanda MgB<sub>2</sub> etkileşmeyen ve dış manyetik alan etkilerine karşı manyetik perdeleme oluşturması sebebiyle süperiletken tellerin üretiminde tercih sebebidir (Horvat vd., 2002; Wang vd., 2001). Bakır da ucuz ve kolay deforme edilebilen bir malzeme olmasından dolayı kılıf malzemesi olarak kullanılmaktadır (Glowacki vd., 2001). Ama yüksek sıcaklıkta yapılan tavlama işlemlerinde MgB<sub>2</sub> ile etkileştiği için kritik akım

yoğunluğunu belli oranda düşürmektedir. Nb ve Ta'da bor ve magnezyum ile reaksiyona girmemesi sebebiyle kılıf olarak tercih edilmektedir (Feng vd., 2003).

### 3.3 Magnezyum Borüre Değişik Materyal Katkılamaları

Elektrik akımı bir süperiletkenden geçtiği zaman küçük elektron girdapları oluşturur. Bu elektron girdapları malzemedeki enerjinin soğurulmasına ve malzemenin süperiletkenlik özelliğinin kaybolmasına sebep olur. Süperiletkenliği sağlamak için bu elektron girdaplarının egale etmek gerekir. Bu girdapların merkezine yabancı bir atom yerleştirildiğinde girdaplar artık hareket edemeyecek, delinecek veya nanometre mertebesinde küçültülerek süperiletkenliği bozmayacaktır. Bunun içinde bu girdapların hareketini engelleyici ama elektrik akımını geçiren yabancı katkılar eklemek gerekir.

Ti veya Al,  $MgB_2$  ile kullanılarak partiküller arası boşlukların doldurulmasını ve partiküllerin birbirine bağlanmasını sağlamaktadır (Fu vd., 2003). Ti hekzagonal kristal yapıya sahip olmasından dolayı  $MgB_2$ 'ye benzemektedir ve daha küçük hacme sahiptir. Aynı zamanda Ti yüksek ergime sıcaklığına sahiptir. Bu özelliklerinden dolayı Ti,  $MgB_2$ 'ye katkılandırılmış ve kritik akım yoğunluğunu önemli derecede artırmıştır (Gencer vd., 2005).

Katkı malzemesi olarak kullanılan Mg ise yumuşak ve ergime sıcaklığı düşük olduğu için rahatlıkla  $MgB_2$  içerisine akarak partiküller arasında bağlantı oluşturmaktadır (Eğilmez vd., 2004). Aynı zamanda katılan fazla Mg yüksek sıcaklıklarda tavlama sırasında bakır kılıflı tellerin iç duvarlarında oluşan  $MgCu_2$  katmanının oluşumu sırasında süperiletken çekirdeklerdeki Mg'un difüzyonu ile ortaya çıkan  $MgB_2$ 'un kimyasal oranını korunmasını sağlayarak süperiletkenliğin bozulmasını engellemektedir. Parçacıklar arasındaki bağlantıyı artırma ve daha homojen  $MgB_2$  ve Mg / Ti karışımı elde edilmesi açısından ısıl tavlama metodu da oldukça sıkça kullanılan bir metottür (Yamamoto vd., 2003). Yapılan çalışmalarda Mg (Okur vd., 2005) ve Ti (Kılıç vd., 2004) katkılarının akım yoğunluğunu ve geçiş sıcaklığını oldukça artırdığını ortaya koymaktadır.

Zr katkılarında kritik akım yoğunluğunu artırmaktadır.  $(Mg_{1-x}Zr_xB_2)$ 'nin farklı oranda hazırlanan örneklerinden en iyi kritik akım yoğunluğu değeri  $Mg_{0.9}Zr_{0.1}B_2$ 'ye aittir. 5 K ve 0.56 T'da  $2.1 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup> ile 20 K ve 0 T'da  $1.83 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup>'dir (Feng vd., 2001).

Canfield ve gurubu %5 oranında karbon katkısı ile kritik sıcaklığın 4 K'a kadar düştüğü fakat 36 T'lık manyetik alana kadar süperiletkenliğin bozulmadığını göstermiştir (Riberio vd., 2003). Bu sonuç yüksek manyetik alan oluşturmak için kullanılan süperiletken bobinler için oldukça önemlidir. NbSn tipi alaşımlar 30 T'dan sonra süperiletkenlik özelliğini kaybetmektedir. TiH<sub>2</sub> katkılı MgB<sub>2</sub> tellerle 230 kA/cm<sup>2</sup>'lik kritik akım yoğunluğuna ulaşılmıştır (Shimura vd., 2004).

MgB<sub>2</sub> süperiletken teyplerde elektromanyetik özelliklerin artırılması için yapılan %10 SiC katkılama 5 K'de 37 T H<sub>c2</sub> ve 20 K'de  $5 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> ile katkısız MgB<sub>2</sub>'ye göre 30 kat kadar yüksek akım yoğunluğuna ulaşılmıştır (Sumption vd., 2005).

Bende yapacağım çalışmada Magnezyum ve Bor'u farklı stokiometrik oranda karıştırıp, farklı oranlarda C<sub>60</sub> katkılanacaktır. Üretilen malzemelerin X-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri kullanılarak yapısal karakterizasyonunu yapılacaktır. Daha sonra numunelerin AC alınganlık ölçümleri yapılacaktır.

### **3.4 Numunelerin Elde Edilmesi**

Yığın malzeme üretimi için başlangıç maddeleri olarak, kompozisyonu oluşturan malzemeler Mg, B ve Fulleren C<sub>60</sub> kullanıldı. C<sub>60</sub> katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletken malzemesi geleneksel katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak üretildi. Hazırlanan malzemelerin fiziksel özelliklerinin tayini için deneysel işlemler yapılmıştır. Deneysel çalışmalar yapısal analizleri ve manyetik karakterizasyonu kapsamaktadır. Yapısal analiz XRD ve SEM çalışmalarından, manyetik karakterizasyon ise AC alınganlık ölçümlerinden oluşmaktadır.

Numunelerin hazırlanmasında %99 saflıkta Mg, %95-97 saflıkta B ve %99,9 saflıkta Aldrich firmasından temin edilen C<sub>60</sub> tozları kullanılmıştır. Başlangıç maddesi olan MgB<sub>2</sub>'yi hazırlamak için Mg ve B tozlarının miktarları 1:2 mol oranlarına göre

reaksiyon denklemi ile hesaplanmıştır. 5 g kompozisyonu oluşturacak tozlar hassas terazide tartıldıktan sonra homojen bir karışım elde edebilmek için ball milling cihazında 150 rpm hızda 5 saat öğütülmüştür. Ball milling cihazındaki çelik topların ağırlığı 1:10 olacak şekilde yani bizim numunelerimiz için 50 gram ağırlığında toplar kullanıldı. Numunelerin oksijene maruz kalmaması için öğütme işlemi Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir(Fotoğraf 3.1).



**Fotoğraf 3.1** Homojen Toz Hazırlamak için Ar Atmosferli Glove-Box (a) ve Ball Milling (b)



**Fotoğraf 3.2** Isıl işlemde kullanılan paslanmaz çelik tüp (a) ve fırın (b)

Toz karışım, Specac marka presleme aleti ile dairesel kalıpta 5 ton/cm<sup>2</sup> basınç altında preslenmiştir(Fotoğraf 3.3). Preslenen tozlar pelet haline getirilmiş ve peletler yerli imkanlarla üretilen paslanmaz çelik tüp içine konulmuştur. Çelik tüp Ar atmosferinde vakuma alındıktan sonra, direkt olarak 900 °C sıcaklığındaki fırına yerleştirilmiştir (Fotoğraf 3.2). Bir saat olan ısıl işlem süresince çelik tüp içerisine 10 bar Ar gazı sürekli

olarak verilmiştir. Daha sonra paslanmaz çelik tüp fırından dışarı çıkarılmış, hava ortamında soğuması beklenmiştir.

Tavlama ya da Sinterleme işlemi üretilen malzemenin erime sıcaklığının hemen altındaki sabit bir sıcaklıkta uzun süreli ısıl işlemdir. Süperiletken fazı elde etmek, bileşimi oluşturan atomlar arasındaki bağları kuvvetlendirmek için bu işlem gereklidir. Feng ve arkadaşları yaptıkları çalışmada,  $MgB_2$  oluşumu için en ideal sinterleme sıcaklığının  $750-850\text{ }^{\circ}\text{C}$  aralığında olduğunu ve bu sıcaklık değerlerinin üstünde ise Magnezyumun buharlaşmasından dolayı  $MgB_2$  fazının oluşumunda problemlerin ortaya çıktığını görmüşlerdir (Feng, 2004). Üretilen pelet halindeki  $MgB_2$  süperiletken malzemesi, ısıl işlemde olduğu gibi, Ar atmosferi altındaki paslanmaz çelik tüpe yerleştirilmiştir. Numunenin içinde bulunduğu tüp önceden  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{dak}$  hızla ısıtılmış fırına konulmuş ve bir saat sinterlenmiştir. Elde edilen numunelerin yapı analizini tayin etmek üzere öncelikle XRD kırınım desenleri elde edilmiş ve yapılan bu analizler sonucunda  $MgB_2$  fazının ana faz olduğu, elde edilen pik değerlerinin literatürle uyum sağladığı gözlemlenmiştir.

Bu işlemler 5 gram Magnezyum ve Bor karışımına sırası ile 0,050 gram, 0,075 gram, ve 0,125 gram C60 katkılanarak sureti ile her bir numune için tek tek yapılmıştır.



**Fotoğraf 3.3** C60 katkılı  $MgB_2$  tablet numune

### **3.5 X-Işını Kırınımı (XRD) Ölçümleri**

Yapısal analizde önemli bir teknik olan x-ışını kırınımı kristal yapıların incelenmesinde ve kristal fazların belirlenmesinde kullanılmaktadır. Bununla birlikte x-ışını kırınımı analizi malzemelerin amorf yapıda olup olmadığını da belirlemede kullanılan bir yöntemdir.

Üretilen numunelerin yapısal karakterizasyonu Rigaku D/Max- IIC difraktometresinde  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ , voltaj= 40kV, akım= 30mA) ışınımı kullanılarak elde edilmiştir. Tüm ölçümler, oda sıcaklığında,  $20^\circ \leq 2\theta \leq 60^\circ$  aralığında,  $3^\circ/\text{dak}$  tarama hızında yapılmıştır. Buna göre numuneler tablet halinde difraktometreye yerleştirilmiştir. Bu analizler ile malzemelerin faz yapıları kontrol edilmiştir.

### **3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri**

Taramalı elektron mikroskobunda (SEM), yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir ([www.elektrotekno.com](http://www.elektrotekno.com)).

Üretilen örneklerin SEM analizleri Carl Zeiss Evo 50 EP marka elektron mikroskobu kullanılarak elde edilmiştir. Yapılan bu analizler sonucunda, numunelerimizin faz oluşumları, yüzey formasyonları, mikroyapısal özellikleri incelenmiştir.

### **3.7 AC Alınganlık Ölçümleri**

AC Alınganlık Ölçümleri hali hazırda Ankara üniversitesi Katıhal Araştırma Fiziği Laboratuvarında bulunan 1994 yılında alınmış Lake-Shore 7130 AC Susceptometer yardımıyla alınmıştır. Bu cihazla ilgili bilgiler 1994 yılından beri yapılan çalışmalarda

sunulmuş olup magnetik karakterizasyonun karşılıklı indüktans metoduyla yapılarak gerçekleştirildiğine ilişkin bilgiler bu tez çalışmasında da verilecektir. Tez çalışması kapsamında elde edilen numunelerin her biri karşılaştırma yapılacağından aynı ebatlarda alınarak cihazın numune tutucusuna yerleştirilmesi gerekmektedir. Farklı frekanslarda ölçümler yapılabilmektedir ve bu çalışmada 125 Hz frekans seçilmiştir. Bütün numunelerde AC alınganlık sıcaklığın fonksiyonu olarak farklı alan genliklerinde alındı.

Süperiletkenlerin magnetik özellikleri teknolojik kullanımlarında önemli bir yer teşkil etmektedir. AC alınganlık ölçümlerinin alınmasında faz duyarlı detektörün (FDD) önemli bir yeri vardır.

Ölçülmesi planlanan örnekler dış bir alternatif alan uygulanarak numunede oluşan tepki ölçülerek alınganlık değerleri bulunur. Böyle bir dış alana örneğin tepkisi  $H(t) = H_{ac} \sin(\omega t)$  olacak şekilde numunede bir akım indüklenmesi olarak ortaya çıkar.

Dış alandan dolayı örneğimizde oluşturulan Alternatif Akım Miknatıslanması:

$$M(t) = H_{ac} \sum_{n=1}^{\infty} \left[ \chi_n' \sin(n\omega t) - \chi_n'' \cos(n\omega t) \right] \quad (3.1)$$

Şeklindedir. Bununla birlikte karşılıklı indüktans metoduna ilişkin bobinlerde indüklenen gerilim ve bu gerilimden faydalanılarak elde edilen alınganlık sinyalleri:

$$V(t) = \sum_{n=1}^{\infty} \left[ V_n' \cos(n\omega t) - V_n'' \sin(n\omega t) \right] \quad (3.2)$$

$$\frac{dM(t)}{dt} = \frac{1}{V} \frac{dm(t)}{dt} = H_{ac} n\omega \sum_{n=1}^{\infty} [\chi_n' \cos(n\omega t) + \chi_n'' \sin(n\omega t)] \quad (3.3)$$

$$\chi_n' = \frac{\alpha V_n'}{nV H_{ac} f} \text{ ve } \chi_n'' = \frac{\alpha V_n''}{nV H_{ac} f} \quad (3.4)$$

$$\chi_n = \chi_n' + i\chi_n'' \quad (3.5)$$

Şeklinde elde edilir. FDD dedektörü bir kilitlemeli yükselteç yardımıyla okunan sinyalin iki bileşenini ölçmek için kullanışlıdır. Birincil bobindeki referans sinyalinin fazına bağlı olarak FDD'de referans sinyali ile 0 derece fazda  $\chi_1'$ , referans sinyali ile 90 derece fazda  $\chi_1''$  ile ilişkili bir sinyal alınır. Kullanılan low-pass filtresi ile FDD'nin çıkışında sırası ile  $\chi_1'$  ve  $\chi_1''$  ölçülür.

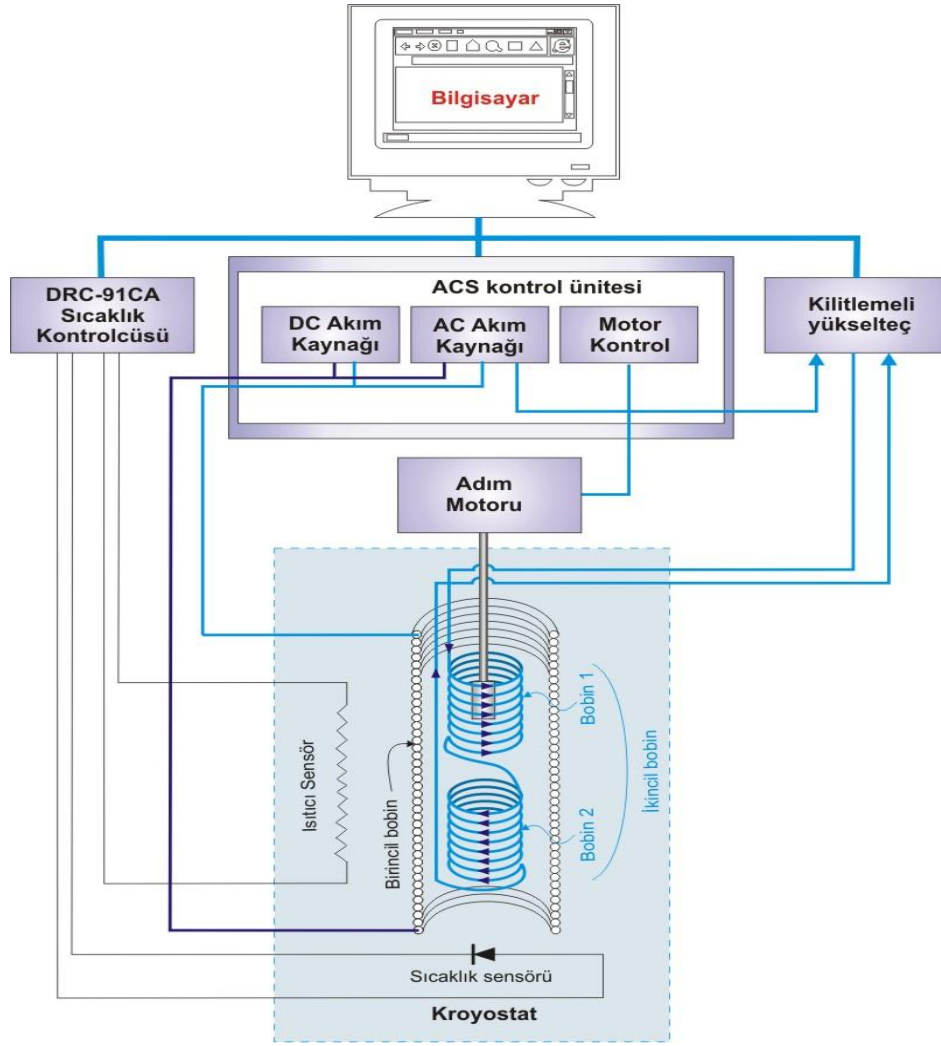
FDD'ye giriş sinyali  $dM/dt$  ile orantılıdır. Buna göre FDD'den çıkan sinyal için:

$$\frac{1}{T} \int_{\varphi}^{\pi+\varphi} \frac{dM}{dt} dt = \frac{1}{T} [M(\pi + \varphi) - M(\varphi)] = -2fM(\varphi) \quad (3.6)$$

şeklinde bir denklem yazılabilir.

Oda sıcaklığının altındaki sıcaklıklardaki ölçümlerimiz için anılan bu sistem kapalı devre sıvı helyum kullanan bir soğutma sistemi ile 15–325 K arasında sıcaklık kontrolü sağlamaktadır. AC alınganlık ölçüm sistemi şeması Şekil 3.2'de verilmiştir.

Düşük sıcaklıklarda bulunan bobinlerden gelen sinyaller Lock-in Amplifier yardımıyla FDD tarafından sayısal olarak okunur ve değerler bilgisayara aktarılır. Sistemin kontrolü bu bilgisayarla yapılmaktadır. Sistemdeki sıcaklık kontrollü bir şekilde değiştirilmektedir. Ölçüm alınan malzemenin istenilen sıcaklıkta sabit tutulabilmesi için ısı kaybı önlenmelidir ve buda yüksek düzeyde vakum yapabilen bir sistemle sağlanmaktadır.



Şekil 3.2 AC Alınganlık Ölçüm Sistemi Şeması (Çiçek, 2009)

AC manyetik alınganlık sistem, karşılıklı indüktans tekniğine dayanır. Kullanılan bobin sistemi eş eksenli iç içe geçmiş bobinlerden oluşur. Dıştaki bobine birincil bobin ve birincil bobinin içinde birbirine seri olarak bağlanmış iki tane özdeş ve ters sarımlı bobinden oluşan ikincil bobin var. Sadece malzemeden kaynaklanan indüklenmiş gerilimin okunabilmesi için bu bobinler birbirlerine özdeş ve ters sarımlıdır (Şekil 3.6). Ölçüm sırasında, mıknatıslanmasını ölçülmek istenen numune bu iki bobinden birinin içine yerleştirilmekte olup, bu bobin numune bobini olarak adlandırılmaktadır; içi boş olan diğer bobin ise referans bobini olarak adlandırılır.

Bir  $H_{ac}$  alanı uygulamak için kullanılan birincil bobin içerisindeki bu ikincil bobinler indüklenen akıyı algılamaya yarar. Adım motoru sayesinde numune bu ters sarımlı

bobinler arasında hareket ettirilerek her iki bobin için indüklenen gerilim değerleri alınır. Sistemden kaynaklanan istenmeyen gerilimi yok edebilmek için bu okunan iki değer in ortalaması alınır.

## BÖLÜM IV

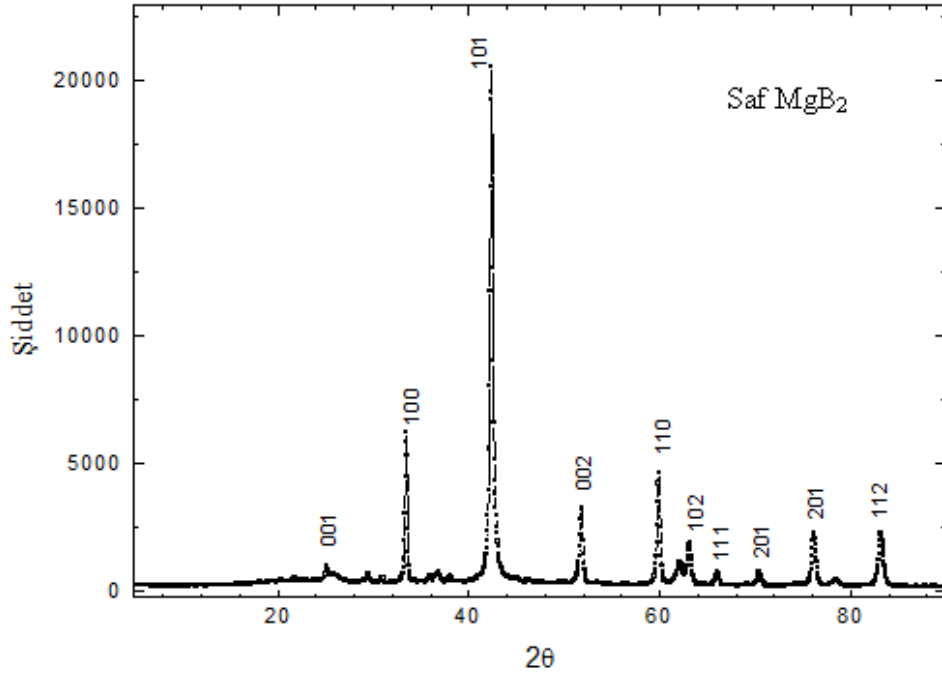
### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 4.1 X-Işını Kırınımı(XRD) Ölçümleri

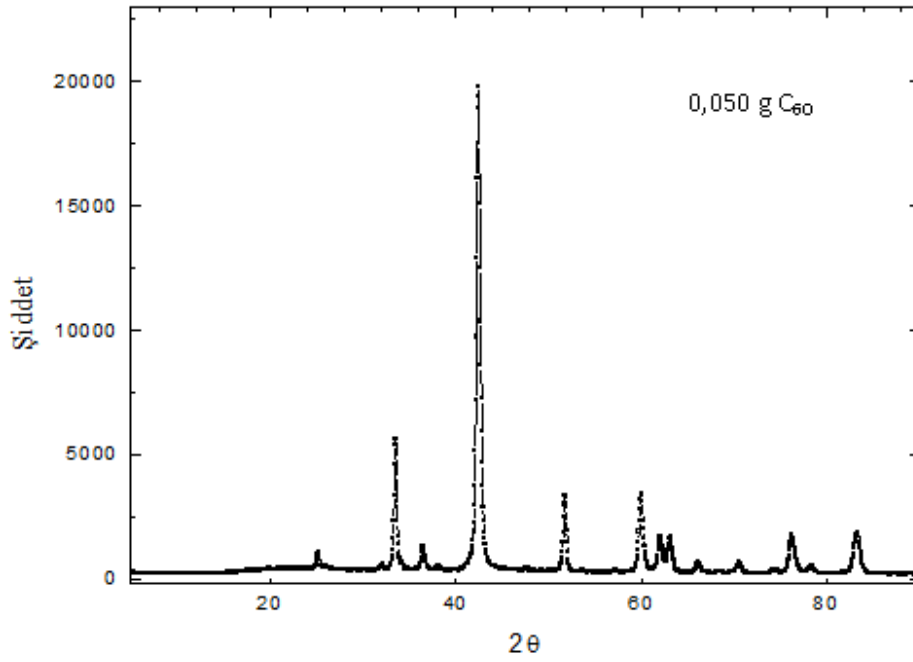
Üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri şekil 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4’de verilmiştir. Bu araştırmada XRD cihazı olarak Rigaku D/Max- IIC difraktometresi kullanılmıştır. Şekilde görüldüğü gibi katkısız ve C60 katkılı olan numunelerin difraksiyon piklerinin kırınım deseni ana faz olan  $MgB_2$ ’ye ait olduğu görülmektedir.

Bunun yanında artık fazların  $2\theta$ ’nın  $35$  ile  $42^\circ$  arasında oluştuğu ve bu piklerin şiddetlerinin katkı oranına ve kristal yönelimlerine bağlı olarak değişiklik gösterdiği anlaşılmaktadır.

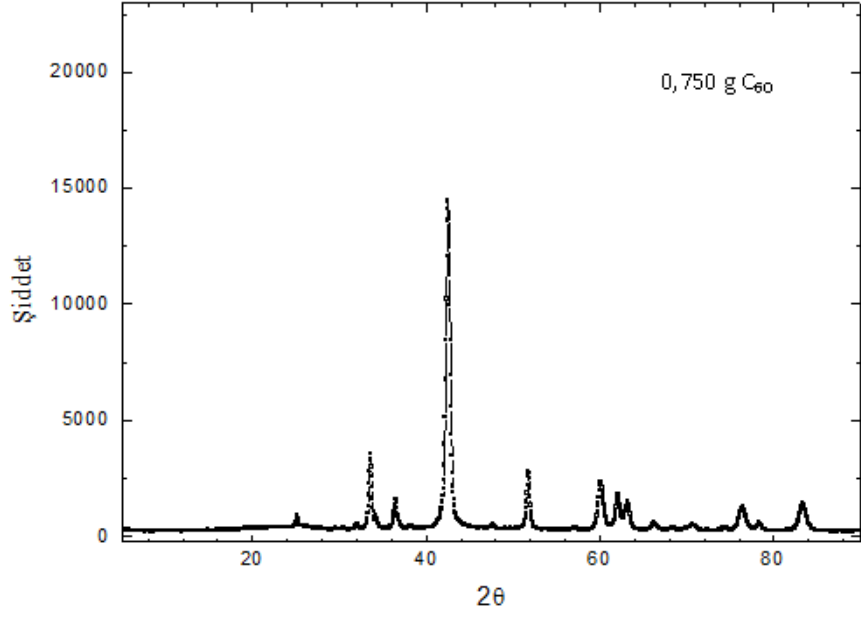
$MgB_2$ ’nin karakteristik piki  $42.4^\circ$ ’de olan piktir ve bu pikin pik genişliği ile pik boyu üretilen tozların parçacık boyutuna da bağlıdır. Bilindiği gibi mikron mertebesinde parçacık boyutuna sahip olan tozların pik şiddetleri yüksek ve pik genişliği çok ince olmaktadır. Eğer parçacık boyutu nanometre mertebelerine ( $\mu$  altı) indirgenebilmiş ise pik boyları keskin bir biçimde kısılmaktadır ve pik genişliği de aynı oranda büyümektedir. Bu duruma, “genişleyici etki (broadening effect)” adı verilmektedir. Buna ek olarak, ana yapıya katılacak olan katkı elementinin veya kompozisyonunun kristal örgü içerisine girebilmesi için katı çözünürlüğün yüksek olması gerekmektedir. C60 katkısının yapı içerisine dağılımı homojen bir şekilde sağlanırsa ve boyutları yeteri kadar küçültülebilirse akı çivileme merkezleri olarak görev yapacağı düşünülmektedir.



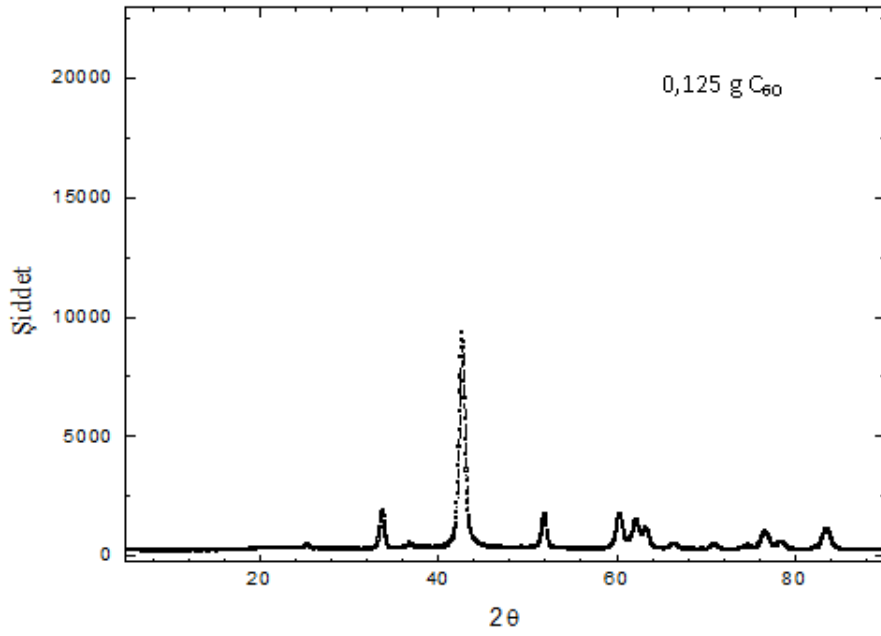
Şekil 4.1 Saf MgB<sub>2</sub> numunenin x-ışını kırınım deseni



Şekil 4.2 0,050 g C<sub>60</sub> katkılı MgB<sub>2</sub> numunenin x-ışını kırınım deseni



Şekil 4.3 0,075 g C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunenin x-ışını kırınım deseni



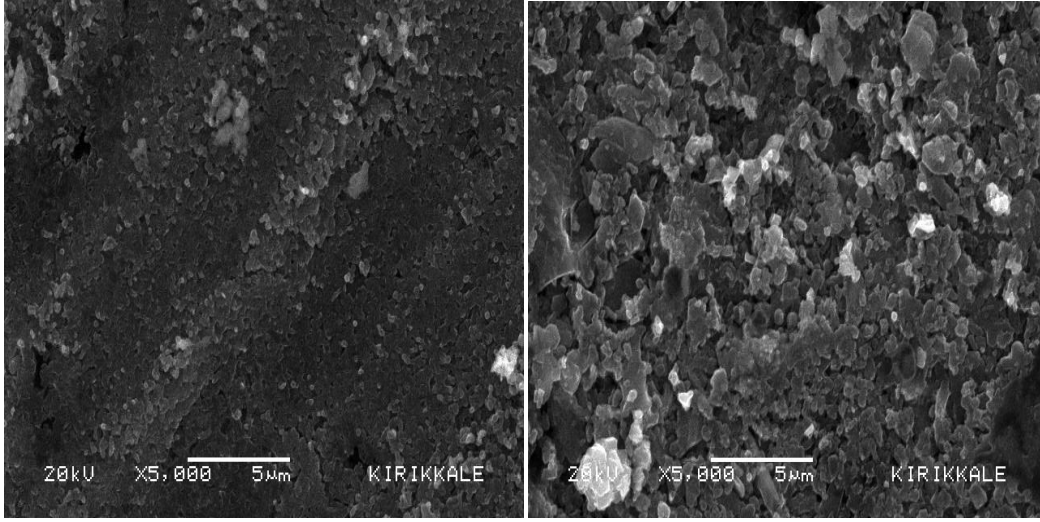
Şekil 4.4 0,125 g C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunenin x-ışını kırınım deseni

Katıhal tepkime yöntemi kullanılarak hazırlanan numunelerden katkısız numune ile C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin x-ışını kırınım desenleri şekil 4.1, 4.2, 4.3 ve 4.4'de görülmektedir. Buna göre katkısız ve katkılı numunelerde  $2\theta = 25.2^\circ, 33.5^\circ, 42.4^\circ, 51.8^\circ, 59.9^\circ$  ve  $63.2^\circ$  açılarında MgB<sub>2</sub> ana fazının pikleri oluşmuştur.

#### **4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri**

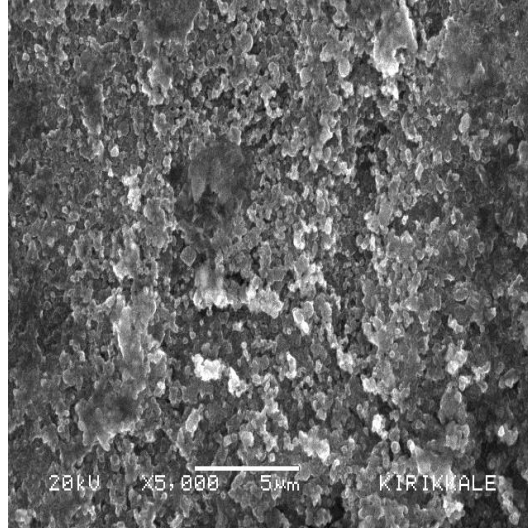
MgB<sub>2</sub> gibi seramik tipi süperiletken malzemelerde yapılan katkılama ana faz içerisinde belirli bir doyum noktasına kadar ana faz tarafından kabul edilir ve bu orandan sonraki fazlar dominant olarak ortaya çıkarlar. Bu durum ise, iyonik difüzyonda difüz eden iyonların enerjileriyle yakından ilgilidir. Katkı miktarı arttıkça doyum noktasına daha çabuk gelinir.

Üretilen katkısız MgB<sub>2</sub> numunesi ile C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin 5000 büyütme yapılarak çekilen SEM fotoğrafları incelendiğinde malzemelerin büyük çoğunluğunda küresel simetrik bir yapının mevcut olduğu görülmüştür. Bununla birlikte tüm numunelerde katkı miktarı arttıkça tanelerin küçüldüğü ve topaklanmanın var olduğu saptanmıştır.



a

b



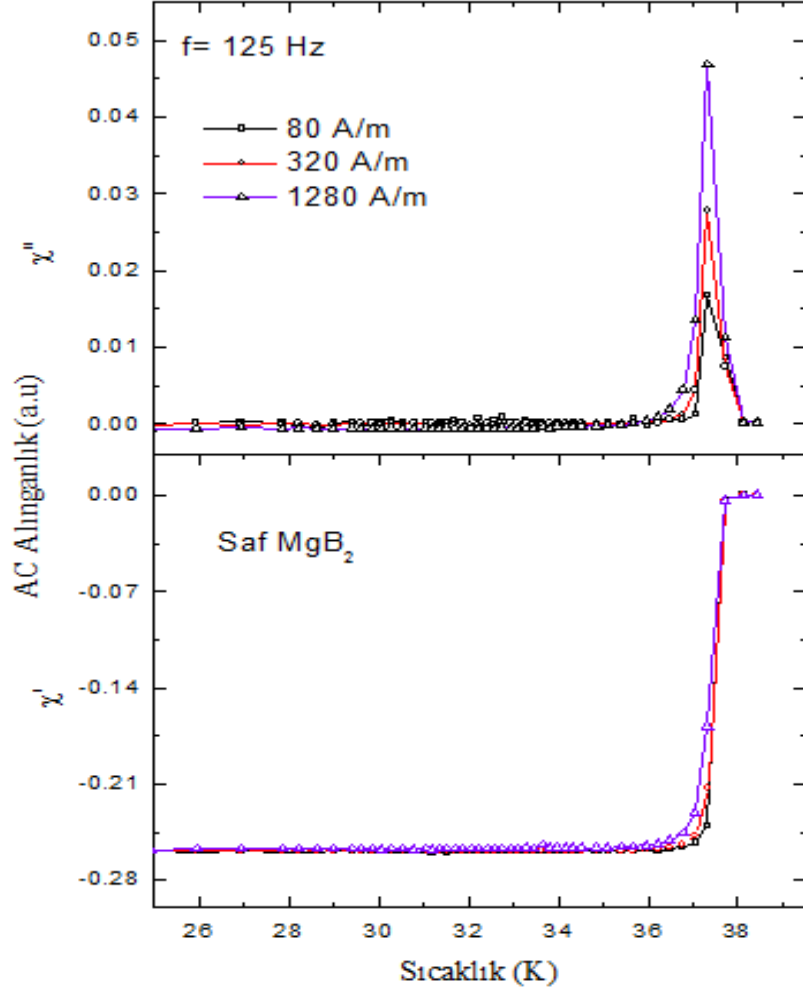
c

**Fotoğraf 4.1** Katkısız (a), 0,075 g (b) ve 0,125 g (c) C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin SEM fotoğrafları

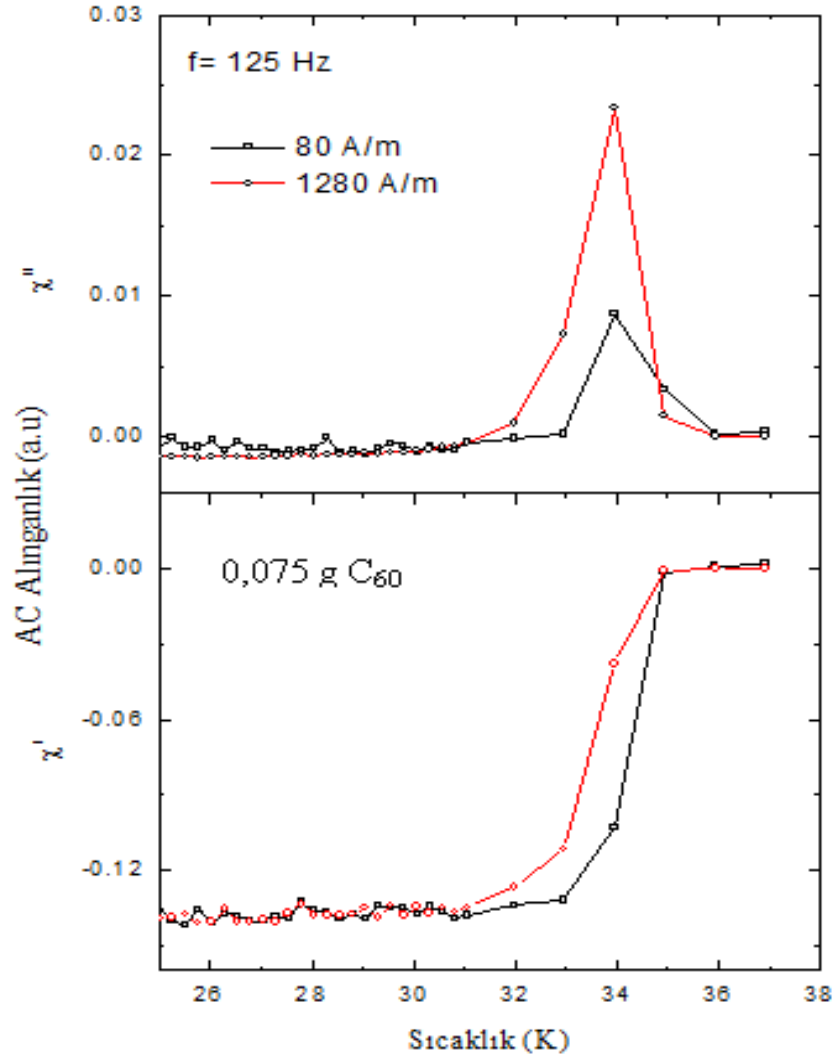
### 4.3 AC Alınanlık ölçümleri

Üretilen numunelerin sabit frekansta ve sabit AC alan genliklerinde sıcaklığın fonksiyonu olarak AC temel harmonik alınanlıkları ölçülmüştür. Numunelerin 125 Hz sabit frekansta 80, 320 ve 1280A/m alanlarında sıcaklığın fonksiyonu olarak temel harmonik alınanlıkları ölçülmüştür. Numunelerin hepsinde taneler arası bölgenin süperiletkenliğe geçişleri açık bir şekilde görülmüştür. Tüm numunelerde katkının artmasıyla, kritik sıcaklıkların azaldığı taneler arası bölgenin süperiletkenliğe geçişi ve

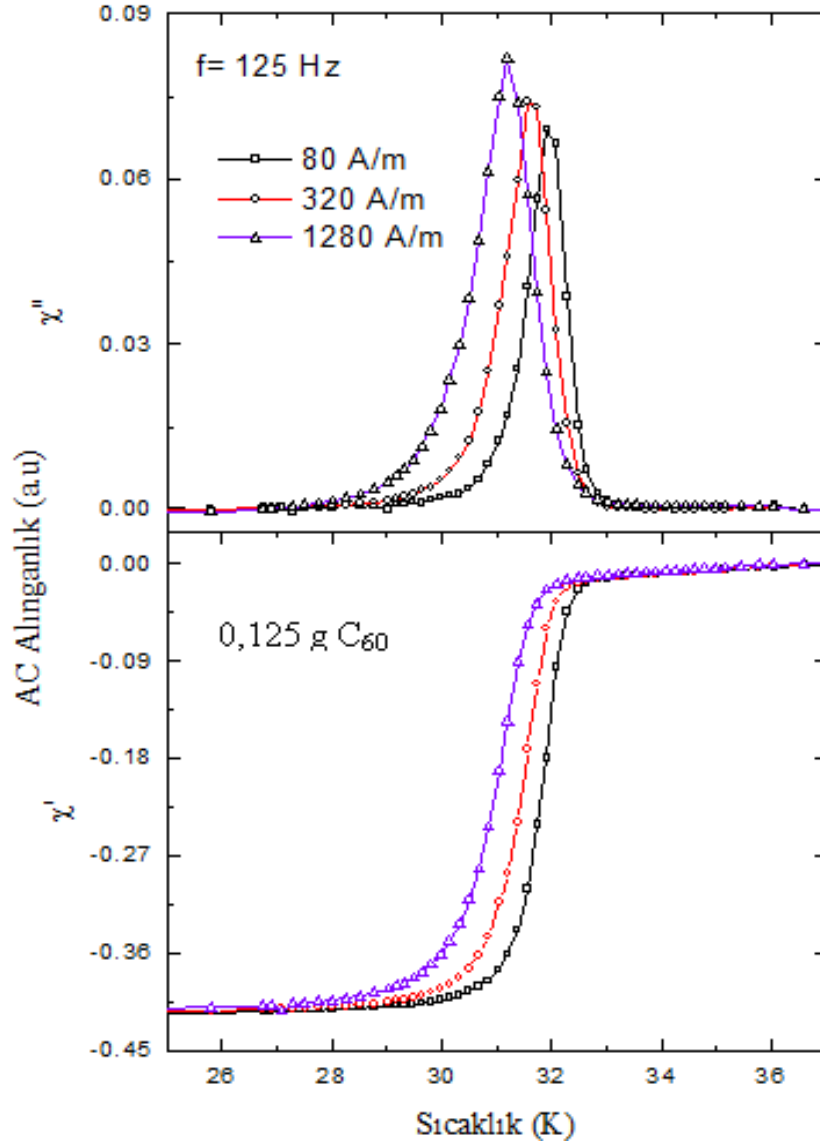
temel harmonik alınganlığın sanal kısmındaki piklerin (bulk davranışı gösteren bölgenin) daha düşük sıcaklıklara doğru kaydığı gözlenmiştir.



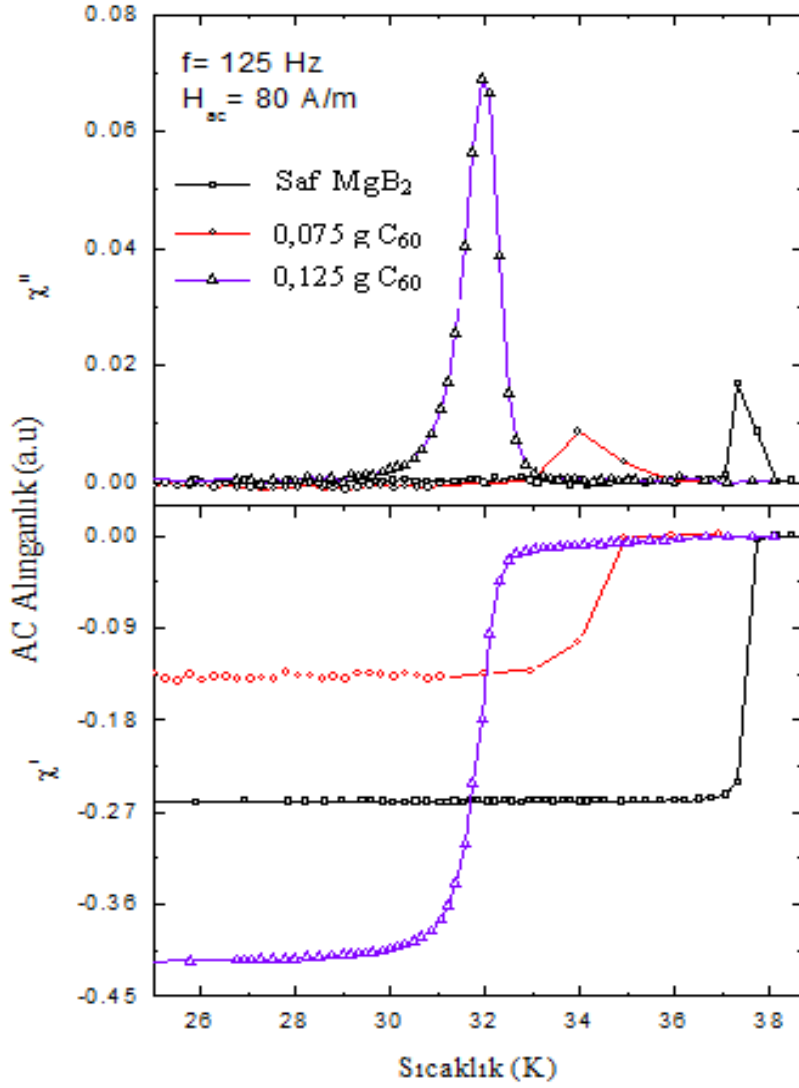
Şekil 4.5 Katkısız MgB<sub>2</sub> numunenin AC alınganlık ölçümü



Şekil 4.6 0,075 C<sub>60</sub> katkılı MgB<sub>2</sub> numunenin AC alınganlık ölçümü



Şekil 4.7 0,125 C60 katkılı MgB<sub>2</sub> numunenin AC alınganlık ölçümü



**Şekil 4.8** Katkısız ve katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin AC alınganlık ölçümleri

Sinterlenmiş süperiletkenlerin AC alınganlıklarının gerçel kısımlarında iki değişik geçiş tipi gözlemlenmektedir. Bu geçişlerin ilki tanelerin süperiletkenliğe geçişi, diğeri ise taneler arası bölgenin süperiletkenliğe geçişi olarak tanımlanmaktadır (Aksu, 1998; Loegel vd, 1990). Saf numune için süperiletkenliğe geçiş keskin olurken katkılı numuneler için katkı miktarı arttıkça geçiş yayvanlaşmıştır. Bu beklenen bir sonuçtur ve kritik sıcaklığı azaltmasına rağmen kritik akım yoğunluğunu artırmaktadır.

## BÖLÜM IV

### SONUÇ

MgB<sub>2</sub> 39 K kritik sıcaklığına sahiptir ve bu ikili alaşımlar arasında en yüksek kritik sıcaklık değeridir. MgB<sub>2</sub>'nin diğer oksit tabanlı yüksek sıcaklık süperiletkenlere göre daha güçlü tanecikler arası bağlantıya ve yüksek manyetik alanlarda yüksek kritik akım yoğunluğuna (J<sub>c</sub>) sahip olması, bu malzeme üzerinde yapılan çalışmaları artırmıştır. Bu yüzden MgB<sub>2</sub> üzerine birçok katkılandırmalar yapılarak fiziksel özellikleri araştırılmıştır. Bu katkılandırmalar MgB<sub>2</sub>'nin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını (T<sub>c</sub>), akı perçinlenmesini ve dolayısıyla kritik akım yoğunluğunu (J<sub>c</sub>) değiştirmiştir. MgB<sub>2</sub> Süperiletkeninin kritik parametrelerini olumlu yönde etkileyen malzemelerin katkılandırılması çalışmaları günümüzde yoğun olarak devam etmektedir. Bu tez çalışmasında da, MgB<sub>2</sub> üzerine katkılama yöntemi ile Fulleren (C<sub>60</sub>) ekleyip kritik parametrelerin bir değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu çalışmanın genişletilerek yapılması düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

Aksu, E., Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerde Fiziksel Özellikler, Doktora Tezi, **A.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 2003.

Buckel, W.ve KLEİNER, R., Superconductivity, 2<sup>nd</sup> ed., **Wiley**, Tübingen, 2004.

Bumin, D., SiC Katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin Manyetik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, **A.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 2010.

Çiçek, Ö., Alternatif Akım Kayıpları ve Büyük Ölçekli Süperiletkenlik Uygulamaları, Doktora Semineri, **A.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 2009.

Durlu, T.N., ,Katıhal Fiziğine Giriş, **Bilim Yayınları**, Ankara, 1996.

Eğilmez, M., Gunel, A., Okur, S., Tanoglu, M. And Ozyuzer, L., Electrical and Microstructural Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites, **Key Engineering Materials**, 264-268, 1197-1200, 2004.

Feng, Y., Yan, G., Zhao, Y., Liu, C.F., Fu, B.Q., Zhou, L., Superconducting properties of MgB<sub>2</sub> wires and tapes with different metal sheaths, **Physica C**, 386, 598-602, 2003.

Feng, Y., Zhao, Y., Sun, Y.P., Liu, F.C., Fu, L., Zhou, L. Cheng, H., Koshizuka, N., Murakami, M., Improvement of critical current density in MgB<sub>2</sub> superconductors by Zr doping at ambient pressure, **Applied Physics Letters**, 79, 3983-5, 2001.

Fu, B. Q., Feng, Y., Zhao, Y., Pradhan, A. K., Cheng, C. H., Microstructures and superconducting properties in Ti-doped MgB<sub>2</sub>/Ta/Cu tape, **Physica C**, 392, 1035-9, 2003.

Gencer, A., Kılıç, A., Okur, S., Güçlü, N., Low-Field Behavior of Ti-Added MgB<sub>2</sub>/Cu Superconducting Wires, **IEEE Transaction**, 1051, 8223-7, 2005.

Glowacki, B.A., Majoros, M., Vickers, M., Evetts, J.E., Shi, Y., Mcdougall, I., Superconductivity of powder-in-tube MgB<sub>2</sub> wires, *Superconductor Science and Technology*, 14, 193-7, 2001.

Horvat, J., Wang, X.L., Soltanian, S., Dou, S.X., Improvement of critical current in MgB<sub>2</sub>/Fe superconducting wires by a ferromagnetic sheath, *Appl. Phys. Lett.*, 80, 829-33, 2002.

<http://www.elektrotekno.com/>, 14 Ocak 2014.

Jiles, D., Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, *Chapman and Hall*, London, 1991.

Kılıç, A., Okur, S., Güçlü, N., Kölemen, U., Uzun, O., Ozyuzer, L., Gencer, A., Structural and low-field magnetic characterization of superconducting MgB<sub>2</sub> wires, *Physica C*, 415, 51-56, 2004.

Kılıç, A., İleri Teknoloji Ürünü Magnetik Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, *A.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 2005.

Kittel, C., Introduction to solid state physics, *Wiley*, Michigan, 1996.

Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranka, T., Zenitani, Y., Akimitsu, J., Superconductivity at 39 K in magnesium diboride, *Nature*, 410, 63-7, 2001.

Okur, S., Kalkanci, M., Yavas M., Egilmez, M., Ozyuzer, L., Microstructure and electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB<sub>2</sub> superconducting wires, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7, 411-415, 2005.

Onnes, H. K., The superconductivity of mercury, *Leiden Comm.* , 14, 113, 1911.

Ribeiro, R.A., Budko, S.L., Pedrovic, C., Canfield, P.C., Carbon doping of superconducting magnesium diboride, *Physica C*, 384, 227-236, 2003.

Rose-Inners, A.C. and Rhoderick, E.H., Introduction to Superconductivity, 2<sup>nd</sup> ed., *Pergamon press*, Oxford, 1978.

Sheng, Z. Z., Hermann, A., M., Bulk superconductivity at 120 K in the Tl–Ca/Ba–Cu–O system, *Nature*, 332, 138 – 143, 1988.

Shimura, S., Machi, T., Mukarami, M., Koshizuka, N., Mochizuki, K., Ishikawa, I., Shibata, N., Copper sheath MgB<sub>2</sub> wires fabricated by an in situ PIT method, *Physica C*, 412-414, 1179-1183, 2004.

Sumption, M.D., Bhatia, M., Rindfleisch, M., Tomsic, M., Soltanian, S., Dou, S.X., Collings, E.W., Large upper critical field and irreversibility field in MgB<sub>2</sub> wires with SiC additions, *Applied Physics Letters*, 86, 9257-9, 2005.

Wang, X.L., Soltanian, S., Horvat, J., H.Li, A., Qin, M.J., Liu, H.K., Dou, S.X., Very fast formation of superconducting MgB<sub>2</sub>/Fe wires with high J<sub>c</sub>, *Physica C*, 361, 149-155, 2001.

Yamamoto, K., Osamura, K., Balamuragan, S., Nakamura, T., Mechanical and Superconducting properties of PIT-processed MgB<sub>2</sub> wire after heat treatment, *Superconductor Science and Technology*, 16, 1052-8, 2003.

## **ÖZ GEÇMİŞ**

Gökhan ŞANLI 26.06.1986 tarihinde Niğde’de doğdu. İlk, orta ve lise öğretimini Niğde’de tamamladı. 2005 yılında girdiği Niğde Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü’nden Haziran 2009’de mezun oldu. 2009 yılında Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Ocak 2014’te yüksek lisans öğrenimini tamamladı.