

**BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ KOORDİNASYON BİRİMİ**  
**KOORDİNATÖRLÜĞÜNE**

**Proje No: 08B4240004**

**Proje Yöneticisi: Prof.Dr. Ali GENCER**

**Proje Konusu: Çok Damarlı MgB<sub>2</sub> Süperiletken Üretimi, Nano-boyutta Katkılama  
Yöntemi ile Özelliklerinin İyileştirilmesi ve Fiziksel Karakterizasyonu**

Yukarıda bilgileri yazılı olan projemin kesin raporunun e-kütüphanede yayınlanmasını;

İstiyorum

İstemiyorum

11/10/2012

Prof.Dr.Ali GENCER

Proje Yürütücüsü

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ**  
**BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ**  
**KESİN RAPORU**

Çok Damarlı MgB<sub>2</sub> Süperiletken Üretimi, Nano-boyutta Katkılama Yöntemi ile Özelliklerinin  
İyileştirilmesi ve Fiziksel Karakterizasyonu

Prof.Dr. Ali GENCER

**Yardımcı Araştırmacıların İsmi**

Doç.Dr. Ahmet KILIÇ

Uzm.Dr. Serap SAFRAN

Ercan ERTEKİN

Özlem ÇİÇEK

Hasan AĞIL

Meral Güngör BABAOĞLU

**08B4240004**

**14.07.2008**

**14.07.2012**

Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri

Ankara - " 2012 "

## İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET .....</b>	<b>7</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>8</b>
<b>GİRİŞ.....</b>	<b>9</b>
<b>1. GENEL BİLGİLER .....</b>	<b>11</b>
<b>2. GEREÇ VE YÖNTEM .....</b>	<b>20</b>
2.1. Toz Örneklerin Elde Edilmesi.....	20
2.2. Toz karışımının hazırlanması .....	20
2.3. Isıl işlem .....	23
2.3.1. SiC katkılı toz karışımları .....	23
2.3.2. C ve nano-C katkılı toz karışımları .....	24
2.4. Tel Örneklerin Elde Edilmesi.....	25
2.4.1. PIT yöntemiyle tel çekme .....	25
2.4.1.1. PIT tel üretimi için cihaz tasarlanması ve yapım çalışmaları.....	25
2.4.1.2. Demir (Fe) kılıflı MgB <sub>2</sub> süperiletken tellerin hazırlanması.....	25
2.4.2. Tel örneklerin ısıl işlemi .....	26
<b>3. BULGULAR VE TARTIŞMA/SONUÇ.....</b>	<b>29</b>
3.1. Toz Numuneler.....	29
3.1.1. X Işını Kırınımı (XRD) ve Ölçümleri .....	29
3.1.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri.....	40
3.1.3. M-T Ölçümleri .....	49
3.1.4. M-H Ölçümleri .....	52
3.1.5. Kritik Akım Yoğunluğunun Belirlenmesi.....	59
3.1.6. R-T Ölçümleri .....	66
3.1.6.1. Saf MgB <sub>2</sub> /Fe tel.....	66
3.1.6.2. Aromatik hidrokarbon (benzen ve toluen) MgB <sub>2</sub> /Fe tel ve şerit.....	67
<b>SONUÇ VE ÖNERİLER .....</b>	<b>70</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>72</b>
<b>YAYINLAR VE TEZLER.....</b>	<b>79</b>

## Şekil ve Tablo Listeleri

Şekil 1-1: Akı perçinlemesinin şematik gösterimi. ....	12
Şekil 1-2: Farklı oranlarda SiC ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB <sub>2</sub> şeritleri için kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı grafiği [Ping vd. 2007]. ....	14
Şekil 1-3: Farklı oranlarda C ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB <sub>2</sub> için manyetizasyonun sıcaklığa bağlı grafiği. ....	15
Şekil 1-4: XRD (Cu K $\alpha$ ışınması) C katkılı MgB <sub>2</sub> (110) düzlemine ait tepenin kaydığını göstermektedir. Buda, bor'un karbon ile yer değiştiğini işaret etmektedir. C katkı miktarı %7.4 tür [www.materialspec.com]. ....	16
Şekil 1-5: Aromatik hidrokarbon ve SiC katkılı MgB <sub>2</sub> /Fe şerit için MgB <sub>2</sub> çekirdeğinin (a) a ekseninin (b) c ekseninin uzunluğunun eklenen katkı miktarı ile değişimi. ....	17
Şekil 2-1: Isıl işlemde kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın ....	23
Şekil 2-2: PIT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın tasarım şekilleri ....	25
Şekil 2-3: PIT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın şu andaki hali. ....	25
Şekil 2-4: CTFE cihazının iç kısmına ait ikinci çekim. ....	27
Şekil 2-5: Haddeleme sisteminin kapalı hali. ....	27
Şekil 2-6: CTFE cihazının dıştan görünümü. ....	28
Şekil 3-1: Katkısız MgB <sub>2</sub> ve SiC katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin x-ışını kırınım deseni ....	30
Şekil 3-2: İlk seri numuneleri için ilk ısıl işlem sonunda elde edilen X-ışını kırınım deseni..	31
Şekil 3-3: İlk seri numuneleri için ikinci ısıl işlem sonucunda elde edilen X-ışını kırınım deseni. ....	32
Şekil 3-4: İkinci seride üretilen numunelerin X-ışını kırınım deseni. ....	32
Şekil 3-5: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg (magnezyum) kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri. ....	33
Şekil 3-6: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> (magnezyum hidrür) kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri ....	34
Şekil 3-7: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri. ....	35
Şekil 3-8: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri. ....	35
Şekil 3-9: MgB <sub>2</sub> ve %2-6-8-10 mol C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri. ....	36
Şekil 3-10: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri. ....	36
Şekil 3-11: 650 °C ve 900 °C'de hazırlanan katkısız ve silicone oil katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerine ait XRD desenleri. ....	38
Şekil 3-12: MgB <sub>(2-5x)</sub> (B <sub>4</sub> C) <sub>x</sub> (x = 0, 0.04, 0.1, 0.2 ve 0.4) kompozisyonuna sahip örnekler için elde edilen toz kırınım sonuçları ....	39
Şekil 3-13: (a) Saf MgB <sub>2</sub> , (b) %1, (c)%2, (d)%4, (e)%6 ve (f) %10 mol SiC katkılı numunelere ait SEM fotoğrafları. ....	40
Şekil 3-14: İlk seri ve İkinci seri (a)saf, (b)% 4, (c)%8 ve(d)%10 C katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerin SEM fotoğrafları ....	42
Şekil 3-15: 15.00 KX büyütmedeki (a) BM2, (b) BM4, (c) BM6, (d) BM8 ve (e) BM10 numunelerinin SEM görüntüleri. ....	43
Şekil 3-16: 15.00 KX büyütmedeki (a) BH2, (b) BH4, (c) BH6, (d) BH8 ve (e) BH10 numunelerinin SEM görüntüleri. ....	44
Şekil 3-17: (a) 5SH numunesinin 15.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü; (b) 7SM numunesinin 15.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü ....	44

Şekil 3-18: (a) EM2 numunesinin 20.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü, (b) EM4, (c) EM6, (d) EM8 ve (e) EM10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri,.....	45
Şekil 3-19: (a) EH2, (b) EH4, (c) EH6, (d) EH8 ve (e) EH10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri .....	45
Şekil 3-20: (a) TM2, (b) TM4, (c) TM6, (d) TM8 ve (e) TM10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri .....	46
Şekil 3-21: (a) TH2, (b) TH4, (c) TH6, (d) TH8 ve (e) TH10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri .....	46
Şekil 3-22: (a) Kuru ve (b) Islak karıştırma yöntemleriyle hazırlanan Tartaric Acid katkılı MgB <sub>2</sub> tellerin SEM görüntüleri. ....	47
Şekil 3-23: Üretilen aromatik hidrokarbon (benzen ve toluen) katkılı demir kılıflı MgB <sub>2</sub> tel numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri .....	48
Şekil 3-24: Katkisız ve SiC katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin M-T eğrileri .....	49
Şekil 3-25: Katkisız ve C katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin M-T eğrileri.....	50
Şekil 3-26: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi .....	51
Şekil 3-27: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi .....	51
Şekil 3-28: Katkisız ve SiC katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri .....	53
Şekil 3-29: Katkisız ve SiC katkılı MgB <sub>2</sub> numunelerinin 20 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri .....	53
Şekil 3-30: İlk seri numuneler için katkisız ve C katkılı MgB <sub>2</sub> malzemelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri.....	54
Şekil 3-31: İlk seri numuneler için katkisız ve C katkılı MgB <sub>2</sub> malzemelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri.....	54
Şekil 3-32: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	56
Şekil 3-33: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	56
Şekil 3-34: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	57
Şekil 3-35: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	57
Şekil 3-36: MgB <sub>2</sub> ve %2 ve %10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	58
Şekil 3-37: MgB <sub>2</sub> ve %2 ve %10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de manyetizasyonunun alana bağlı değişimi.....	58
Şekil 3-38: Üretilen katkisız ve SiC katkılı numunelerin 10 K'deki M-H eğrilerinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları .....	59
Şekil 3-39: Üretilen katkisız ve SiC katkılı numunelerin 20 K'deki M-H eğrilerinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları .....	60
Şekil 3-40: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	61
Şekil 3-41: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	61
Şekil 3-42: Mg ile hazırlanan saf ve %2 katkılı numunelerin 15 K'deki perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı.....	62

Şekil 3-43: Mg ile hazırlanan saf ve %2 katkılı numunelerin 25 K'deki perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı.....	62
Şekil 3-44: MgB <sub>2</sub> ve %4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	63
Şekil 3-45: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	63
Şekil 3-46: MgB <sub>2</sub> ve %2-10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	65
Şekil 3-47: MgB <sub>2</sub> ve %2-10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi .....	65
Şekil 3-48: Fe/MgB <sub>2</sub> tellerin R-T eğrisi .....	66
Şekil 3-49: Benzen ve Toluen ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen örneklerin özdirençlerinin sıcaklıkla değişimi.....	67
Şekil 3-50: Benzen ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi.....	68
Şekil 3-51: Toluen ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi.....	69
Şekil 3-52 : Çok damarlı telin üstten görünümü (1.55 mm çapında).....	72
Tablo 2-1: Deneyde kullanılan kimyasalların listesi .....	21
Tablo 2-2: C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları .....	21
Tablo 2-3: C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları .....	22
Tablo 2-4: C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> katkılı numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları .....	22
Tablo 3-1: Üretilen aromatik hidrokarbon katkılı numuneler için MgB <sub>2</sub> 'ye ait ana pike karşılık gelen açı değerleri ve şiddet değerleri.....	37
Tablo 3-2: C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları.....	51
Tablo 3-3: MgB <sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> katkılı, Mg ve MgH <sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 15 K ve 25 K'de, 0 T manyetik alan altında hesaplanan kritik akım yoğunluğu değerleri.....	64
Tablo 3-4: MgB <sub>2</sub> ve %2-10 mol C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K ve 25 K'de, 0 T manyetik alan altında hesaplanan kritik akım yoğunluğu değerleri .....	65

## ÖZET

### ÇOK DAMARLI MgB<sub>2</sub> SÜPERİLETKEN ÜRETİMİ, NANO-BOYUTTA KATKILAMA YÖNTEMİ İLE ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ VE FİZİKSEL KARAKTERİZASYONU

Bu proje, tek ve çok damarlı Magnezyum Diborür (MgB<sub>2</sub>) süperiletken sürekli boru bükme ve doldurma (CTFF) yöntemi ile tel yapım cihazının tasarlanıp geliştirilerek teknolojik öneme sahip altyapı oluşturulması ve nano katkılama ile MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin süperiletkenlik özelliklerinin iyileştirilmesi ve fiziksel karakterizasyonu üzerinedir. MgB<sub>2</sub> süperiletken tellerin üretimi için tasarlanan bu yeni teknolojinin geliştirilmesiyle, AC ve DC akım için birçok cihazda kullanılan süperiletken malzemelerin endüstriyel uygulamalarına güçlü bir ivme kazandıracığı düşüncesi hedefimiz olmuştur. Süperiletken tel yapımı için tekniğini ilk olarak Türkiye’de uygulayan ve buna uygun cihaz tasarımını gerçekleştiren, araştırma grubumuz olmuştur. Dünyadaki benzer örnekleriyle karşılaştırıldığında bu cihaz hem daha ekonomik hem de boyut olarak daha küçüktür. Ayrıca, en dışta bakır bulunduran çift kılıflı tel çekme sistemimiz benzeri olmayan bir sistemdir. Bu yeni tasarım ile tellerimizin termal şoka maruz kalması sonucu süperiletkenlik özelliğini uzun süre muhafaza edebileceğine inanmaktayız. Bu cihaz ile birlikte PIT (Powder In Tube) tekniği de kullanılarak tek damarlı ve çok damarlı MgB<sub>2</sub> süperiletken teller farklı çap ve uzunluklarda üretilmiştir.

Projemizin ana hedeflerinden biri olan nano boyutta katkılamalar yapılarak MgB<sub>2</sub> süperiletken numunesinin süperiletkenlik özelliklerinin iyileştirilmesi ve fiziksel karakterizasyonlarının yapılması amacıyla öncelikle tartaric asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>), silicon oil, succinic asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) ve bor carbid (B<sub>4</sub>C) katkılamaları denenmiş ve MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin süperiletkenlik özellikler üzerine etkisi araştırılmıştır. Bu katkılamalara ek olarak aynı dönem içerisinde Tübitak destekli 109T106 nolu proje kapsamında da Benzen (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>) , Toulene (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>), Etil-toluen (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>) carbon (C) ve silicon carbide (SiC) katkılamaları da denenmiştir. Yapılan katkılamalar sonucunda MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin süperiletkenlik özelliklerine etkisi *R-T*, *M-T*, *M-H* ölçümleri ve XRD , SEM analizleri yapılarak araştırılmıştır.

# ABSTRACT

## PRODUCTION OF MULTI-FILAMENT MgB<sub>2</sub> SUPERCONDUCTOR, IMPROVEMENT OF PROPERTIES BY DOPING METHOD AND PHYSICAL CHARACTERIZATION

This project has mainly focused on fabrication of the single and multi-filament Magnesium Boride (MgB<sub>2</sub>) superconducting wires by continuous tube filling and forming (CTFF) method, designation and development of the wire drawing machine, and also improvement of the superconducting properties of MgB<sub>2</sub> superconductors by adding nanometer-sized particles. The fabrication of MgB<sub>2</sub> superconducting wires is a new technology, and we believe that this project will increase the technological applications of the superconducting wires used for all AC and DC devices. Our research group is the first at the designation of a wire drawing machine and production of the superconducting wires in Turkey. Our machine has also some advantages in comparison to the ones that resemble it in the world with its smaller dimensions and low cost. However, we note that the system with double cladding with outer copper (OFHC) is unique to our system. We believe that with this new design, the wires were less vulnerable to the thermal shocks. Single and multi-filament MgB<sub>2</sub> superconducting wires at different diameter and lengths were produced by this machine together with PIT (Powder In Tube) technique.

Physical characterizations and improvement of the superconducting properties of the MgB<sub>2</sub> samples by doping nano-sized particles are in the scope of this project. Thus, the nanoadditives such as tartaric acid (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>), silicon oil, succinic acid (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>), and boron carbide (B<sub>4</sub>C) were added in MgB<sub>2</sub> samples and their influences on superconducting properties of MgB<sub>2</sub> samples were investigated by means of *R-T*, *M-T*, *M-H* measurements, and XRD, SEM analysis. In the same period of time, the nano additives benzene (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>), toluene (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>), etil-toluene (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>), carbon (C), and silicon carbide (SiC), supported by TUBITAK under the project number 109T106, were also studied in addition to this project.



## GİRİŞ

Proje ile süperiletkenlik ve manyetizma araştırma laboratuvarının mevcut altyapısını geliştirerek, teknolojik uygulamalarda kullanılacak tek ve çok damarlı  $MgB_2$  süperiletken tellerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

Elektrik akımı, birkaç istisna hariç elektrik dağıtım hatlarının hepsinde ve elektroteknik cihazlarda bakır ve alüminyum tellerle iletilmektedir. Süperiletkenler uzunca bir süredir enerji ve fiyat tasarrufu açısından alternatif olarak birçok bileşende kullanılmak için değerlendirilmektedir. Bununla birlikte, şimdiye kadar soğutma ücretleri (sıvı Helyum 4.2 K veya daha altındaki sıcaklıkta işletilen düşük sıcaklık süperiletkenlik durumu ) veya üretim ücretlerinin her ikisi de ve AC kayıplar (sıvı Azot 77 K veya daha altındaki sıcaklıkta işletilen yüksek sıcaklık süperiletkenlik durumu) böyle iletkenlerin geniş bir kullanımı için engel teşkil etmektedir. Buna rağmen, günümüzde tel formunda Neobiyum (Nb)-bazlı düşük sıcaklık süperiletkenleri, NbTi ve  $Nb_3Sn$  pratik uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahiptir.

Endüstrinin süperiletken teknolojisinden gerçekten yararlanabilmesi için, düşük sıcaklık süperiletkenlerin üzerindeki işletim sıcaklığında, düşük maliyet ve yüksek performansa sahip tellerin üretilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Arzu edilen 15 K ve üzerindeki sıcaklıklara günümüzde ucuz ve çok basit soğutma teknolojileri kullanılarak kesinlikle ulaşmak mümkündür (örneğin; soğutma sıvısız soğutma teknolojisi vb. ). Böyle bir iletkenin büyük bir sıçrama (quantum leap) yapması düşük sıcaklık süperiletken gibi benzer DC özelliklere sahip olmasını veya çok düşük AC kayıplar sergilemesinin her ikisini de gerektirir.

Ocak 2001 yılında Prof. Dr. Akimitsu önceden bilinen ve çok basit ikili bir bileşik olan  $MgB_2$  üzerinde yaptığı çalışmalarda, 40 K'de bu bileşiğin Süperiletken özelliğine sahip olduğunu rapor etmiştir. Bu bileşik şimdiye kadar bilinen ikili bileşikler içinde en yüksek kritik sıcaklığa sahip olanıdır.

Şimdiye kadar geliştirilen Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerin (YSS) aksine  $MgB_2$  'nin önemli bir avantajı, yüksek üretim hacimlerine ulaşıldığı düşünüldüğünde karşılaştırılabilir masrafsız bir iletken olması için kısa vadeli amaca sahip olmasıdır.  $MgB_2$  iletkeni için akım taşıma birimi başına fiyatı Bakır'la karşılaştırıldığında oldukça düşük olduğu tahmin edilmektedir.

Düşük fiyatın sebebi; içeriğindeki Magnezyum ve Bor'un düşük hammadde maliyeti, düşük  $MgB_2$  kütle yoğunluğu ve birçok teknik metal ve alaşımlarla genellikle düşük karbonlu paslanmaz çelik ve onları oluşturan elementler gibi sert iletkenlerle gerekli olan kimyasal ve mekanik uyumluluğunun yeterli olması sayılabilir.

İlave olarak  $MgB_2$  üzerinde yapılan çalışmalarda, bu bileşik yüksek manyetik alanlarda kayda değer performans göstermiştir.  $MgB_2$  ince filmlerinde 60 T'ya varan bir kritik manyetik alana ulaşılmıştır. Böyle özellikler bir DC  $MgB_2$  iletkeninin ihtiyacını (gereksinimini) oldukça aşar. Bir iletkenin düşük AC kayba sahip olması için oldukça düzgün damarlı bir tel üretmek gereklidir.

$MgB_2$  telleri hali hazırda metrelerce uzunlukta üretilebilmektedir. Buna rağmen, üretim aşamasındaki işlemler,  $MgB_2$ 'nin süperiletken özelliklerine oldukça etki etmektedir. İşlem görmemiş basit  $MgB_2$  formu sadece orta büyüklükteki magnetik alanlarda kullanışlı iletim özellikleri gösterir ancak bu da çeşitli endüstriyel uygulamalar için yeterli değildir.

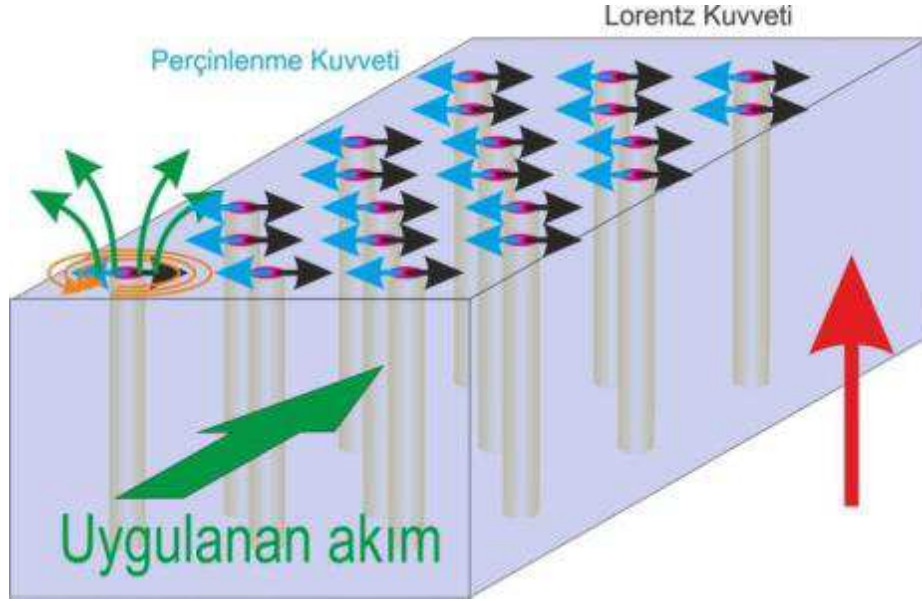
Nano yapılar, katkılamalar ve optimum derecede yapılan doping, ince film  $MgB_2$ 'ler üzerinde şaşırtıcı sonuçların ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Gerçekte süperiletkenler, kendi kristal yapıları boyunca özdeş olarak dağılmış bulunan nano boyuttaki kusurların varlığından büyük ölçüde yararlandıkları için kendilerine özgü malzemelerdir. Bu, yüksek kalitedeki malzemeler için alışılmamış bir durumdur ve ilave komplikasyonlar doğurur. Bu nedenle metrelerce uzunluğundaki bir telde, kontrol altına alınmış nano yapıların oluşturulması gerekmektedir. Projedeki amaçlarımızdan bir tanesi de nano yapıları kontrollü bir şekilde çok damarlı  $MgB_2$  telleri üzerine dop ederek optimum koşulları bulmaktır. Bir diğeri ise nano mertebesine indirgenmiş  $MgB_2$  tozları kullanarak teller üzerindeki etkisinin araştırılması hedeflenmiştir. Tel yapımı için kullanılan tozların nano boyuta indirgenmesi yaklaşık 10 mikrometre çapında teller üretmemize imkan verecektir.

Sonuç olarak, bu proje ile yüksek magnetik alan, yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olan kaliteli süperiletken tellerin üretilmesi için PIT ve CTFE tekniklerini uygulayabileceğimiz sistemleri geliştirmek temel amacımız olmuştur.

## 1. GENEL BİLGİLER

Akı perçinlenmesinin II. Tip süperiletkenlerin ara fazında gerçekleştiği bilinmektedir. Ara fazda, akı çizgilerinin süperiletken içerisine nüfuz etmiş ve akı örgüsü (hekzagonal) oluşturacak şekilde konumlanmış oldukları ilk defa Abrikosov (1957) tarafından önerilmiş ve 1967 yılında deneysel olarak Eussman (1967) tarafından gösterilmiştir. Teorik olarak %100 saf, kusursuz kristalite özelliklere sahip bir II. Tip süperiletkende akı çizgilerini perçinleyici (hareketsiz kılan) mekanizma gözlenmez. Bu tür süperiletkenler ideal II. Tip süperiletkenler olarak değerlendirilir ve bu tip süperiletkenlerin pratikte bulunması mümkün değildir. Kristal kusurların, safsızlıkların, tane sınırlarının ve dışarıdan yapılan minör katkılarının akı çizgilerinin hareketini sınırlayıcı perçinleme merkezleri olarak davrandıkları bilinmektedir.

Karışık durumda akı çizgisine etkiyen iki temel kuvvet vardır. Bunlardan ilki süperiletken numunenin doğasından kaynaklanan perçinleme kuvveti, diğeri ise dışarıdan numuneye uygulanan akım yoğunluğu ve/veya manyetik alandan kaynaklanan Lorentz kuvvetidir. Lorentz kuvveti  $\mathbf{J} \times \mathbf{B}$  formülü ile belirlenir ve akı çizgilerini süperiletken içinde hareket ettirmeye zorlar. Perçinleme kuvveti ise sürtünme kuvvetine benzer tarzda Lorentz kuvvetine zıt yönde etki eder. Bu durum şematik olarak Şekil 1-1'de gösterilmektedir. Akı çizgilerinin hareketsiz kaldığı durum bu iki kuvvetin birbirine eşit olduğu zaman gerçekleşir. Perçinleme kuvvetine eşit Lorentz kuvvetini oluşturan akım yoğunluğu değeri, kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ ) olarak bilinmektedir.



Şekil 1-1: Akı perçinlemesinin şematik gösterimi.

Şekil 1-1’de sarı ile gösterilen ince çubuklar akı çizgilerini temsil etmektedir. Kırmızı ok, manyetik alan yönünü ve yeşil ok da uygulanan akımın yönünü göstermektedir. Siyah oklar ise, Lorentz kuvvetini temsil etmektedir. Her bir akı çizgisine etki eden Lorentz kuvveti,

$$f_L = J \times \phi_0 \quad (1.1)$$

şeklindedir.

MgB<sub>2</sub>, 1954 yılından beri bilinen bir malzeme olmasına karşın 2001 yılında 40 K’de süperiletken olduğu Akimitsu ve ekibi tarafından bulunmuştur. MgB<sub>2</sub>, diğer geleneksel süperiletkenler arasında yüksek geçiş sıcaklığına sahip olması, tanecikler arasında zayıf bağ probleminin olmayışı, maliyetinin düşük olması, transport kritik akım yoğunluğunun yüksek olması gibi avantajlarından dolayı teknolojik ve endüstriyel uygulamalar için son zamanlarda çok çalışılan bir malzeme olmuştur [Akimitsu vd. 2001, Buzea ve Yamashita 2001, King 2002, Bud’ko vd. 2001a].

İşlem görmemiş basit MgB<sub>2</sub> formu sadece orta büyüklükteki manyetik alanlarda kullanışlı iletim özellikleri gösterir ve bu endüstriyel uygulamaların çoğu için yeterli değildir. Süperiletken özelliklerin iyileştirilmesi için nano yapılar, katkılamalar ve optimum derecede yapılan ilaveler MgB<sub>2</sub> üzerinde şaşırtıcı sonuçların ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Bu ikili bileşiğin süperiletkenlik özelliklerini geliştirebilmek ve perçinleme merkezleri oluşturmak amacı ile MgB<sub>2</sub> içerisine yapılan katkılamaların başlıcaları aşağıda sıralanmıştır:

1- Bakır: Kimishima, Cu ilavesinin  $J_c$  değerini yükselttiğini rapor ederken, Tampieri ve Kazakov, bu ilâvenin  $T_c$  üzerindeki etkilerini incelemiş ve  $T_c$  değerinin neredeyse değişmeyip süperiletkenliğe geçiş sıcaklık aralığının bir miktar genişlediğini bildirmişlerdir [Kazakov vd. 2001, Tampieri vd. 2002, Kimishima vd. 2006].

2- Kobalt: Kühberger çalışmasında, Co'ın küçük miktardaki ilâveleri için karışımın  $T_c$  değerinin azalmasına rağmen  $MgB_2$ 'nin süperiletkenliğinin bozulmadığı sonucuna varmıştır. Aksan da buna paralel sonuçlar ortaya koymuştur: Co ilavesinin çok fazlı bir yapı ortaya çıkardığını, eklenen Co miktarı arttıkça  $T_c$ 'nin azaldığını ve süperiletken faza geçişin giderek daha geniş sıcaklık aralıklarında gerçekleştiğini bulmuştur [Kühberger vd. 2002, Aksan vd. 2006].

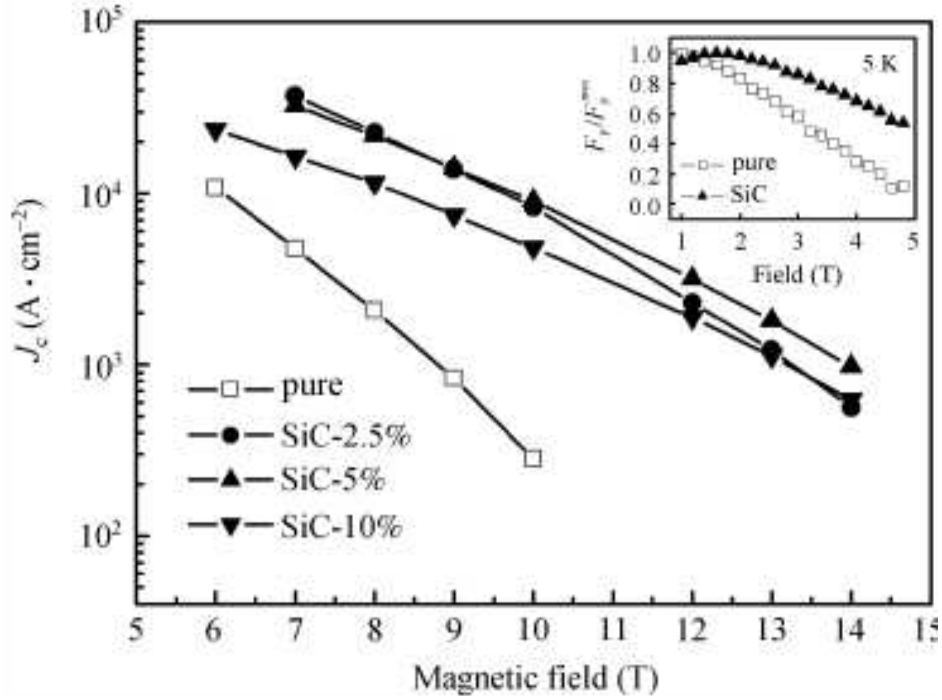
3- Alüminyum: Xu'nun çalışmasında, neredeyse ilâve edilen tüm Al'lerin  $MgB_2$  örgü yapısında Mg yerine geçtikleri, katkılama miktarının artmasıyla örgü parametrelerinin ve  $T_c$  değerlerinin azaldığı rapor edilirken az da olsa katkılı numunelerin  $J_c$  değerlerinin saf numuneninkinden büyük olduğu bildirildi. Rui'nin araştırmasında ise artan Al katkılama oranlarına karşılık  $T_c$ 'nin azaldığı ve saf  $MgB_2$ 'ye göre süperiletkenlik özelliklerinin zayıfladığı fakat tanecik sınırlarındaki Al'lerin güçlü perçinlenme merkezleri olarak davranabileceği savunuldu [Xiang vd. 2003, Zheng vd. 2004, Rui vd. 2005, Xu vd. 2006, Shinohara vd. 2007].

4- Lityum: Bu katkılamayı araştıran Li, küçük orandaki katkılamalar için  $T_c$ 'nin nedeysel hiç değişmediği sonucuna ulaştı. Bu sonuca benzer şekilde Zhao'da, küçük katkılama oranları için tek fazlı bir yapı oluştuğunu, katkılanan Li oranı arttıkça  $T_c$ 'nin azaldığını ve hatta belli bir limitin üzerinde süperiletkenliğin tamamen yok olduğunu rapor etti [Zhao vd. 2001, Li vd. 2003].

5- Silisyum: İki farklı boyutta Si tozu (44  $\mu m$ , nano-Si) kullanan Wang'ın çalışmasına göre; nano katkılama için perçinlenme mekanizması ve  $J_c$  belirgin bir şekilde artarken, 44  $\mu m$ 'lik Si katkılamanın perçinlenme mekanizmasına etkisinin saf  $MgB_2$ 'den zayıf olduğu belirlenmiştir [Wang vd. 2003].

6- Silisyum Karbon: SiC ile katkılamanın özelliklerini inceleyen araştırmacılar, nano-SiC'nin en iyi perçinlenme merkezi olduğunu ortaya koymuşlardır.  $J_c$ 'de belirgin bir gelişme

olurken  $T_c$ 'nin 2K kadar azaldığını bulmuşlardır [Wang vd. 2004, Gozzelino vd. 2007, Shcherbakova vd. 2007, Ping vd. 2007].



Şekil 1-2: Farklı oranlarda SiC ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB<sub>2</sub> şeritleri için kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı grafiği [Ping vd. 2007].

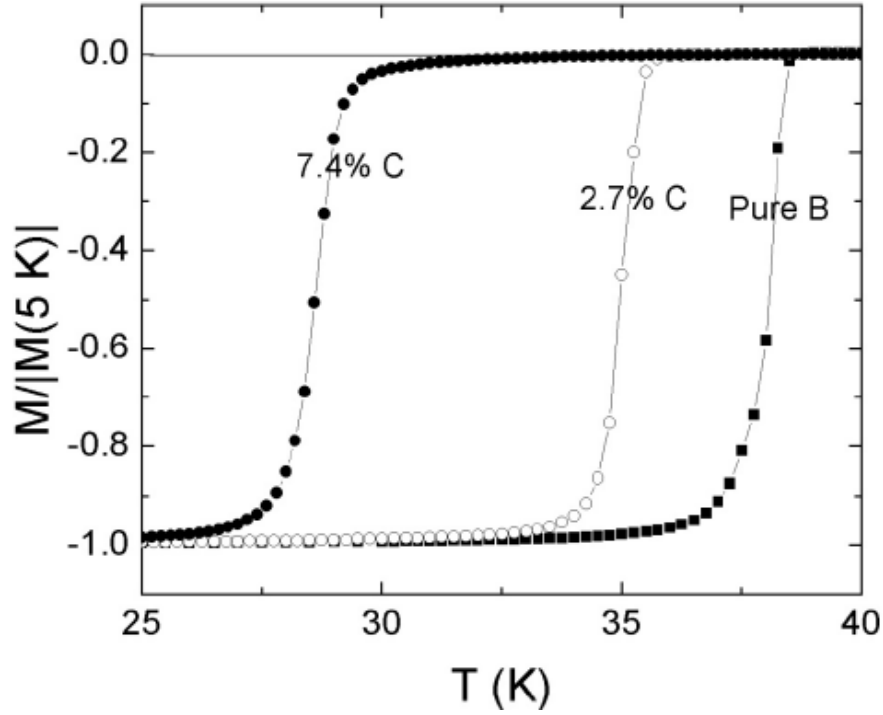
7- Çinko: Zn ile yapılan çalışmalarda  $J_c$ 'de büyük bir anizotropi olduğu ve Zn katkılamanın, sistemin kritik sıcaklığı üzerinde %0,2 lik bir pozitif etki yaptığı gözlenmiştir [Kazakov vd. 2001, Li vd. 2007].

8- Gümüş: Guo ve Cheng'in Ag katkılması üzerine yaptıkları çalışmalar sonucunda; katkılama artarken birim hücrenin  $T_c$ 'sinin küçüldüğü ve faz geçiş sıcaklık aralığının genişlediği bulunmuştur [Cheng vd. 2002, Guo vd. 2004].

9- Tantalum: Prikhna, Ta ilavesinin sistemin  $J_c$ 'si üzerinde pozitif bir etki yarattığını rapor etmiştir [Prikhna vd. 2002].

10- Titanyum: Zhao'nun çalışmasına göre; tanecikler arası iletimin iyi olması ve MgO'dan kaynaklanan yüksek yoğunluktaki perçinlenme merkezlerinden kaynaklanan  $J_c$ 'de çok önemli bir iyileşme ortaya çıkarmaktadır. Anderson, Gotto ve Wilke de aynı sonuca ulaşmışlar ve  $T_c$  sadece 2-3 K düşerken  $J_c$ 'nin büyük ölçüde geliştiğini rapor etmişlerdir [Zhao vd. 2002, 2003, Anderson vd. 2003, Goto vd. 2003, Wilke vd. 2005]. Araştırma

grubumuz da  $MgB_2$  tel içerisinde Ti katkılayarak, fiziksel özelliklerin iyileştiğini gözlemlemiş ve bu çerçevede SCI kapsamında bir adet yayın yapmıştır [A. Gencer vd. 2005].



Şekil 1-3: Farklı oranlarda C ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış  $MgB_2$  için manyetizasyonun sıcaklığa bağlı grafiği.

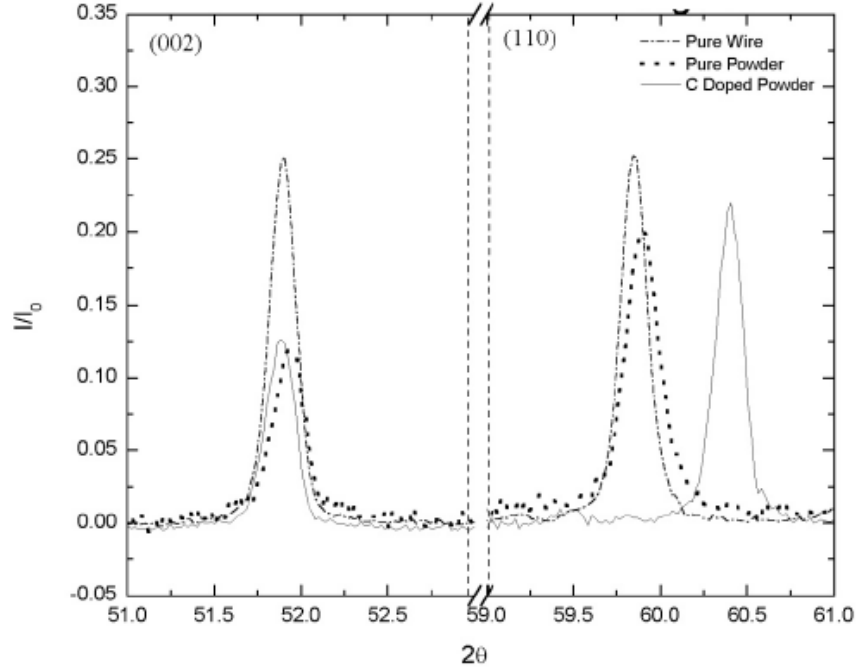
11- Demir: Yapılan araştırmalar sonucunda, küçük orandaki katkıların  $T_c$ 'yi düşürdüğü fakat  $MgB_2$ 'nin süperiletken davranışını bozmadığı bulunmuştur [Kühberger vd. 2002].

12- Karbon: C katkılamaları üzerine yapılan çalışmalarda, perçinlenme merkezlerinin artarak akı perçinlenmesini arttırdığı ve bu sayede  $J_c$ 'yi yükselttiği sonucuna ulaşılmıştır [Paranthaman vd. 2001, Soltanian vd. 2003, Ribeiro vd. 2003, Hol'anová vd. 2004, Huang vd. 2005, Wilke vd. 2005, Yeoh vd. 2007a,b, Katsura vd. 2007, Awana vd. 2008].

Diğer taraftan karbon katkılama aşağıdaki veriden de anlaşılacağı üzere kritik sıcaklık  $T_c$ 'yi düşürmektedir. Şekil 1-3'de, 5 K'de normalize edilmiş mıknatıslanma eğrisinin sıcaklığa göre değişimi görülmektedir. Karbon katkı miktarı arttıkça, geçiş sıcaklığının daha düşük sıcaklıklara kaydığı görülmektedir.  $T_c$ 'deki azalmaya karşın, karbon katkısının kritik akım yoğunluğunu yaklaşık 10 kat mertebesinde arttırdığı bilinmektedir.

Şekil 1-4'de  $CuK\alpha$  ışınmasıyla elde edilmiş şiddet- $2\theta$  değişimi gösterilmektedir. 002

düzleminde, yaklaşık 52 derecedeki tepenin kayda değer bir şekilde kaymadığı söylenebilir. Buna karşın, yaklaşık 60 derecedeki tepenin 110 düzlemi için bir miktar kaydığı gözlenmektedir. Bu da, bor atomuyla karbon atomunun bir miktar yer değişmesiyle ilişkili olduğu, literatürde rapor edilmiştir [Wilke, 2005].



**Şekil 1-4: XRD (Cu K $\alpha$  ışması) C katkılı MgB $_2$  (110) düzlemine ait tepenin kaydığını göstermektedir. Buda, bor'un karbon ile yer değiştiğini işaret etmektedir. C katkı miktarı %7.4 tür [www.materialspec.com].**

13- Krom: Zhang'ın çalışmasına göre; katkılama sonucunda normal durum direnci artar ve süperiletkenliğe geçiş sıcaklığı düşer [Zhang vd. 2005].

14- İridyum: Yapılan çalışmalarda  $T_c$ 'nin katkılama ile azaldığı rapor edilmiştir [Sekina vd. 2003].

15- Zirkonyum: Zhao'nun çalışmasında gelişen perçinlenme merkezleri yüzünden  $J_c$ 'de çok önemli bir gelişme olduğu bildirilmiştir. Gotto'nun çalışması da bu sonucu desteklemektedir [Zhao vd. 2002, Goto vd. 2003].

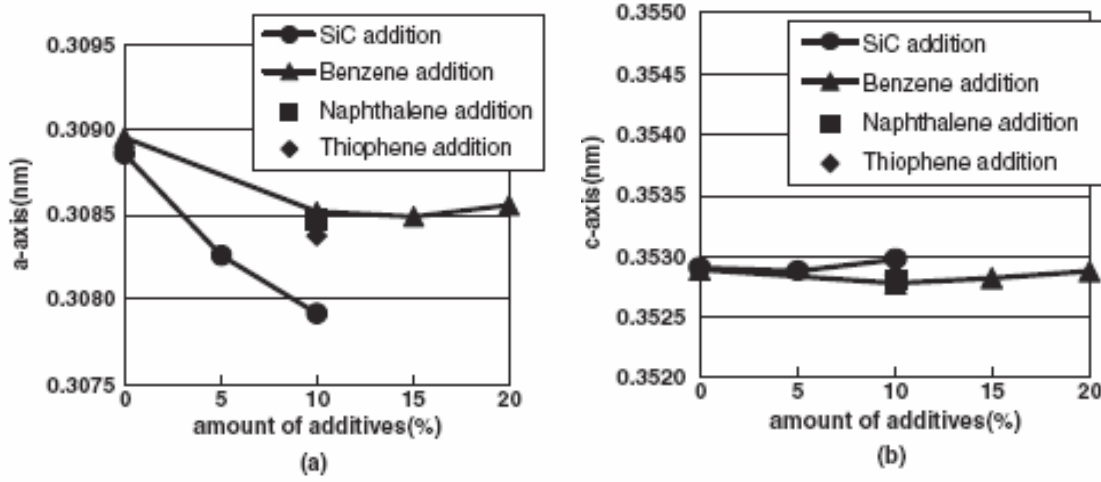
16- Kurşun: Elsabawy'nin yaptığı çalışmaya göre, katkılama oranı artarken  $J_c$ 'nin de arttığı ortaya çıkmaktadır. M'chirgui ise katkılama ile  $T_c$ 'nin düzenli bir şekilde azaldığını ortaya koymuştur [Gu vd. 2003, M'chirgui vd. 2005, Elsabawy vd. 2007].

17- Manganez: Araştırmalar sonucunda, artan Mn katkılama oranları ile  $T_c$  adım adım



azalmakta olduđu bulunmuştur [Suemitsu vd. 2006].

Son yıllarda aromatik hidrokarbonlar (benzen- $C_6H_6$ , naftalin- $C_{10}H_8$ , etiltoluen- $C_9H_{12}$ , tiofin- $C_4H_4S$ , pyrene- $C_{16}H_{10}$ , vb.) ile katkılandırılan  $MgB_2$  süperiletkenlerde  $J_c$  değeriindeki artış önemli olup SiC katkılı  $MgB_2$  süperiletkenlere oranla oldukça yüksektir. Aromatik hidrokarbonlar, yukarıda listelenen katkılama malzemelerinden farklı olarak, sıvı halde kimyasal olarak yapılabilmektedir. Bu sayede, katkılama sonucunda topaklanmanın önüne geçilmesi ve daha homojen bir yapı elde edilmesi mümkün olmaktadır. Bu konuya, SEM ölçüm sonuçları kısmında değinilmiştir.



Şekil 1-5: Aromatik hidrokarbon ve SiC katkılı  $MgB_2/Fe$  şerit için  $MgB_2$  çekirdeğinin (a) a ekseninin (b) c ekseninin uzunluğunun eklenen katkı miktarı ile değişimi.

$J_c$ 'deki artışa karşın, Şekil 1-5'de gösterildiği gibi, SiC ile katkılandırılan numuneler için  $a$  eksenindeki küçülme daha fazladır.  $c$  ekseninde büyüme olurken aromatik hidrokarbonlarda bu değer değişmemektedir. Buradan hareketle SiC katkılı numunelerde  $J_c$  deki artışa sebep olan mekanizmanın bor ile yer değiştiren karbon miktarı olduğu düşünülmektedir. Ancak aromatik hidrokarbonlarla yapılan katkılmalarda bor ile yer değiştiren karbon miktarının çok az olmasına karşın  $J_c$  deki artışın daha fazla olması ise bu katkılamada perçinlenme mekanizmasının da etkili olduğunu düşündürmektedir.  $MgB_2$  nin zayıf bağ probleminin olmayışından dolayı tanecik sınırları etkili perçinlenme merkezi olarak davranmış, çeşitli katkılamar ile perçinlenme merkezlerinin artırılmasından dolayı taşıdığı kritik akım yoğunluğu artmıştır.

Daha etkin bir perçinleme merkezi oluşturmak amacıyla, ısıl işleme tabi tutulan numunelerde topaklanmayı engellemesi bakımından da homojen dağılım sağlayan sıvı aromatik

hidrokarbon katkılama düşünülmüştür. Aromatik hidrokarbonlarla yapılan katkılamalarda % 20 mol benzen katkılı MgB<sub>2</sub> şeritler için 4.2 K'de 10 T'lık alandaki  $J_c$  değeri 130 A mm<sup>-2</sup> iken % 10 mol etiltoluen katkılı MgB<sub>2</sub> şeritler için 4.2 K'de 8 T'lık alandaki  $J_c$  değeri 390 A mm<sup>-2</sup> olarak bulunmuştur. Bu değer %10 mol SiC katkılı MgB<sub>2</sub> şeritler ile kıyaslanamayacak kadar yüksektir. Pyrene (C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>) katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletkenleri için 4.2 K'de 10 T'lık alandaki  $J_c$  değeri ~100 A mm<sup>-2</sup> olarak bulunmuştur [Yamada vd. 2006, 2007a, 2007b, Asthaa vd. 2008, Kim vd. 2008]. Bu katkılamalarda, katılan madde ya toz karışımı halinde ya direkt olarak MgB<sub>2</sub>'nin örgü yapısında yer alacak şekilde ya da örgü yapısındaki Mg ve B atomlarının yerinde kullanılmıştır.

MgB<sub>2</sub>'nin süperiletken oluşunun keşfinden bu yana yapılan katkılamalar genellikle elementer düzeydedir. Grubumuzun son yıllardaki çalışmaları katkılamanın nano boyutta olması gerektiğini öngörmektedir, çünkü süperiletken dalga fonksiyonunun uzama miktarını tayin eden eşuyum (coherence length) uzunluğu, kritik sıcaklığın hemen altındaki sıcaklıklarda nm mertebesindedir. Ayrıca katılacak maddenin oksit tabanlı olması, nano boyutta MgO fazının oluşmasına sebebiyet vereceğinden, MgO'nun akı çizgileri perçinleme merkezi gibi davranma olasılığının yükselmesi beklenmektedir. Yani yaptığımız katkılama ile MgB<sub>2</sub>'nin tamamen reaksiyona girmesini istemiyoruz. Sadece nano boyutta eşuyum uzunluğundan küçük belli merkezlerin oluşmasını istiyoruz. Oluşan bu merkezlerin sayısının çok olması, akı örgüsü oluşturacak şekilde süperiletken gövdeye giren akı çizgilerinin birlikte hareket etme eğilimleri olduğundan bazılarının perçinlenme merkezlerinde tuzaklanması bütün örgüyü hareketsiz kılabilecek ve bunun sonucu olarak süperiletkenin daha yüksek akım taşıma potansiyeli artacaktır.

Isıl işlem sıcaklığı olarak 600 °C dan 950 °C ye kadar geniş bir sıcaklık aralığı yayınlarda göze çarpmaktadır. Başlangıç tozunun tanecik boyutu küçüldükçe optimum ısıl işlem süresi ve sıcaklığı azalmaktadır [Flukiger vd. 2003, Goldacker vd. 2001]. Temel olarak ya 900 °C civarında yüksek sıcaklık ısıl işlem ya da magnezyumun erime noktasının hemen altında 640°C civarında düşük sıcaklık ısıl işlem uygulanmaktadır. Isıl işlemin oksijen içermeyen bir ortamda yapılması gerekmektedir. Isıl işlem sıcaklığının ve süresinin süperiletken tel yapımında kullanılan spesifik parametrelere göre her çalışmada yeniden optimize edilmesi gereklidir.

MgB<sub>2</sub> süperiletken tel üretimi, külçe numunelerin analizleriyle belirlenen optimum koşullarda üretilen toz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada tel üretim işlemlerinin de MgB<sub>2</sub>'nin süperiletkenlik özellikleri üzerinde etkisi bulunmaktadır. MgB<sub>2</sub> telleri çoğunlukla PIT (powder-in-tube-boru içinde toz) tekniği ile üretilmektedir. Ayrıca CTF (continuous tube filling and forming-sürekli boru bükme ve doldurma) tekniği de kullanılan diğer bir üretim tekniğidir. Bu yöntemlerdeki etkenlerin optimizasyonu da zorunlu bir gereksinimdir.

Sonuç olarak proje kapsamında, iyi nitelikli, nano-boyutta SiC, C ve aromatik hidrokarbon katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> üretimi, amorf bor ve magnezyum tozlarını (in-situ yöntemi) ayrı ayrı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Uygun şartlarda üretilen bu toz, demir kılıf malzemesi içerisine doldurup PIT yöntemiyle çekilerek tek damarlı tel haline getirilmiştir. Çalışmalarımızın sonraki aşaması bu tellerden şerit elde edilmesi ve bu şeritlerin uygun şartlarda ısıl işlem uygulanarak süper akım taşıma kapasiteleri araştırılmıştır.

## 2. GEREÇ VE YÖNTEM

### 2.1. Toz Örneklerin Elde Edilmesi

Toz malzeme üretimi için başlangıç maddeleri olarak, kompozisyonu oluşturan malzemeler Mg, B ve katkı yapılacak malzemeler (SiC, C, nano-C, benzen (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>), etiltoluen (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>), toluen (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>), borcarbide (B<sub>4</sub>C), tartaric asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>), silicon oil ve succinic asit (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub> ) kullanılmıştır. Katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletken malzemeleri geleneksel katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilmiştir. 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 *M-H*, *M-T* ve AC alınganlık ölçümlerinden oluşmaktadır.

### 2.2. Toz karışımının hazırlanması

Külçe şeklinde saf ve katkılı MgB<sub>2</sub> numune üretmek için kullanılan kimyasalların adı ve saflıkları Tablo 2-1’de belirtilmiştir.

Numunelerin üretimi sırasında iki yöntem uygulanmıştır. İlk yöntem ile elde ettiğimiz sonuçları iyileştirebilmek için ikinci bir yöntem denenmiştir. İlk yöntem sadece SiC ve C katkılı numuneler için denenmiştir. 2. Yöntem ilkinde göre zaman ve emek açısından daha avantajlı olduğu için aromatik hidrokarbon katkılı numunelerin üretimi bu yöntemle gerçekleştirilmiştir.

İlk yöntemde başlangıç maddesi olan MgB<sub>2</sub>’yi hazırlamak için Mg ve B tozlarının miktarları 1:2 mol oranlarına göre reaksiyon denklemi ile hesaplanmıştır. 2 g kompozisyonu oluşturacak tozlar hassas terazide tartıldıktan sonra homojen bir karışım elde edebilmek için agat havanda ve bilyeli değirmende çeşitli zaman dilimlerinde (30 dk, 60 dk, 90 dk, 120 dk, 300 dk) öğütülmüştür. Agat havanda yapılan öğütme işlemleri açık havada elle yapılmıştır. Bilyeli değirmende yapılan öğütme işlemleri ise, argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

**Tablo 2-1: Deneyde kullanılan kimyasalların listesi**

Kullanılan kimyasal malzemenin adı	Saflık oranı
Magnezyum (Mg)	%98
Magnezyum hidrür (MgH <sub>2</sub> )	≥%90
Bor (B)	%95-97
Silisyum karbid(SiC)	%98+
Karbon(C)	%99,95
Nano karbon(C)	%99
Benzen (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> )	%99
Toluen (C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> )	%99
Etil toluen (C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> )	%99
Borcarbide (B <sub>4</sub> C)	%99
Tartaric asit	%99
Succinic asit	%99
Silicon oil	%99

Aromatik hidrokarbon katkıli süperiletken külçe numune üretiminde Mg ve MgH<sub>2</sub> başlangıç tozları olarak kullanılmış ve aralarındaki ilişki tespit edilmeye çalışılmıştır. Aromatik hidrokarbon katkıli hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları Tablo 2-2, Tablo 2-3, Tablo 2-4'de özetlenmiştir.

**Tablo 2-2: C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkıli numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları**

C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> (benzen)	Numunenin adı		Hazırlama koşulları
BM serisi	BM2	% 2 mol	Mg başlangıç tozu olarak kullanıldı. 0,35 g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 3 ton kuvvet altında preslendi.
	BM4	% 4 mol	
	BM6	% 6 mol	
	BM8	% 8 mol	
	BM10	% 10 mol	
BH serisi	BH2	% 2 mol	MgH <sub>2</sub> başlangıç tozu kullanıldı. 0,35g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 2 ton kuvvet altında preslendi.
	BH4	% 4 mol	
	BH6	% 6 mol	
	BH8	% 8 mol	
	BH10	% 10 mol	

Öncelikle kapalı ortam "Glove-box" içinde Ar gazı atmosferinde sitokiyometrik oranlarda Mg-B-aromatik hidrokarbon ve ayrıca MgH<sub>2</sub>-B-aromatik hidrokarbonlar eklenerek "in-situ"

yöntemiyle karışımlar hazırlanmıştır. Literatür desteği ve yapılan farklı denemelerle optimum öğütme süresi ve hızı sırasıyla 3 saat, 150 rpm olarak belirlenmiştir. Karışımlar hazırlandıktan sonra tozlar “glove-box” içinde Tablo 2-2, Tablo 2-3, Tablo 2-4’de belirtilen koşullar altında preslenmiştir.

**Tablo 2-3: C<sub>9</sub>H<sub>12</sub> katkı numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları**

C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> (etil toluen)	Numunenin adı		Hazırlama koşulları
EM serisi	EM2	% 2 mol	Mg başlangıç tozu olarak kullanıldı. 0,35 g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 7 ton kuvvet altında preslendi.
	EM4	% 4 mol	
	EM6	% 6 mol	
	EM8	% 8 mol	
	EM10	% 10 mol	
EH serisi	EH2	% 2 mol	MgH <sub>2</sub> başlangıç tozu kullanıldı. 0,35g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 3 ton kuvvet altında preslendi.
	EH4	% 4 mol	
	EH6	% 6 mol	
	EH8	% 8 mol	
	EH10	% 10 mol	

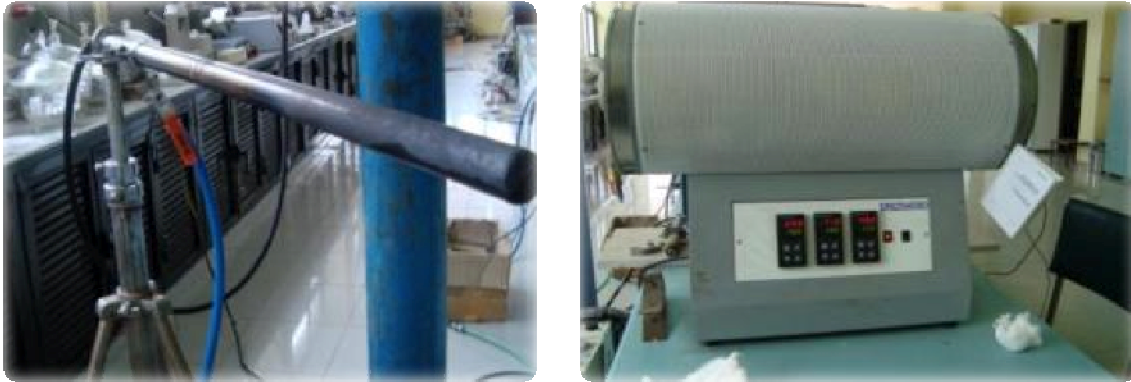
**Tablo 2-4: C<sub>7</sub>H<sub>8</sub> katkı numunelerin hazırlanma koşulları ve adlandırılmaları**

C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> (toluen)	Numunenin adı		Hazırlama koşulları
TM serisi	TM2	% 2 mol	Mg başlangıç tozu olarak kullanıldı. 0,35 g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 7 ton kuvvet altında preslendi.
	TM4	% 4 mol	
	TM6	% 6 mol	
	TM8	% 8 mol	
	TM10	% 10 mol	
TH serisi	TH2	% 2 mol	MgH <sub>2</sub> başlangıç tozu kullanıldı. 0,35g toz, 1,3 cm çapında tablet şeklinde, 7 ton kuvvet altında preslendi.
	TH4	% 4 mol	
	TH6	% 6 mol	
	TH8	% 8 mol	
	TH10	% 10 mol	

## 2.3. Isıl işlem

Katihal reaksiyon yönteminde en önemli aşamalardan biri de ısıl işlemdir. Süperiletken fazın oluşması bu aşamada gerçekleşir. İlk reaksiyonun ve bunun sonucunda  $MgB_2$  ana fazının oluşması için hazırlanan karışımın uygun sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulması gerekmektedir. Bu sayede numunenin içinde bulunabilecek safsızlık ve diğer yabancı fazların ayrışması sağlanmaktadır. Buna kalsinasyon denilmektedir.

Isıl işlemler, Protherm marka tüp fırın ile bu tüpün içine uzatılan paslanmaz çelik tüp içerisinde,  $MgB_2$  bileşiğinin oksijen duyarlılığından dolayı 8-10 bar'lık argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Aromatik hidrokarbon katkılı numunelerin ısıl işlem süreci ise şu şekildedir: (i) Karbon kaynağı olarak  $C_6H_6$  kullanılan numunelerde, ısınma hızı  $5\text{ }^\circ\text{C/dak.}$ , ısıl işlem sıcaklığı  $650\text{ }^\circ\text{C}$  ve ısıl işlem süresi 1 saat seçilmiştir. Isıl işlem tamamlandıktan sonra fırın içinde kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. (ii) Karbon kaynağı olarak  $C_9H_{12}$  ve  $C_7H_8$  kullanılan numunelerde, ısınma hızı  $5\text{ }^\circ\text{C/dak.}$ , ısıl işlem sıcaklığı  $700\text{ }^\circ\text{C}$  ve ısıl işlem süresi 1 saat seçilmiştir. Isıl işlem tamamlandıktan sonra fırın içinde kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Isıl işlemde kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın Şekil 2-1'de gösterilmiştir.



Şekil 2-1: Isıl işlemde kullanılan paslanmaz çelik tüp ve fırın

### 2.3.1. SiC katkılı toz karışımları

Toz karışımları Perkin-ELMER marka presleme aleti ile dikdörtgen ( $1\text{cm} \times 1,5\text{cm}$ ) kalıpta  $5\text{ ton/cm}^2$  basınç altında preslenmiştir. Preslenen tozlar pelet haline getirilmiş ve peletler yerli imkanlarla üretilen paslanmaz çelik tüp içine konulmuştur. Çelik tüp Ar atmosferinde vakuma alındıktan sonra, direkt olarak  $650\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklığındaki fırına yerleştirilmiştir. 90 dakika olan ısıl işlem süresince çelik tüp içerisine 8 bar Ar gazı sürekli olarak verilmiştir. Daha sonra paslanmaz çelik tüp fırından dışarı çıkarılmış, hava ortamında soğuması beklenmiştir. Çelik

tüp soğuduktan sonra Ar gazı kapatılıp peletler bu tüpten çıkarılmış ve agat havanda tekrardan kırılarak 90 dakika süre ile tekrardan öğütülmüştür. Daha sonra numune tekrar preslenerek ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur.

### **2.3.2. C ve nano-C katkılı toz karışımları**

Bu toz karışımları ise iki seri halinde üretilmiştir.

i) İlk üretilen seri için, 30 dakika elle agat havanda karıştırılan toz karışımımız, Perkin-ELMER marka presleme aleti ile dikdörtgen (1cm x 1,5cm) kalıpta 8 ton/cm<sup>2</sup> basınç altında preslenmiştir. Preslenen tozlar 1 gramlık kalıp haline getirilmiş ve kalıplar yerli imkânlarla üretilen paslanmaz çelik tüpe, kanthal telden yapılmış kafesin içinde konulmuştur. Çelik tüp içindeki havanın vakumu alındıktan sonra, numunemiz direkt olarak önceden 650 °C'ye kadar ısıtılmış fırına yerleştirilmiştir. 90 dakika süren ısıtılma işlemi boyunca çelik tüp içerisine 8 bar'lık Ar gazı sürekli olarak verilmiştir. Daha sonra paslanmaz çelik tüp, fırından dışarı çıkarılmış ve hava ortamında soğuması beklenmiştir. Çelik tüp soğuduktan sonra Ar gazı kapatılıp kalıbımız tüpten çıkarılmış ve agat havanda tekrardan kırılarak 30 dakika süre ile yeniden öğütülmüştür. Daha sonra numune tekrar preslenerek ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur.

ii) İkinci üretilen seride ise; 5 saat boyunca bilyeli değirmende öğütülerek hazırlanan toz karışımımız, Specac marka pres ile Glove-Box içerisinde 9 ton/cm<sup>2</sup> basınç altında dairesel şekilde preslenerek 0.6 gr'lık kalıp haline getirilmiştir. Yine yukarıda bahsedilen paslanmaz çelik tüp içerisinde bu sefer 9-10 bar'lık Ar atmosferi altında oda sıcaklığından başlayarak 5°C/dk hızla 650°C'ye kadar ısıtılıp, bu sıcaklıkta 1 saat bekletilmiştir. 1 saatin sonunda çelik tüp, fırından çıkarılmış ve yine hava ortamında soğuması beklenmiştir (2. Yöntem).

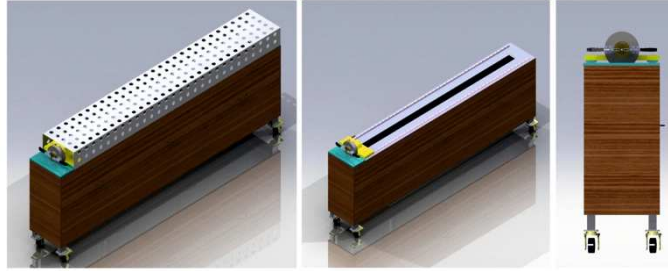


## 2.4. Tel Örneklerin Elde Edilmesi

### 2.4.1. PIT yöntemiyle tel çekme

#### 2.4.1.1. PIT tel üretimi için cihaz tasarlanması ve yapım çalışmaları

Proje kapsamında tüp içinde toz (PIT) yöntemi ile tel üretimini gerçekleştirebilmek için yeni bir cihaz tasarlanmış ve yaptırılmıştır. Şekil 2-2 - Şekil 2-3'te yaptırılan cihazın tasarım ve şu andaki hali görülmektedir.



Şekil 2-2: PIT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın tasarım şekilleri



Şekil 2-3: PIT yöntemiyle tel üretimi için yaptırılan cihazın şu andaki hali

Bu cihaz ile 12 mm çaptan 1 mm çapa kadar tel çekme işlemi yapılabilmektedir. Hazırlanan haddeler ile 12-5 mm arasında tel çapı her aşamada 0.2 mm, 5-1 mm arasında ise 0.1 mm düşürülebilmektedir.

#### 2.4.1.2. Demir (Fe) kılıflı MgB<sub>2</sub> süperiletken tellerin hazırlanması

Bu cihaz ile ilk tel üretimi denemeleri yapılmıştır. Tel çekme işleminden önce Fe kılıfın dış çapı 8 mm ve iç çapı 5 mm'dir. Demir borunun içine hem ticari olarak satılan MgB<sub>2</sub> tozu (ex-situ) hem de stokiometrik oranda Mg ve B tozu (in-situ) karıştırılarak sıkıştırılmıştır. In-situ yöntemiyle numune hazırlanırken başlangıç tozları öncelikle bilyeli değirmende 5 saat 150 rpm de öğütülmüştür. Bu aşama tamamlandıktan sonra tel çekme işlemine tabi tutulmuş ve 1,2 mm ye kadar sorunsuz bir şekilde inilebilmiştir. Üretilen bu numunlerden alınan ölçüm sonuçlarına bir sonraki bölümde yer verilecektir.

Demir kılıflı saf numune üretiminin başarıyla gerçekleştirilmesinin ardından aromatik hidrokarbon (% 10 mol benzene ve % 10 mol toluen) katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletken tel üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu numuneler hazırlanma süreci şu şekildedir:

Öncelikle başlangıç malzemesi olarak bor ve aromatik hidrokarbon (benzene ve toluen) 1 saat 100 rpm de bilyeli değirmende öğütülmüştür. Daha sonra ortaya çıkan çamursu malzeme kullanılan aromatik hidrokarbonun ayrışma sıcaklığında vakum fırınında kurutulmaya bırakılmıştır. Kurutmadan sonra toz numune tekrar tartılarak hesaplanan miktarda Mg ile 5 saat 150 rpm de bilyeli değirmende öğütülmüştür. Daha sonra bu toz Fe boru içine sıkıştırılmış ve tel çekme işlemine tabi tutulmuştur.

#### **2.4.2. Tel örneklerin ısıtılması**

Üretilen katkısız tel numunelerden 2 cm uzunluğunda 2 adet parça kesilmiştir. Daha sonra bu 2 numune tantalum folyo ile sarılarak ısıtılma tabi tutulmuştur. Isıtılma için ısınma hızı 5 °C/dak., ısıtılma sıcaklığı 750 °C ve 900 °C ve ısıtılma süresi 1 saat seçilmiştir. Isıtılma tamamlandıktan sonra fırın içinde kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Bir sonraki bölümde değinilecek olan DSC/TGA ölçüm sonuçlarına göre bu malzemelede uygulanan ısıtılma sıcaklığı belirlenmiştir.

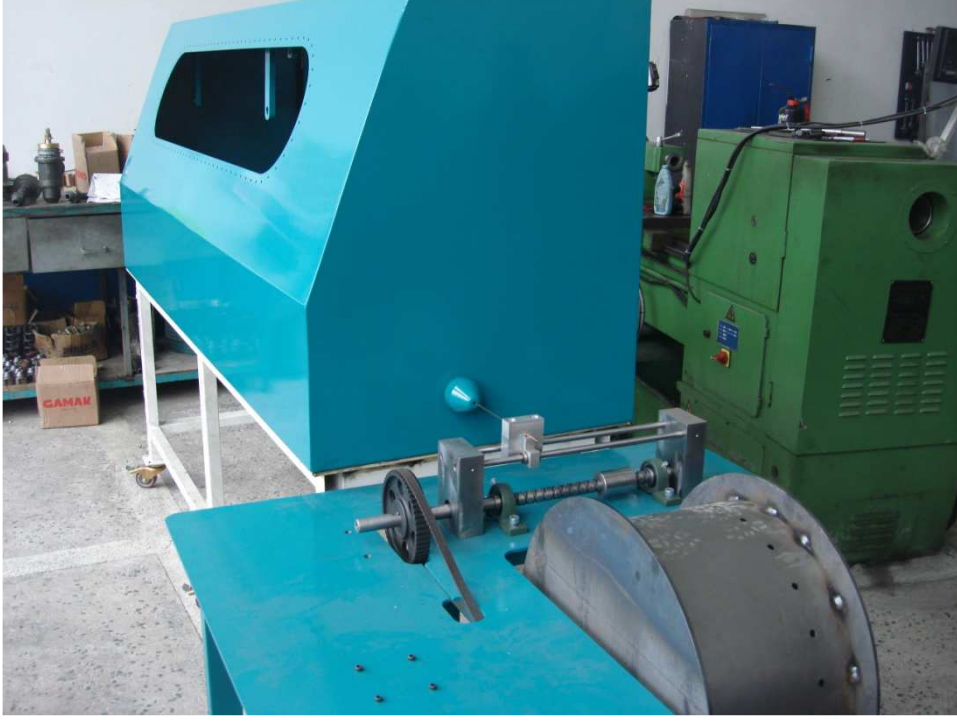
Önerdiğimiz projede çok damarlı tel üretim sisteminin ana bileşenleri (Şekil 2-4, Şekil 2-5, Şekil 2-6) büyük ölçüde bitirilmiş olup kısa sürede üretime hazır hale getirilecektir. Tasarım üzerinde gerçekleştirilen teknik modifikasyonlar, CTFF cihazını daha pratik, fonksiyonel ve iş kapasitesi daha yüksek bir hale getirmiştir. Bu zorlu süreç doğal olarak sistemin nihai sona gelme süresini uzatmıştır.



**Şekil 2-4: CTFE cihazının iç kısmına ait ikinci çekim**



**Şekil 2-5: Haddeme sisteminin kapalı hali**



**Şekil 2-6: CTFF cihazının dıştan görünümü**

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA/SONUÇ

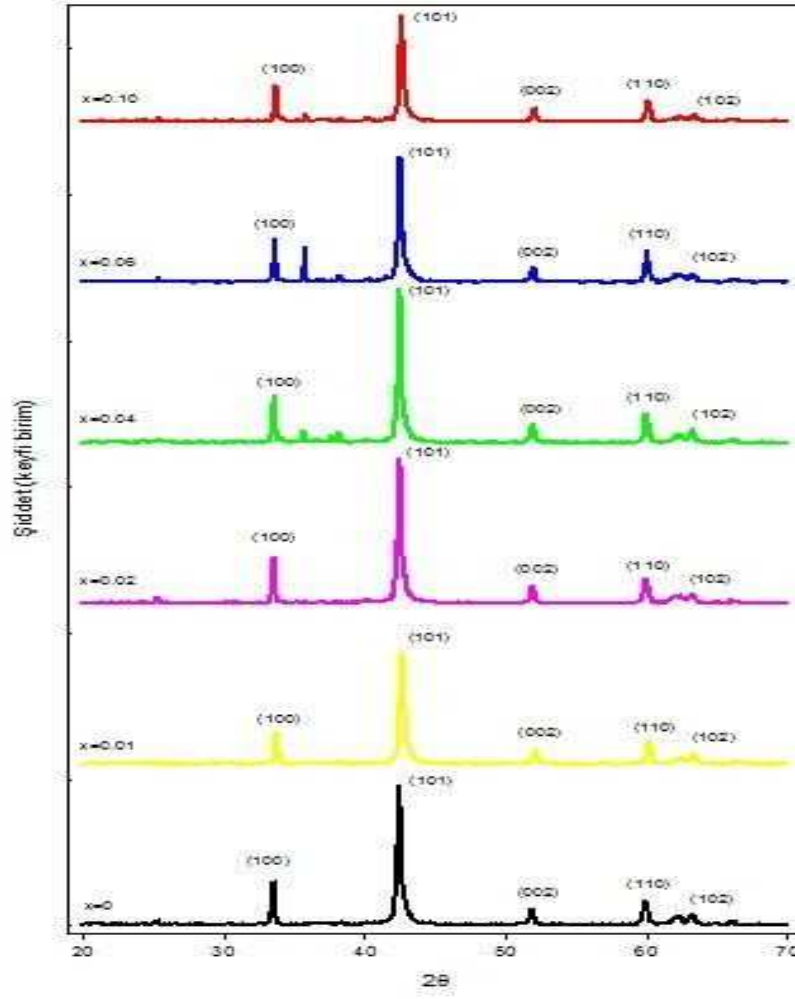
#### 3.1. Toz Numuneler

##### 3.1.1. X Işını Kırınımı (XRD) ve Ölçümleri

Katıhal tepkime yöntemi kullanılarak hazırlanan numunelerden katkısız numune ile SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin x-ışını kırınım desenleri Şekil 3-1'de görülmektedir. X-ışını kırınım deseninden MgB<sub>2</sub> fazına ait ana piklerin *hkl* miller-indisleri belirlenmiştir. Şekilde görüldüğü gibi katkısız ve %10'a kadar SiC katkılı olan numunelerin difraksiyon piklerinin kırınım deseni ana faz olan MgB<sub>2</sub>'ye ait olduğu görülmektedir.

Buna göre katkısız numunede  $2\theta = 25.2^\circ, 33.5^\circ, 42.4^\circ, 51.8^\circ, 59.9^\circ$  ve  $63.2^\circ$  açılarında MgB<sub>2</sub> ana fazının pikleri oluşmuştur.  $x=0.01$  SiC katkılı numunenin kırınım desenleri katkısız numune için gözlenen kırınım desenlerine büyük ölçüde benzemektedir ve hemen hemen aynı açı değerlerinde aynı pikler görülmüştür. Ancak  $x=0.02$  SiC katkılı numuneden sonra bir değişim olduğu gözlemlenmiştir.  $x=0.04$  ile  $x=0.06$  SiC katkılı numunelerde ise bu değişimin hız kazandığı tespit edilmiştir.  $x=0.1$  SiC katkılı numunede ise SiC katkısının artmasına rağmen pik şiddetlerinin azaldığı görülmüştür. Sonuç olarak elde edilen XRD piklerinden ana yapının oluştuğu anlaşılmıştır.

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.

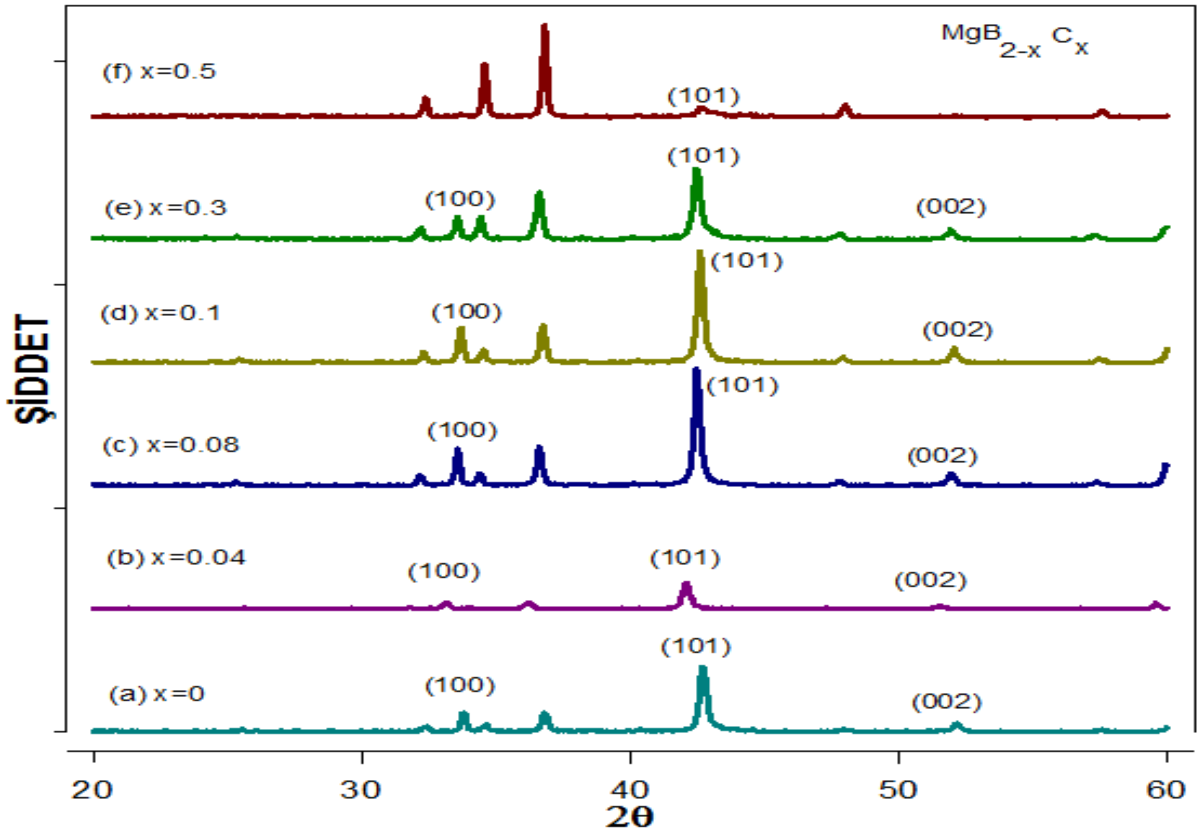


Şekil 3-1: Katkısız MgB<sub>2</sub> ve SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin x-ışını kırınım deseni

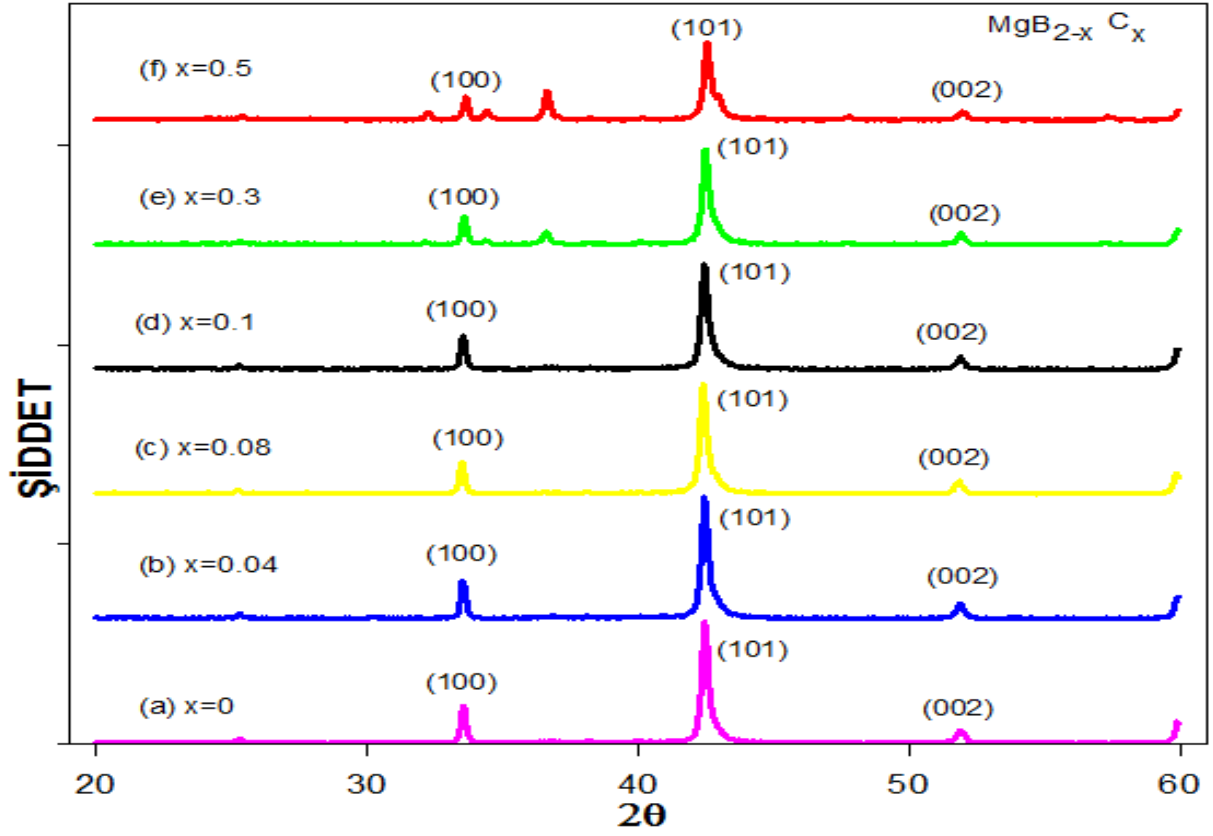
MgB<sub>2</sub>'nin karakteristik pikinin (42.4°) pik genişliği ile pik boyu üretilen tozların parçacık boyutuyla ilişkilidir. Bilindiği gibi mikron mertebesinde parçacık boyutuna sahip olan tozların pik şiddetleri yüksek ve pik genişliği çok ince olmaktadır. Eğer parçacık boyutu nanometre mertebelerine (µ altı) indirgenebilmiş ise pik boyları keskin bir biçimde kısılmaktadır ve pik genişliği de aynı oranda büyümektedir ve “genişleyici etki” olarak adlandırılır. Buna ek olarak, ana yapıya katılacak olan katkı elementinin veya kompozisyonunun kristal örgü içerisine girebilmesi için katı çözünürlüğün yüksek olması gerekmektedir. Burada kullanılan SiC bileşiğinin katı çözünürlüğünün çok düşük olduğu (yaklaşık %2 civarında) bilinmektedir. Bundan dolayı, bu bileşiğin kristal birim hücrelerine girmeyeceği ve katı içerisinde boşluklara, tane sınırlarına, tane içlerine dağılacığı düşünülmektedir. Eğer bu bileşiğin yapı içerisine dağılımı homojen bir şekilde sağlanırsa ve boyutları yeteri kadar küçültülebilirse akı çivileme merkezleri olarak görev yapacağı düşünülmektedir. MgB<sub>2</sub> faz oranının toplam yapı içerisindeki değeri başlangıç tozlarının safsızlık oranlarına da bağlıdır. Safsızlık oranı düşük

olan başlangıç tozlarıyla üretilen örneklerin  $MgB_2$  oranının daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ticari olarak satılan  $MgB_2$  tozlarında dahi düşük oranda olsa bile  $MgO$ ,  $MgB_4$ ,  $MgB_6$  ve  $MgB_{12}$  fazlarının varlığı saptanmıştır.

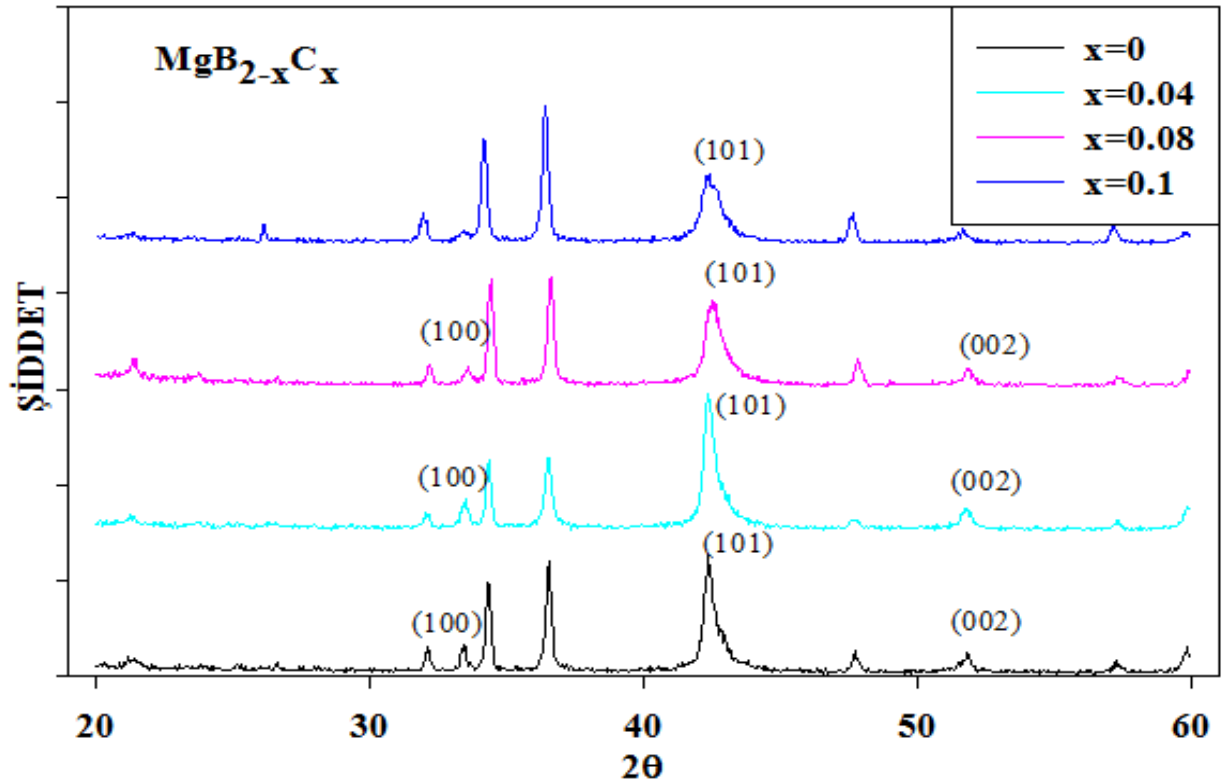
Katıhal reaksiyon yöntemi kullanılarak hazırlanan birinci seri numunelerden katkısız numune ile C katkılı  $MgB_2$  numunelerinin iki ısıl işlem sonucu elde edilen x-ışını kırınım desenleri Şekil 3-2 ve Şekil 3-3’de görülmektedir. İlk ısıl işlem sonucu ortaya çıkmış olan safsızlıklar, sinterleme ile büyük ölçüde yok edilmiştir. Buna göre katkısız numunede  $2\theta = 25.2^\circ, 33.5^\circ, 42.3^\circ, 51.8^\circ$  ve  $59.9^\circ$  açılarında  $MgB_2$  ana fazının pikleri oluşmuştur.  $x=0.04$  ve  $0.08$  C katkılı numunelerin kırınım desenleri katkısız numune için gözlenen kırınım desenlerine büyük ölçüde benzemektedir ve hemen hemen aynı açı değerlerinde aynı pikler görülmüştür. Ancak  $x=0.1$  C katkılı numuneden sonra bir değişim olduğu gözlenmiştir.  $x=0.3$  ile  $x=0.5$  C katkılı numunelerde ise bu değişimin hız kazandığı tespit edilmiştir ve  $MgB_2$  piklerinin şiddetlerinin azaldığı görülmüştür.



Şekil 3-2: İlk seri numuneleri için ilk ısıl işlem sonunda elde edilen X-Işını kırınım deseni



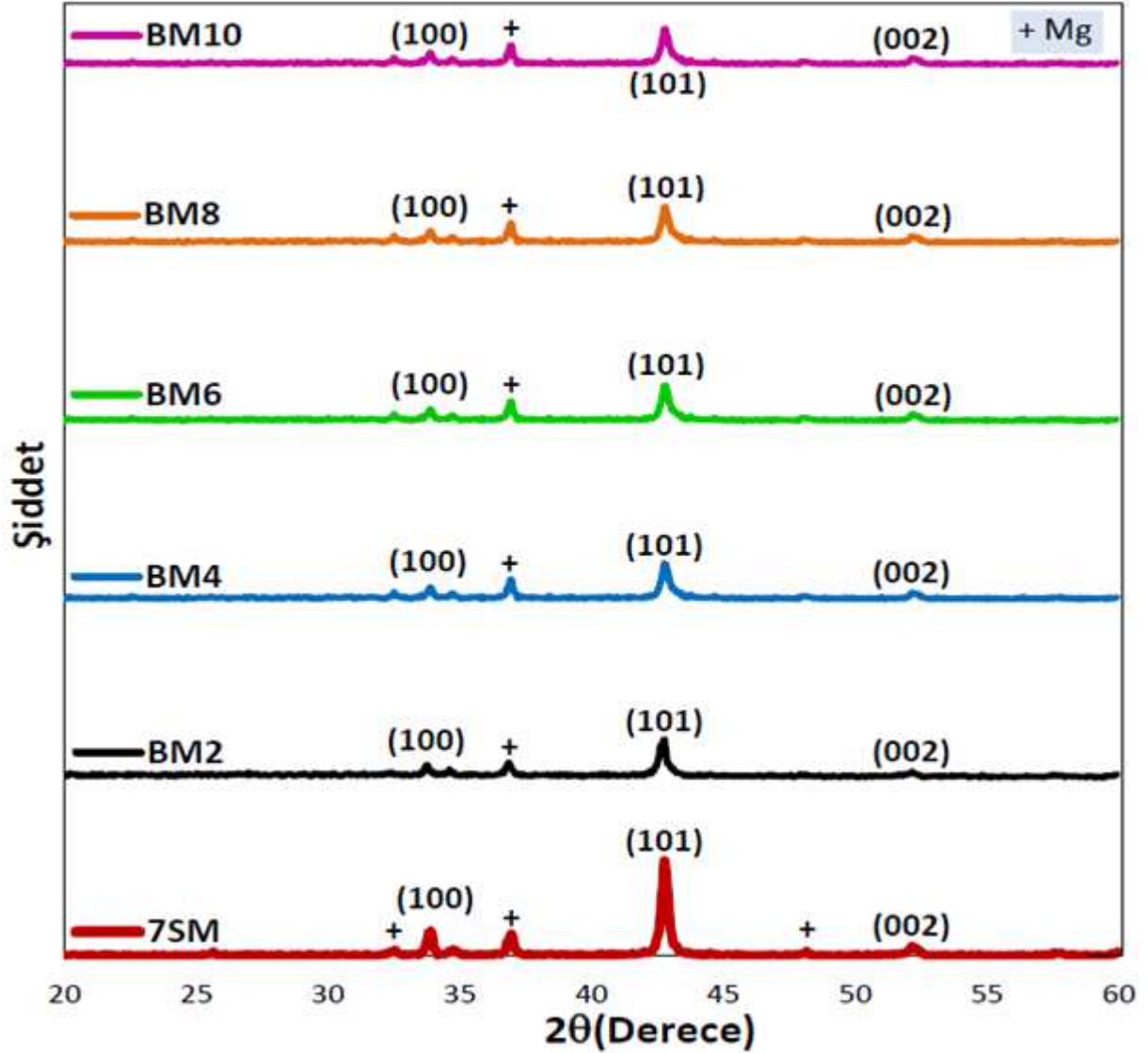
Şekil 3-3: İlk seri numuneleri için ikinci ısıl işlem sonucunda elde edilen X-Işını kırınım deseni



Şekil 3-4: İkinci seride üretilen numunelerin X-Işını kırınım deseni



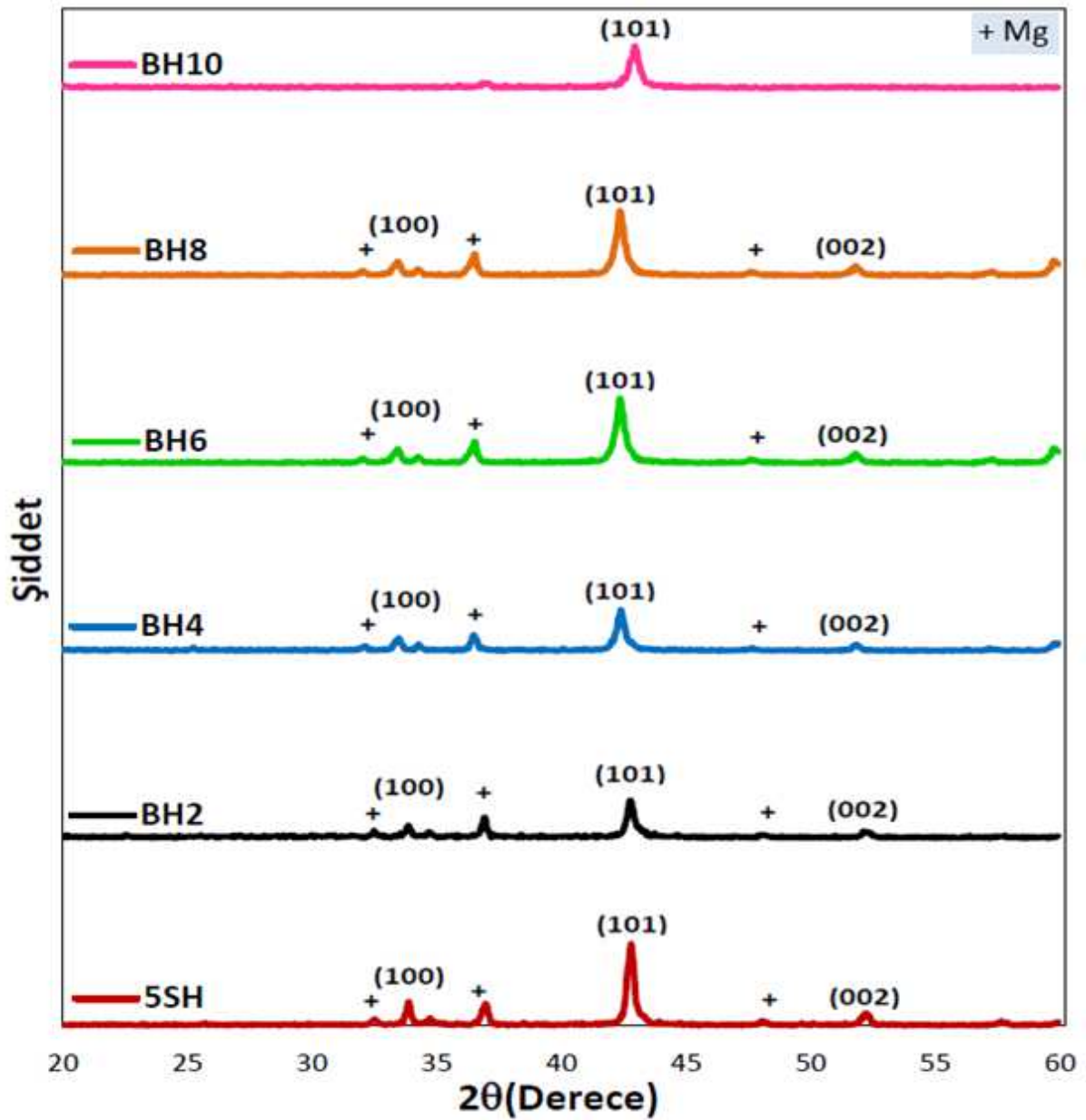
Şekil 3-4'te görülen X-Işını kırınım deseni ise, C katkılı ikinci seri numunelere ait ve tek ısı ile üretilmiştir ve ilk serideki göre safsızlıkların daha fazla olduğu görülmektedir. Bu safsızlıkların daha çok oksitlenmeden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Sonuç olarak elde edilen XRD piklerinden ana yapının oluştuğu anlaşılmaktadır.



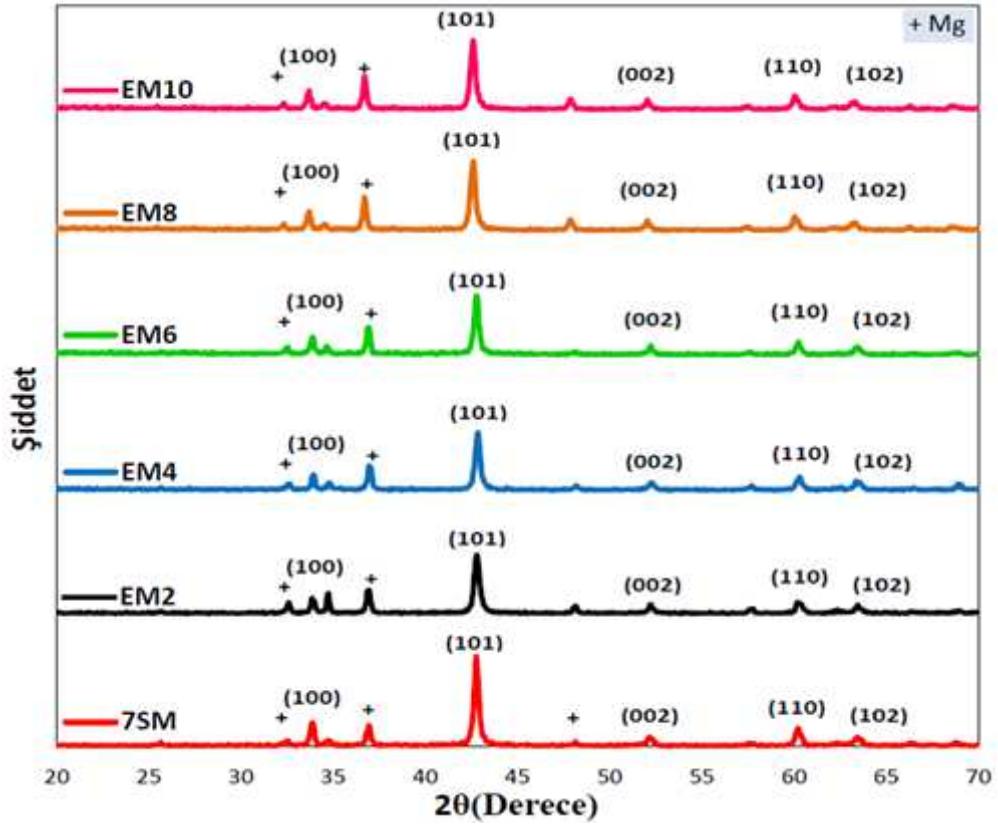
Şekil 3-5: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılı, Mg (magnezyum) kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri

Şekil 3-5 - Şekil 3-10'da aromatik hidrokarbon (benzen, toluen ve etil toluen) katkılı MgB<sub>2</sub> numunelere ait XRD desenleri gösterilmektedir. Şekillerdeki X ışını kırınım desenleri incelenerek saf MgB<sub>2</sub>'ye ait X ışını kırınım deseni parametreleri ile karşılaştırıldığında 2θ = 25.2°, 33.5°, 42.4°, 51.8°, 59.9° açılarında MgB<sub>2</sub> ana fazının piklerinin oluştuğu görülmektedir. Buna ek olarak Mg'a ait karakteristik pikler de gözlenmiştir. Bu pikler "+" ile belirtilmiştir. Bu piklerin görülme sebebi bir miktar Mg'un reaksiyona girmemiş olmasıdır. Numune

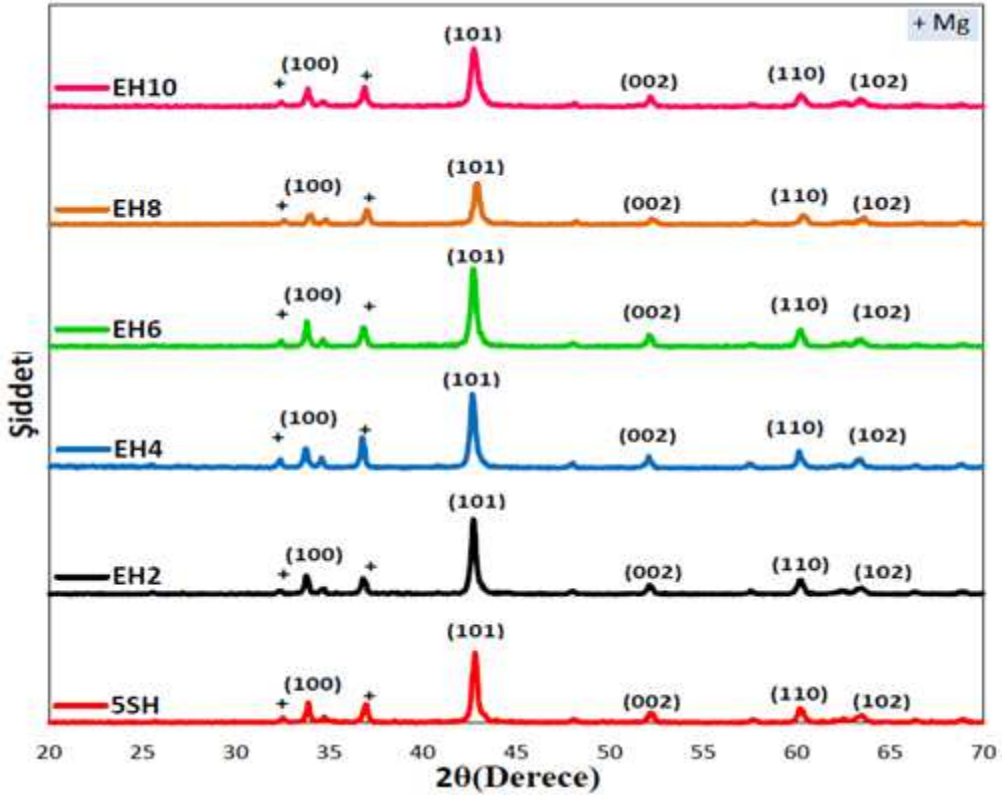
hazırlarken ısı işlem sıcaklığı ve Mg'nin buharlaşma ısısı göz önüne alınarak Mg % 5 mol fazla katılmıştır. Literatürdeki çalışmalarda XRD desenleri incelendiği zaman genellikle MgO fazına rastlanmaktadır [Yanmaz vd. 2009, Jiang vd., 2008 ve Li vd., 2007]. Buna dair çok küçük bir pikin yaklaşık  $63^\circ$  yakınında gözlenmiş olması numune üretiminde her ne kadar kapalı ortam (Ar atmosferinde) kullanılmışsa da oksijenin az miktarda reaksiyona girdiğini göstermektedir. Bu fazın akı çizgilerini tuzaklayıcı merkezler olarak davrandığını değerlendirmekteyiz. Bu ikincil fazın etkin olarak "pinning" perçinleme merkezi olarak davranışı kritik akım yoğunluğunu artırıcı bir unsur olarak görmekteyiz.



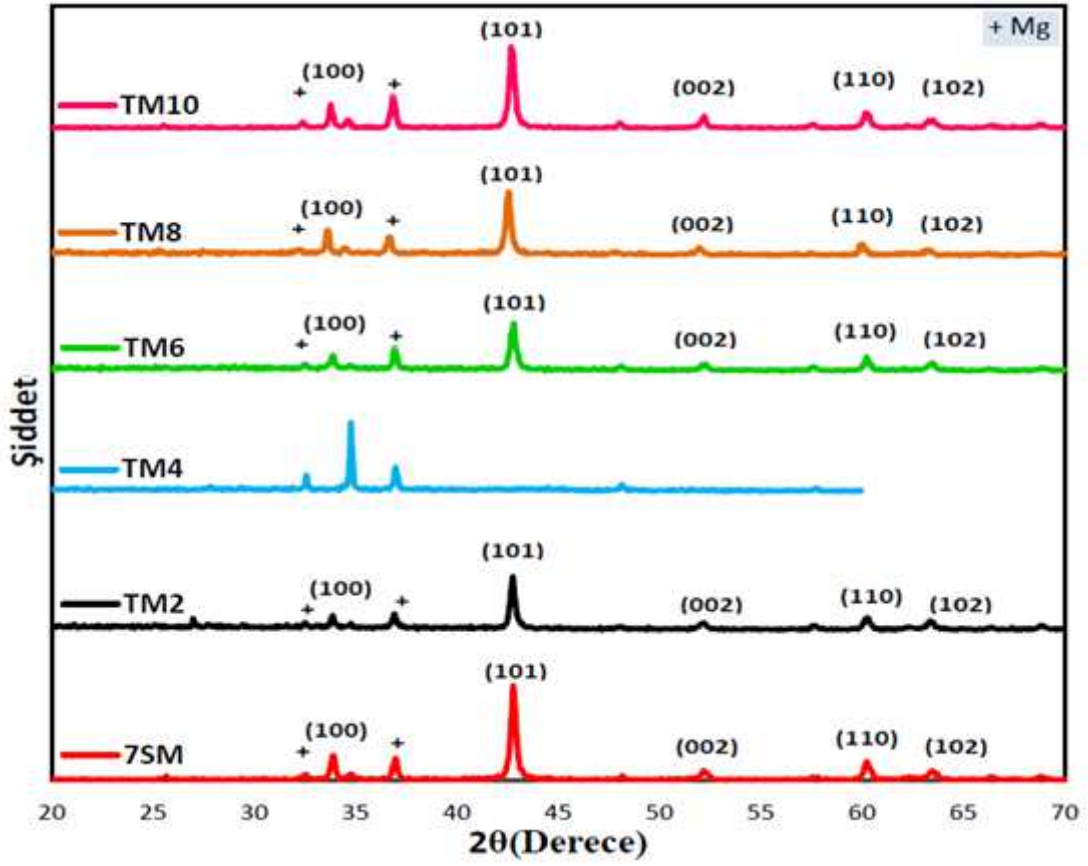
Şekil 3-6: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, MgH<sub>2</sub> (magnezyum hidrür) kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri



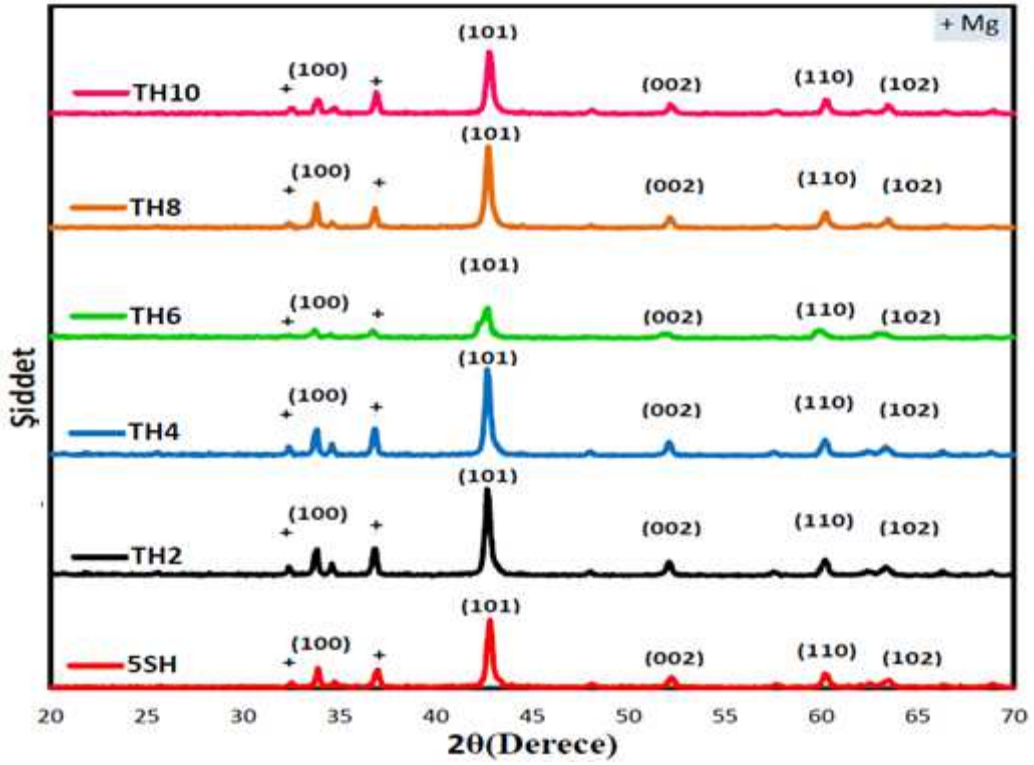
Şekil 3-7: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>9</sub>H<sub>12</sub> katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri



Şekil 3-8: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>9</sub>H<sub>12</sub> katkı, MgH<sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri



Şekil 3-9: MgB2 ve %2-6-8-10 mol C7H8 katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri



Şekil 3-10: MgB2 ve %2-4-6-8-10 mol C7H8 katkılı, MgH2 kullanılarak üretilen numunelerin X ışını kırınım desenleri

Burada farklı miktarda C ihtiva eden katkıları (benzen, toluen ve etil toluen) kullanılmıştır. Literatürde C katkısının  $T_c$  'yi düşürdüğü,  $J_c$ 'yi arttırdığı ve kısmi olarak B ile yer değiştirdiği bilinmektedir [Wilke vd., 2005 ve Yeoh vd., 2007]. Bu çerçevede Şekil 3-5 - Şekil 3-10'dan elde edilen veriler Tablo 3-1'de verilmektedir. Üretilmiş olan bütün numunelerde  $MgB_2$ 'ye ait ana pikte ( $2\theta=42.4^\circ$ ) yaklaşık  $0.4^\circ$ lik bir kayma gözükmemektedir. Buna ek olarak  $MgH_2$  ile hazırlanan benzen katkılı numunelerde düzensiz bir kayma görülmektedir.

**Tablo 3-1: Üretilen aromatik hidrokarbon katkılı numuneler için  $MgB_2$ 'ye ait ana pik karşılık gelen açılar ve şiddet değerleri**

Numunenin adı	2 $\theta$ (Derece)	Şiddet (Keyfi birim)
5SH	42.8	874
7SM	42.75	1064
BH2	42.8	402
BH4	42.4	436
BH6	42.35	692
BH8	42.35	692
BH10	42.95	450
BM2	42.75	432
BM4	42.8	402
BM6	42.8	402
BM8	42.8	402
BM10	42.8	402
EH2	42.7	930
EH4	42.65	918
EH6	42.7	974
EH8	42.95	516
EH10	42.75	724

Numunenin adı	2 $\theta$ (Derece)	Şiddet (Keyfi birim)
EM2	42.8	702
EM4	42.85	688
EM6	42.8	712
EM8	42.6	828
EM10	42.55	738
TM2	42.75	606
TM6	42.8	540
TM8	42.55	722
TM10	42.65	918
TH2	42.65	1114
TH4	42.65	1114
TH6	42.7	400
TH8	42.7	1050
TH10	42.75	804

BM serisinin pik şiddetleri katkı miktarı ile çok değişmezken, saf numune ile karşılaştırıldığında ise küçük olduğu görülmektedir.

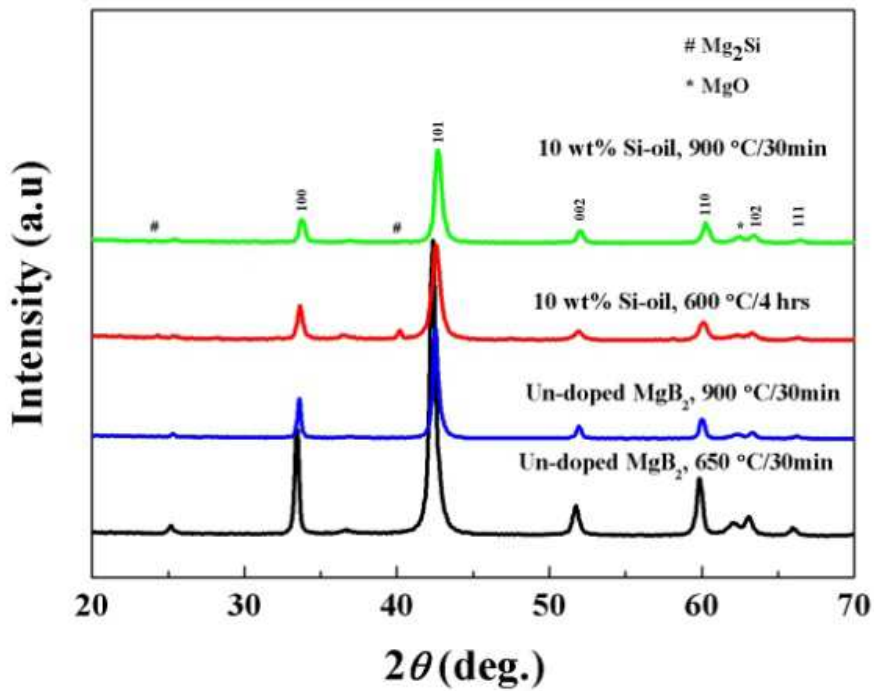
BH serisinde ise pik şiddetleri katkı miktarıyla düzenli olarak artarken saf numune ile kıyaslandığında ise küçük olduğu görülmüştür.

EM ve EH serisinde ise pik şiddetleri katkı miktarıyla çok değişmemiştir. Ancak saf numune ile kıyaslandığında ise şiddetin küçük olduğu görülmüştür.

TM serisinde pik şiddetinin katkılama miktarı ile arttığı gözlenmiştir. Saf numune ile kıyaslandığında küçük olduğu görülmektedir.

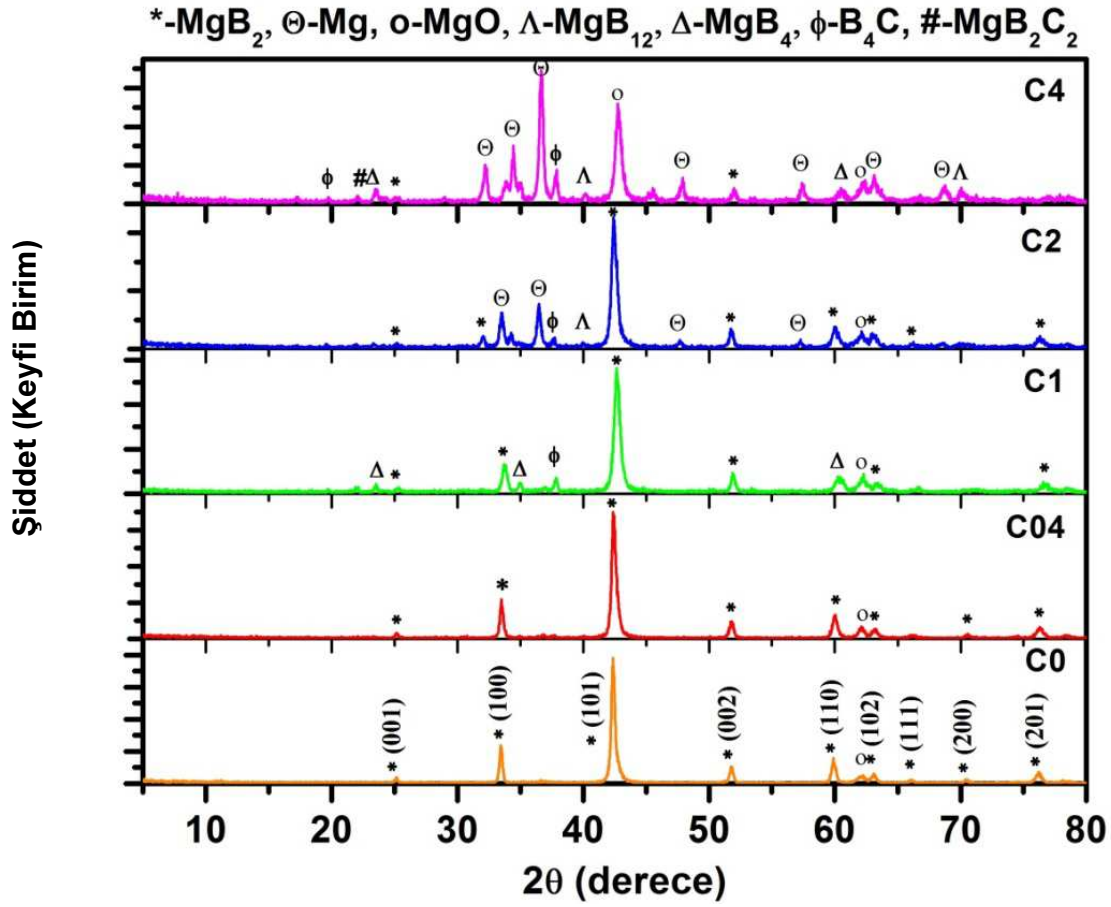
TH serisinde ise katkılama miktarı artarken pik şiddetinde azalma olduğu ve saf numuneye göre pik şiddetlerinin büyük olduğu gözlenmiştir.

MgB<sub>2</sub>'nin X ışını kırınım deseninde 42.4°'deki karakteristik pikinin boyu ve genişliği üretilen tozların parçacık büyüklüğüne bağlıdır. Parçacık büyüklüğü nm mertebesine inildiğinde pikin yüksekliği azalırken genişliğinin de artmasını beklemekteyiz [Yanmaz vd., 2009].



Şekil 3-11: 650 °C ve 900 °C'de hazırlanan katkısız ve silicone oil katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerine ait XRD desenleri.

Şekil 3-11'de 600 °C ve 900 °C aralığında saf ve silicon oil katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerine ait XRD deseni görülmektedir. Genel olarak MgB<sub>2</sub>'ye ait ana fazlar olmakla birlikte az sayıda da olsa MgO pikine rastlanmıştır. 4 saat süreyle 600 °C'de ısıtılmış olan silicone oil katkılı MgB<sub>2</sub> numunesi, genel olarak MgB<sub>2</sub> ana fazlarını barındırmakla beraber, çok az da olsa Mg<sub>2</sub>Si pikine de sahiptir. Ancak yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen ısıtılmalarda Mg<sub>2</sub>Si piki neredeyse yok olmuştur.



Şekil 3-12: MgB<sub>(2-5x)</sub>(B<sub>4</sub>C)<sub>x</sub> (x = 0, 0.04, 0.1, 0.2 ve 0.4) kompozisyonuna sahip örnekler için elde edilen toz kırınım sonuçları

Şekil 3-12’de görüldüğü üzere, x değerini arttırdığımızda ham boron miktarının Mg’ye kıyasla azaldığı gözlemlenir, aynı zamanda B<sub>4</sub>C’nin ayrışımından sonra ortaya çıkan bor, x’in artışı ile birlikte artmaktadır. Borun ortalama miktarı, x’in artışı ile birlikte Mg’ye kıyasla azalmaktadır. Bu da daha yüksek x değerleri ile hazırlanmış örneklerdeki etkin Mg fazları ile birlikte reaksiyona girmemiş Mg’yi gözlemlememizin sebebidir. C1,C2 örneklerinde hiç reaksiyona girmemiş Mg gözlemlemiyoruz ama Mg eksikliğinden dolayı oluşan MgB<sub>12</sub> gibi pikler görünüyor.

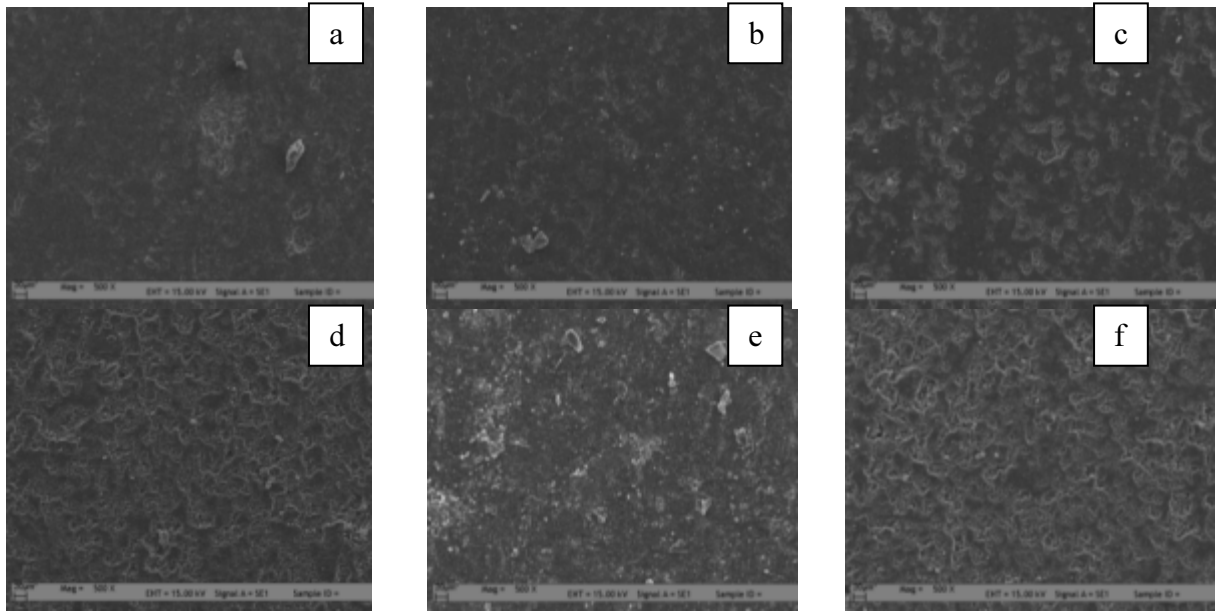
C4 hariç diğer numunelerde MgB<sub>2</sub> baskın faz olarak görülmektedir. Tüm örneklerde MgO az da olsa vardır ve C04 numunesinde MgO baskın fazlardan biri olarak görülmektedir.

C04 numunesinde B<sub>4</sub>C’ ye ait herhangi bir pike rastlamadık ve B<sub>4</sub>C’ den gelen karbon fazlarına ait bir pik de görünmemiştir. Aynı zamanda B<sub>4</sub>C’ den gelen Bor, Mg ile MgB<sub>2</sub>

şeklinde reaksiyona girdiği gözlemlenmiştir. Beklendiği gibi x değerinin az daha arttırılması, yani C1 numunesinde, Mg etkin fazlarının ortaya çıkmasına yol açmaktadır. x değeri daha da arttırıldığında, yani C2 ve C4 numunelerinde, bor eksikliğinden dolayı reaksiyona girmemiş Mg pikleri ortaya çıkmıştır.

Diğer yandan başlangıç tozundaki  $B_4C$  miktarı arttıkça, C4 numunesinde  $B_4C$  fazına ait piklerin şiddeti de yükselmektedir. Bu numunede çok küçük  $MgB_2$  pikleri ortaya çıkmıştır. Buna ek olarak  $MgB_2C_2$  piki Mg pikleri ile beraber görülmüştür. Bu da bu numunede hem  $T_c$ 'nin hemde  $J_c$ 'nin azalmış olduğunu göstermektedir. Böylece yüksek  $B_4C$  katkısı bu sentezleme koşulları altında  $MgB_2$ 'nin süperiletkenlik özelliklerinin düşürülmesine yol açmıştır.

### 3.1.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri



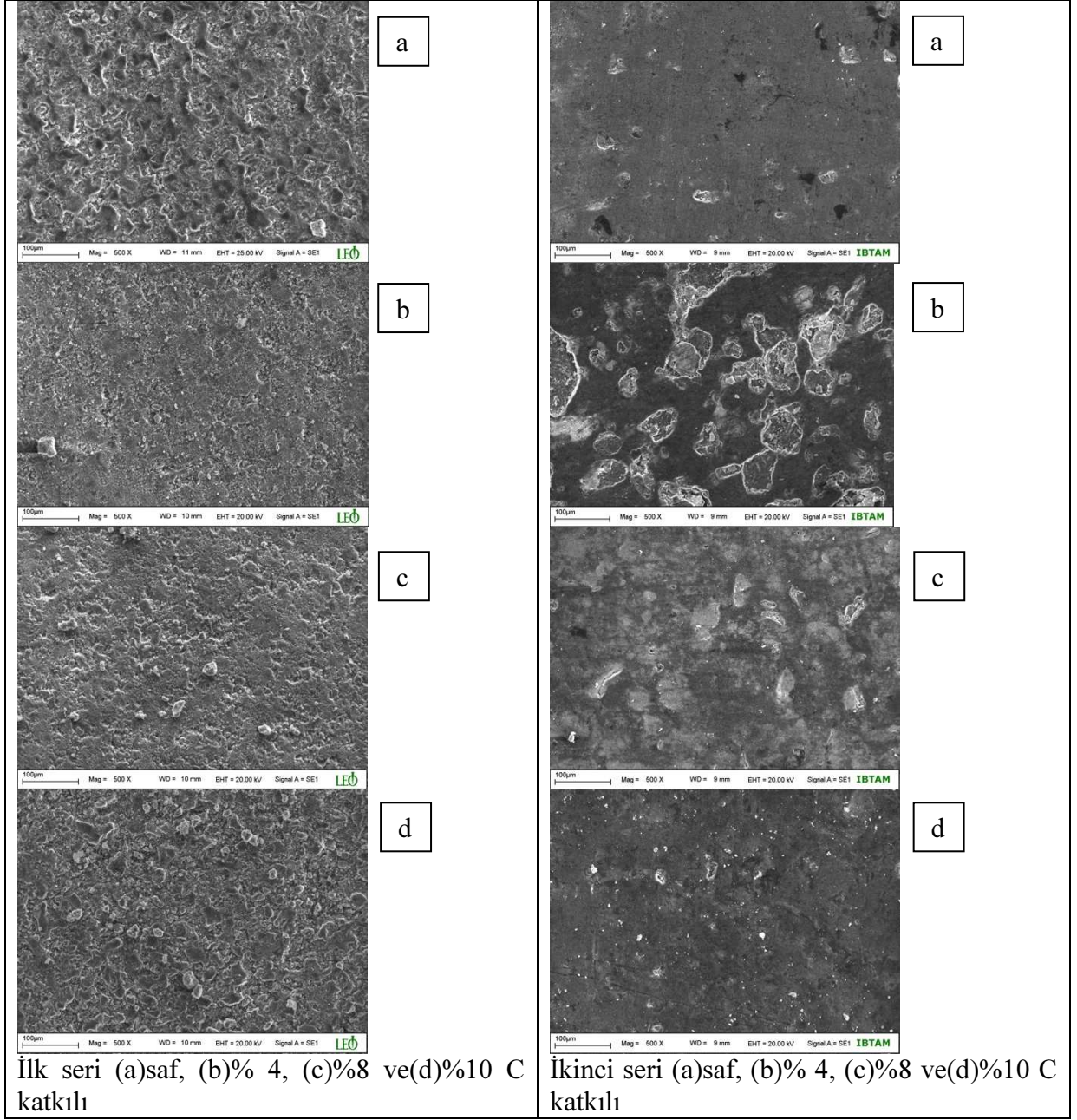
Şekil 3-13: (a) Saf  $MgB_2$ , (b) %1, (c)%2, (d)%4, (e)%6 ve (f) %10 mol SiC katkılı numunelere ait SEM fotoğrafları

$MgB_2$  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  $MgB_2$  numunesi ile SiC katkılı  $MgB_2$  numunelerinin 500 kat büyütme yapılarak çekilen SEM fotoğrafları Şekil 3-13'te gösterilmiştir. Bu şekil incelendiğinde

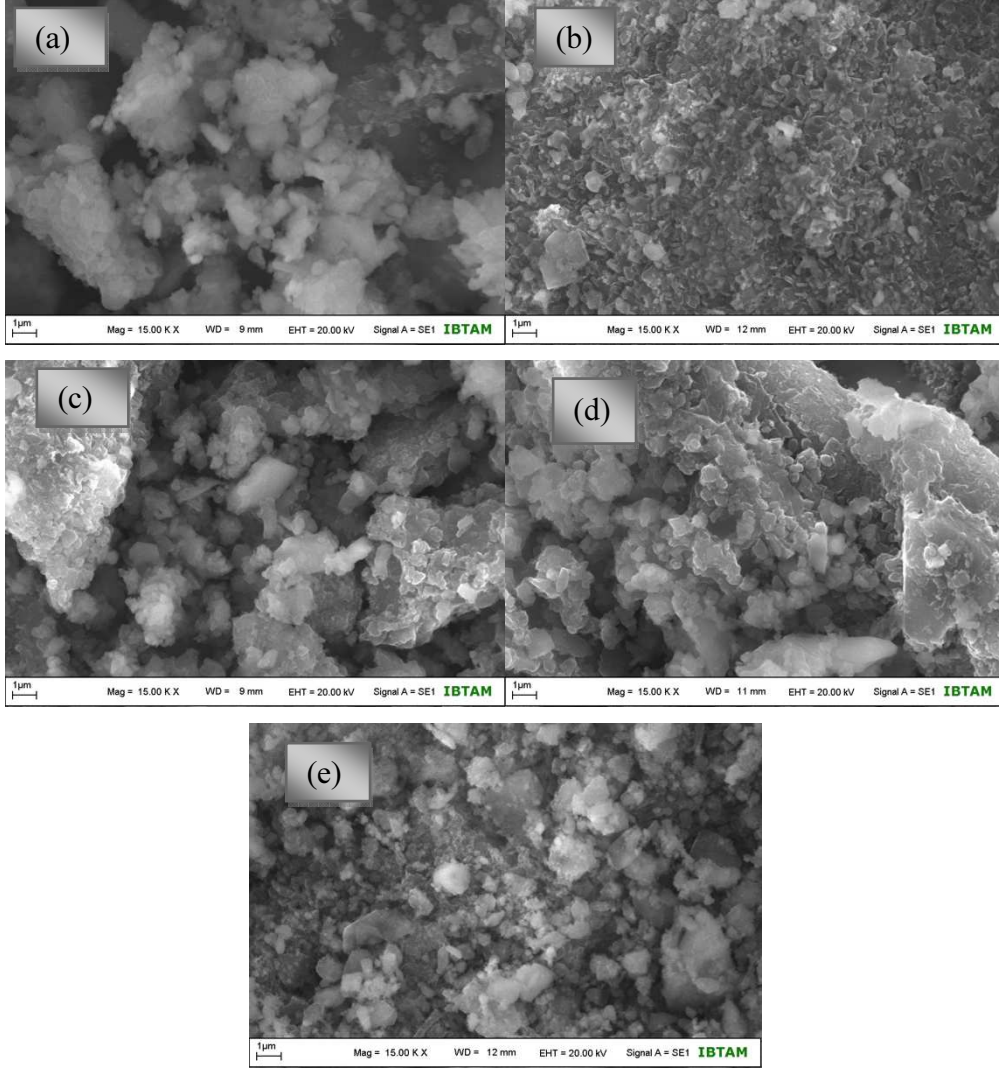


malzemelerin büyük çoğunluğunda küresel simetrik bir yapının mevcut olduğu görülmüştür. Bununla birlikte tüm numunelerde katkı miktarı arttıkça tanelerin küçüldüğü ve topaklanmanın var olduğu saptanmıştır.  $x=0.01$  SiC katkılı yapı çok büyük değişikliğe uğramış ve porozitenin azalarak daha yoğun bir yapının görüldüğü tespit edilmiştir.  $x=0.04$  SiC katkılı numunede katkı oranı arttıkça yapının değiştiği fakat  $x=0.10$  SiC katkılı numunenin yüzeyinin morfolojisinin tamamen farklı olduğu görülmüştür. Bunun sebebi ise SiC katkısı arttıkça numunenin genel erime sıcaklığı yükselmektedir ve aynı oluşum sıcaklığının bu malzeme için yeterli olmadığı gözlenmektedir. M-T ve M-H eğrilerinde de görüleceği üzere en iyi kristalite dağılımı  $x=0.04$  SiC katkılı numunede saptanmıştır.



**Şekil 3-14: İlk seri ve İkinci seri (a)saf, (b)% 4, (c)%8 ve(d)%10 C katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerin SEM fotoğrafları**

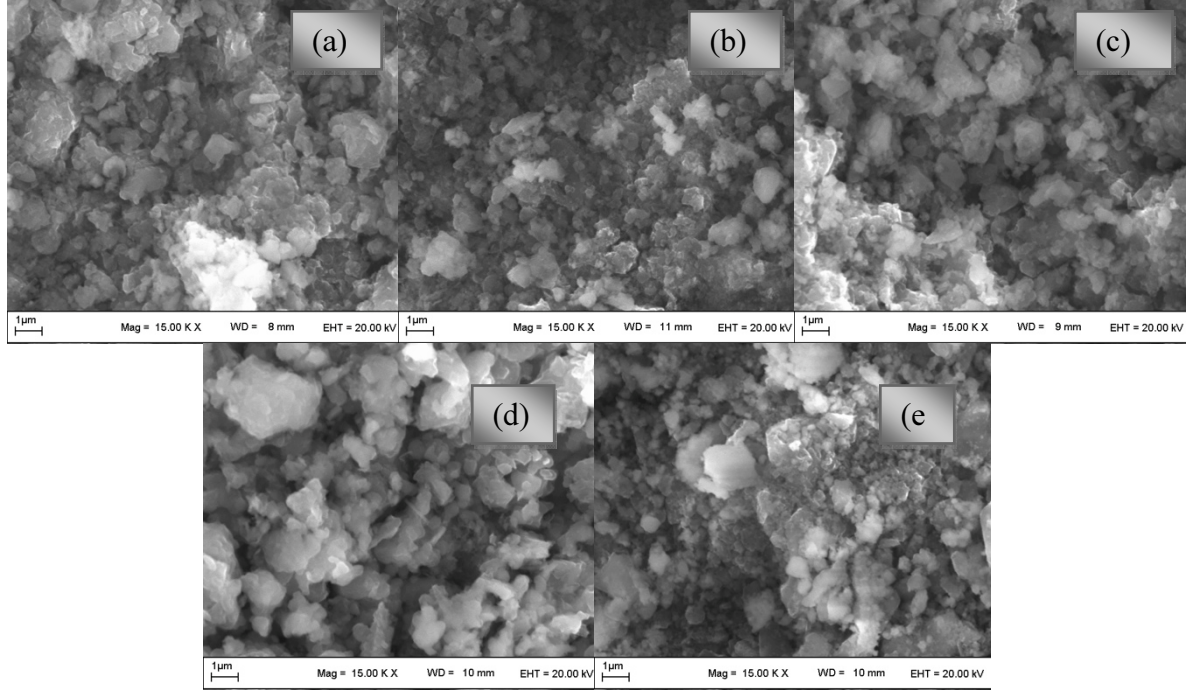
İkinci seride üretilen numunelerin SEM fotoğraflarına bakıldığında ise (Şekil 3-14); daha homojen bir yapının oluştuğu söylenebilir. Özellikle 5 saatlik karıştırma işleminin bu homojenlikte etkili olduğu düşünülmektedir. Topaklanma olayı neredeyse yok denecek durumdadır. Yapılan katkılamanın yapı içerisine düzgün olarak dağıldığı görülmektedir.



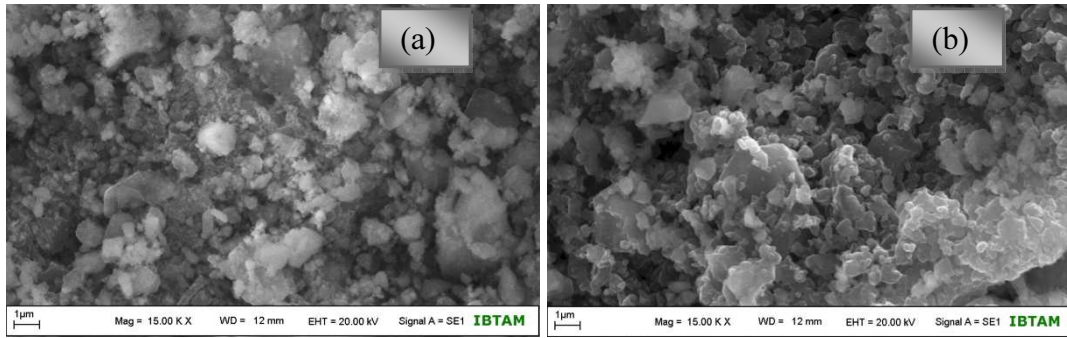
**Şekil 3-15: 15.00 KX büyütmedeki (a) BM2, (b) BM4, (c) BM6, (d) BM8 ve (e) BM10 numunelerinin SEM görüntüleri**

Şekil 3-15 - Şekil 3-21'de saf  $MgB_2$ , %2-4-6-8-10 mol  $C_6H_6$  (benzen),  $C_9H_{12}$  (Etiltoluen) ve  $C_7H_8$  (Toluen) katkılı Mg ve  $MgH_2$  kullanılarak üretilen numunelerin 15.00 KX, 20.00 KX ve 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir. Numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde  $MgB_2$ 'nin karakteristik tanecikli yapısının üretilen numunelerin hepsinde olduğu gözlenmiştir. Ayrıca oluşan yapının homojen olduğu gözlenmektedir. SEM görüntülerinden parçacık büyüklüğünün 1  $\mu m$ 'nin altında olduğu tahmin edilmektedir. Az miktarda da olsa gözenekli yapı dikkati çekmektedir. SiC ve C katkılarını ile karşılaştırıldığında topaklanmanın "agglomeration" daha az olduğu söylenebilir. Bu da  $MgB_2$  ana matriks içerisine doğrudan C katkılama yerine aromatik hidrokarbon yoluyla C katkılmasının daha iyi netice vereceği kanaatini desteklemektedir. Mg ve  $MgH_2$  başlangıç tozları ile üretilen katkılı numune serilerinin birbirinden farklı belirgin bir özellik göstermediği dikkati çekmektedir.  $MgH_2$  tozu ile hazırlanan katkılı numunelerin parçacık

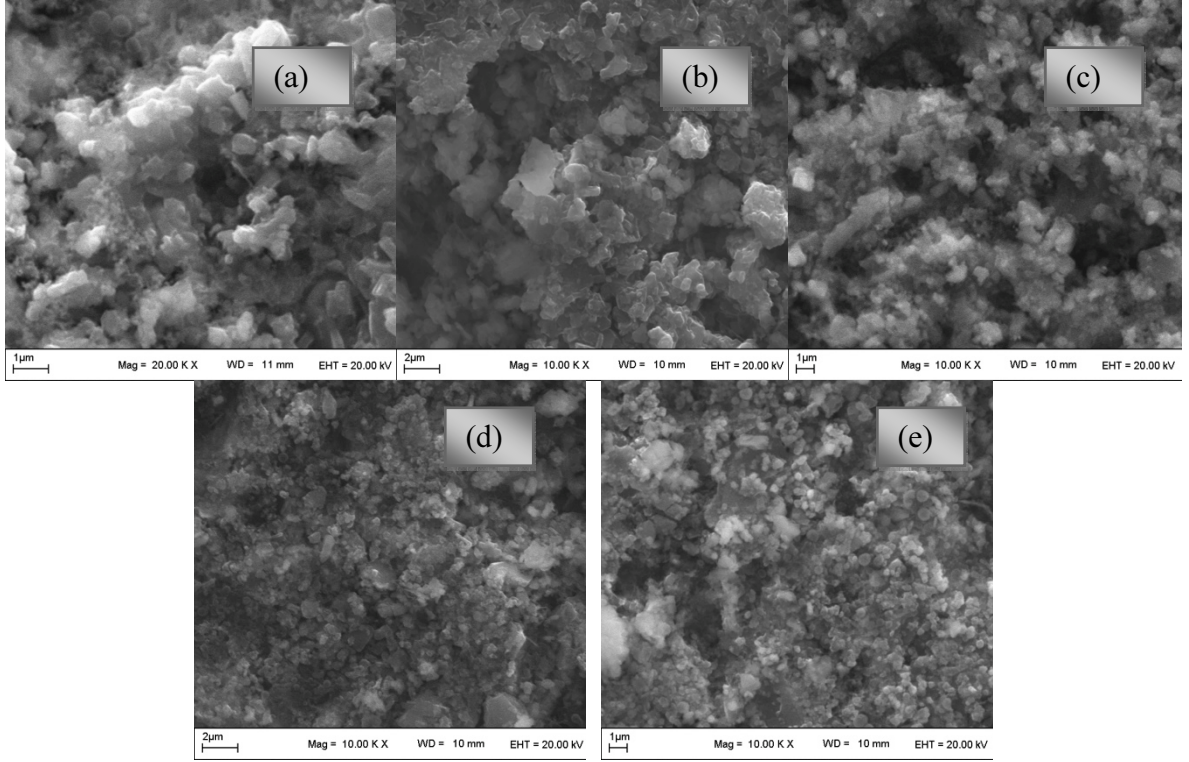
boyutlarının Mg tozu ile hazırlananlara göre daha büyük olduğu gözlenmiştir. MgH<sub>2</sub> tozu ile hazırlanan numunelerde tanecik boyutunun Mg tozu ile hazırlananlara göre daha büyük olması sonucunda MgH<sub>2</sub> tozu ile hazırlanan numunelerin kritik akım yoğunluğunun daha düşük olduğu gözlenmiştir.



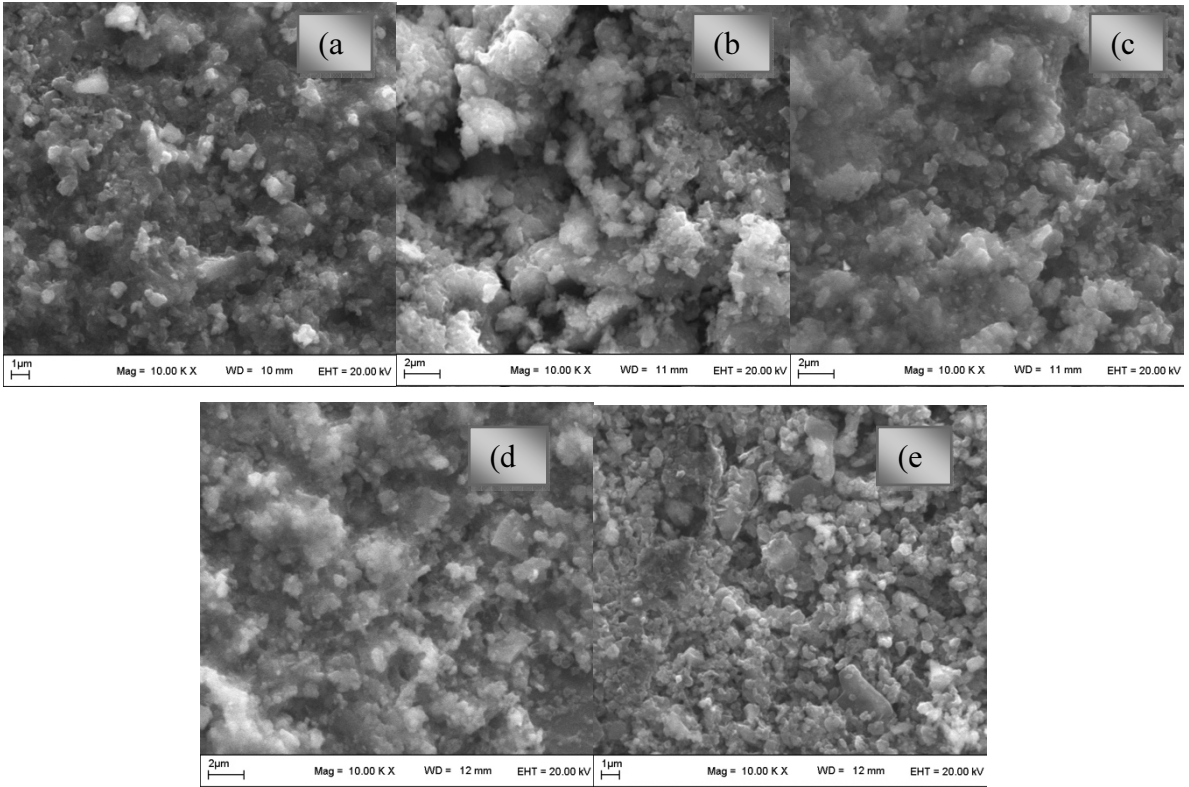
Şekil 3-16: 15.00 KX büyütmedeki (a) BH2, (b) BH4, (c) BH6, (d) BH8 ve (e) BH10 numunelerinin SEM görüntüleri



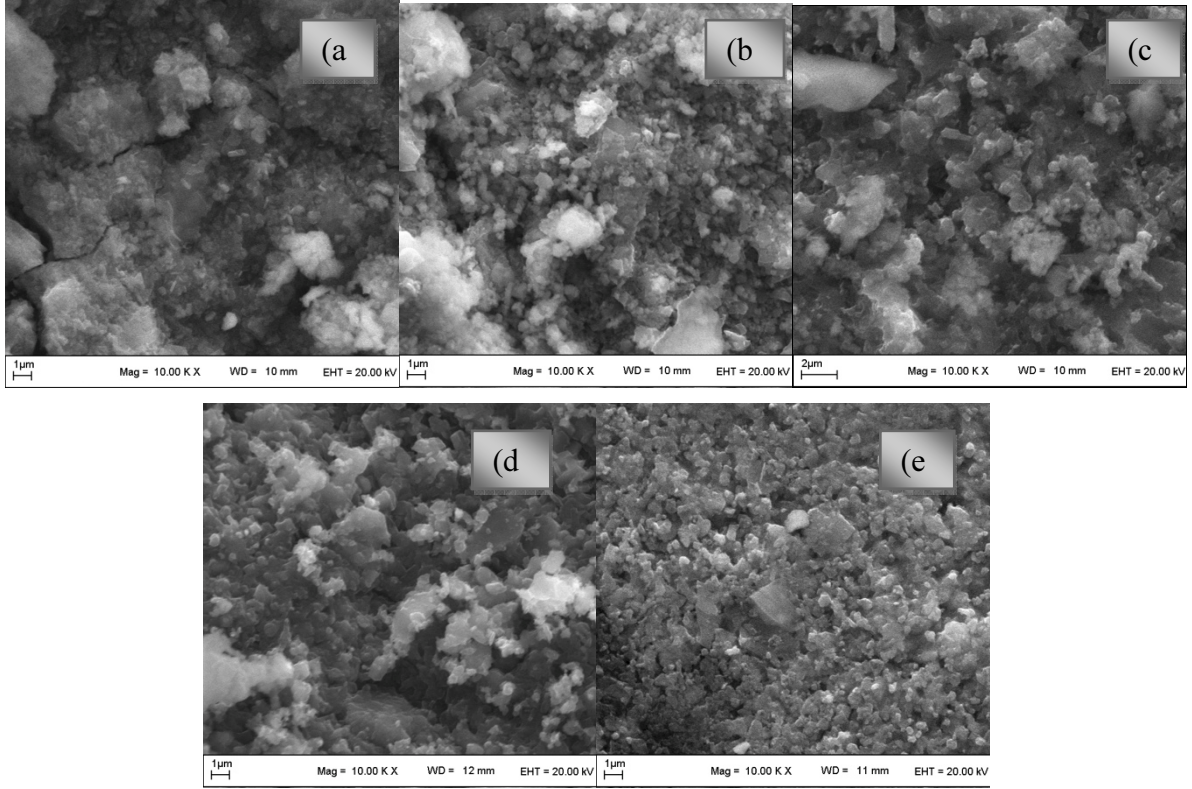
Şekil 3-17: (a) 5SH numunesinin 15.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü; (b) 7SM numunesinin 15.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü



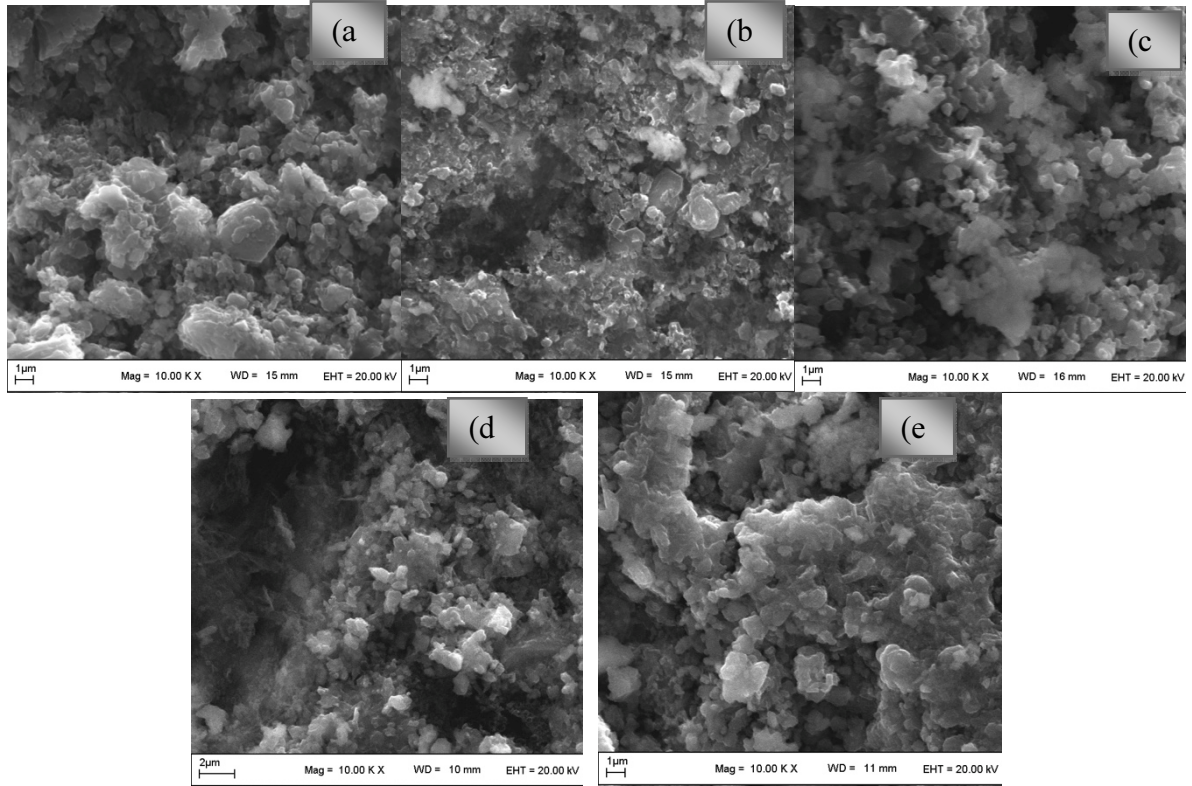
Şekil 3-18: (a) EM2 numunesinin 20.00 KX büyütmedeki SEM görüntüsü, (b) EM4, (c) EM6, (d) EM8 ve (e) EM10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri,



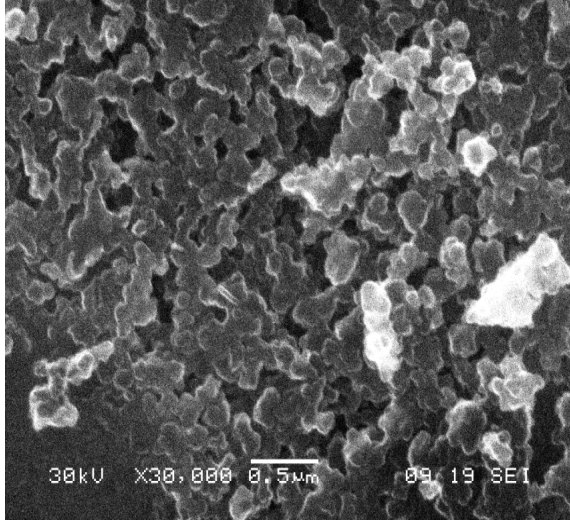
Şekil 3-19: (a) EH2, (b) EH4, (c) EH6, (d) EH8 ve (e) EH10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri



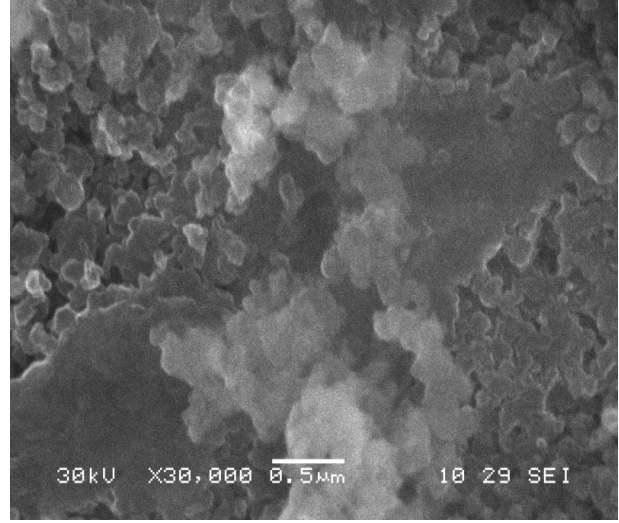
Şekil 3-20: (a) TM2, (b) TM4, (c) TM6, (d) TM8 ve (e) TM10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri



Şekil 3-21: (a) TH2, (b) TH4, (c) TH6, (d) TH8 ve (e) TH10 numunelerinin 10.00 KX büyütmedeki SEM görüntüleri



(a) Kuru karıştırma



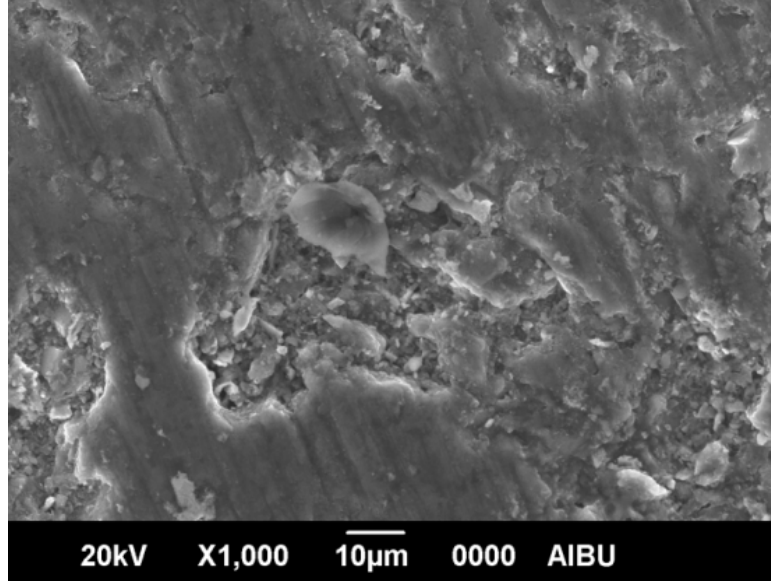
(b) Islak karıştırma

**Şekil 3-22: (a) Kuru ve (b) Islak karıştırma yöntemleriyle hazırlanan Tartaric Acid katkılı MgB<sub>2</sub> tellerin SEM görüntüleri.**

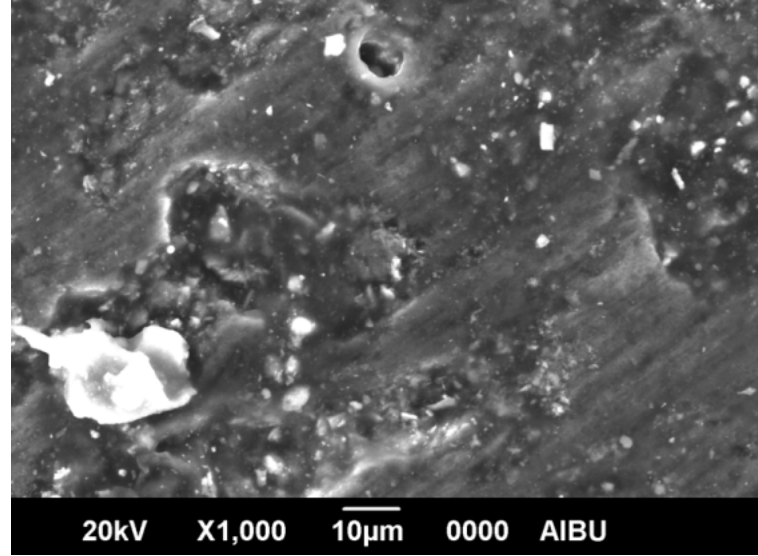
Şekil 3-22’de tartaric asit katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletken tellere ait SEM görüntüleri yer almaktadır. Her iki görüntünün birbirine benzer olduğu açıkça görülmektedir. Ancak kuru karıştırma işleminde topaklanma göze çarpmaktadır. Islak karıştırmada ise daha homojen bir yapı söz konusudur.

Üretilen aromatik hidrokarbon (benzen ve toluen) katkılı demir kılıflı MgB<sub>2</sub> tel numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri Şekil 3-23’te görülmektedir. Alınan SEM görüntülerine göre tozun yoğun bir yapı sergilediği gözlenmektedir. MgB<sub>2</sub> nin genel karakteristiği olan gözenekli yapılara rastlanmasına rağmen iyi bir yoğunluk ve az sayıda boşluk elde edilmiştir. İyi nitelikli MgB<sub>2</sub> toz üretiminde karşılaşılan önemli bir problem olan topaklanmaya bu numunelerde rastlanmamıştır. Daha önceki bölümlerde de anlatıldığı üzere aromatik hidrokarbon katkısının topaklanmayı azalttığı tel numunelerde de gözlenmiştir.

Benzen katkılı MgB<sub>2</sub> tel numune (1000x)



Toluen katkılı MgB<sub>2</sub> tel numune (1000x)

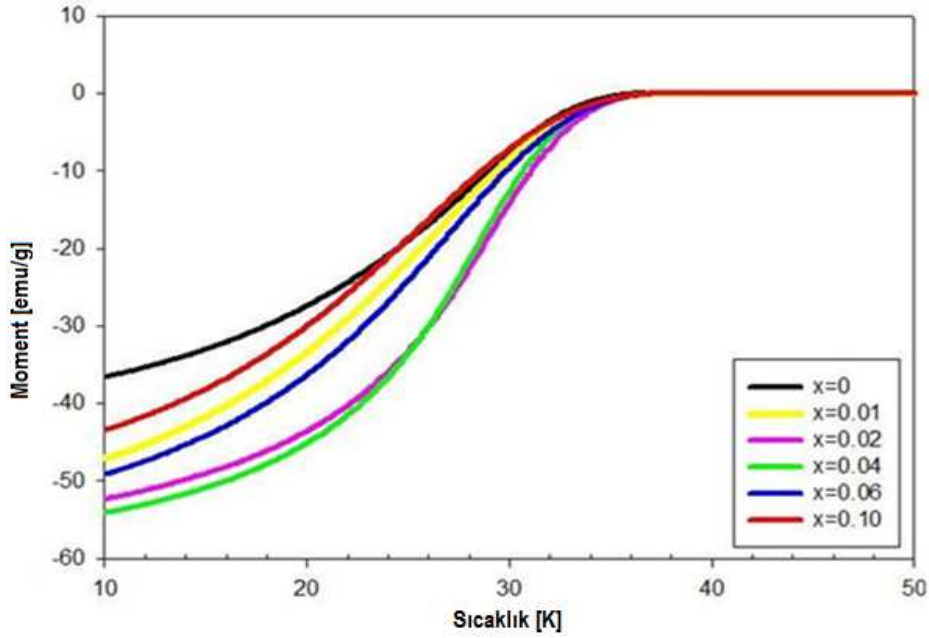


Şekil 3-23: Üretilen aromatik hidrokarbon (benzen ve toluen) katkılı demir kılıflı MgB<sub>2</sub> tel numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

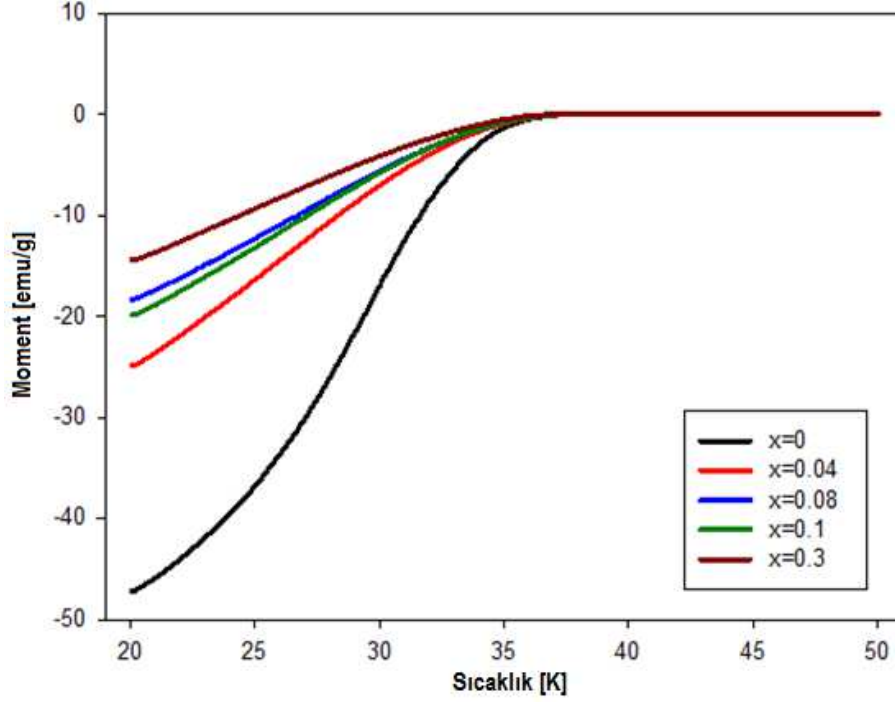


### 3.1.3. M-T Ölçümleri

Katkısız  $MgB_2$  ile SiC ve ilk seride üretilen C katkılı  $MgB_2$  örneklerinin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını hesaplamak için FC (*field cooling* - alan altında soğutma) rejiminde manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi ölçülmüştür (sırasıyla Şekil 3-24, Şekil 3-25). Elde edilen veriler kütleyle bölünerek normalize manyetizasyon değerleri (emu/g) elde edilmiş ve örnekler için; 0,1 T manyetik alan altında manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişimi ölçülmüştür. M-T eğrilerinde manyetik momentin hızlı değişmeye başladığı andaki sıcaklık değeri numunenin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığına ( $T_c$  başlangıç) karşılık gelmektedir. Bu sonuçlara göre süperiletken faza geçiş sıcaklığı veya diyamanyetizmaya geçiş sıcaklığı SiC katkılı numuneler için yaklaşık 38 K, C katkılı numuneler için ise 37 K olarak belirlenmiştir.



Şekil 3-24: Katkısız ve SiC katkılı  $MgB_2$  numunelerinin M-T eğrileri

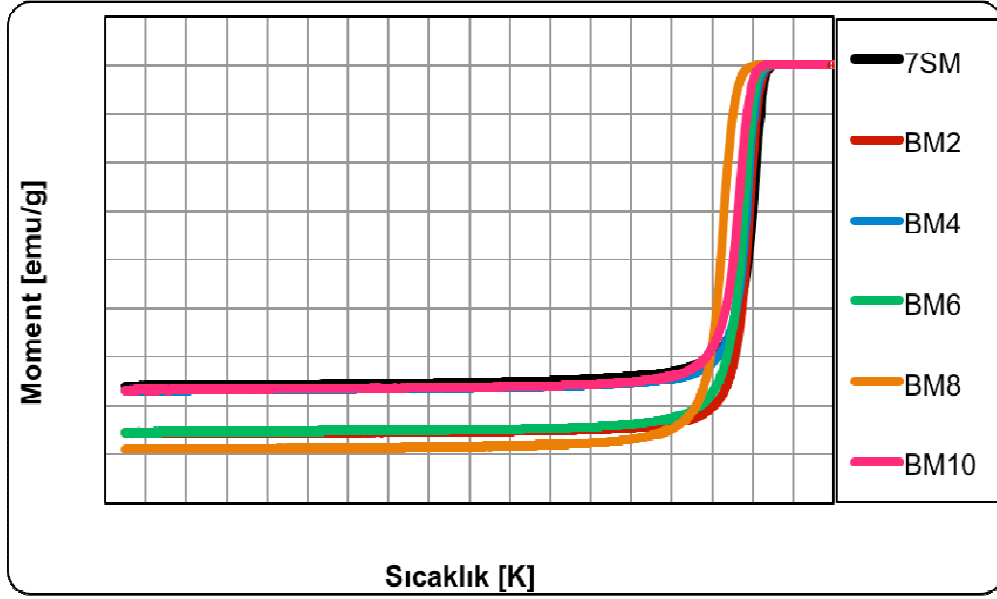


Şekil 3-25: Katkısız ve C katkılı  $MgB_2$  numunelerinin M-T eğrileri

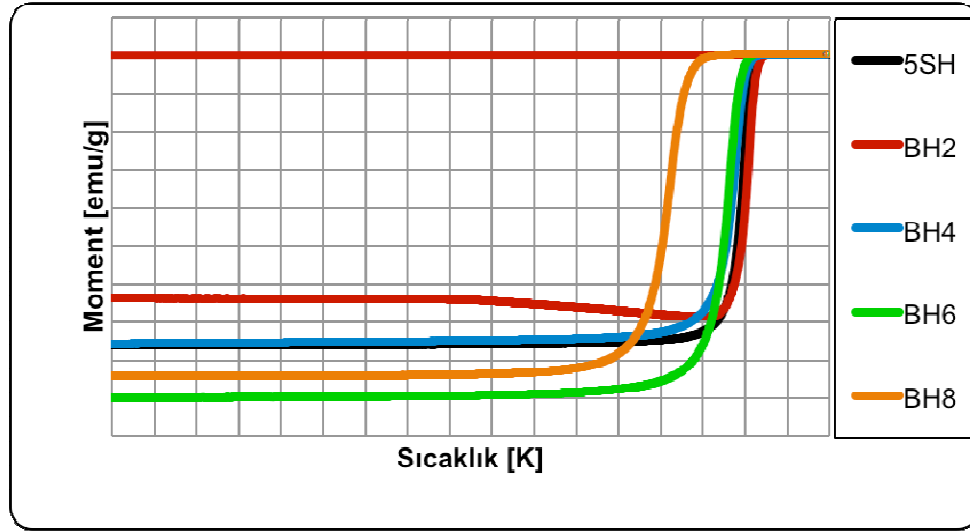
Elde edilen M-T eğrilerinde pozitif manyetizasyon değerleri tüm katkılmalarda kritik sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda sıfır iken, kritik sıcaklığın altındaki sıcaklıklarda ise negatif değer almıştır. Bu ise diyamanyetikliğin bir sonucudur. Şekil 3-24 ve Şekil 3-25'ten de görüldüğü üzere, katkılama miktarının artmasıyla  $T_c$  değerinde 1-2 K civarında azalma gözlenmiştir. Bu sonuç ise literatürdeki çalışmalarla uyum göstermektedir [*Gozzelino et al.2007, Shcherbakova et al.2007, Wang et al.2004*].

Benzen katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklığını hesaplamak ve uygulanan alanın geçiş sıcaklığına etkisini incelemek için manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi ölçülmüştür. Üretilen numunelerin kesim aşamasındaki sorunlar nedeniyle hepsi eşit hacimde olmadığından ölçüm sonucunda elde edilen veriler daha nicelikli bir karşılaştırma için kütleyle göre normalize edilerek oluşan manyetizasyon değerleri (emu/g) elde edilmiştir.

Şekil 3-26 ve Şekil 3-27'de Mg ve  $MgH_2$  tozu kullanılarak üretilen saf  $MgB_2$  ve % 2-4-6-8-10 mol  $C_6H_6$  katkılı numunelerin manyetizasyonlarının sıcaklığa bağlı değişimleri verilmektedir. Bu grafiklere göre üretilen numunelerin hemen hemen tamamında normal fazdan süperiletken faza geçişin keskin olduğu görülmektedir. M-T grafiklerinde geçişin keskin olması tanecikler arasındaki bağlantının güçlü ve ikincil fazların daha az olduğunu teyit etmektedir. Manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişiminden süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları belirlenmiştir. Bu değerler Tablo 3-2'de verilmiştir.



Şekil 3-26:  $MgB_2$  ve %2-4-6-8-10 mol  $C_6H_6$  katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi



Şekil 3-27:  $MgB_2$  ve %2-4-6-8 mol  $C_6H_6$  katkılı,  $MgH_2$  kullanılarak üretilen numunelerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlı değişimi

Tablo 3-2:  $C_6H_6$  katkılı numunelerin süperiletkenliğe geçiş sıcaklıkları

Numune Adı	7SM	5SH	BM2	BM4	BM6	BM8	BM10	BH2	2BH4	BH6	BH8
$T_c$ (K)	37	36,90	36,86	36,87	36,79	36,06	36,59	37,03	36,78	36,38	34,56

Yığın halde üretilen numunelerin süperiletkenliğe geçiş özelliğine baktığımızda mıknatıslanma miktarının farklılık gösterdiğini görmekteyiz. Sayısal değerlerdeki bu farklılık normal görülebilir.

Bunun üretim şartlarından ve parçacık boyutundaki farklılıktan kaynaklandığını değerlendirmekteyiz.

M-T grafikleri incelendiğinde katkılama miktarının artmasıyla süperiletkenliğe geçiş sıcaklıklarında çok belirgin sistematik bir değişiklik olmamakla beraber süperiletkenliğe geçiş sıcaklığında bir azalma olduğu ve M-T eğrilerinin sola doğru kaydığı görülmektedir. Bu gözlem, sonuçların literatür ile uyum içerisinde olduğunu göstermektedir [Yanmaz vd., 2009].

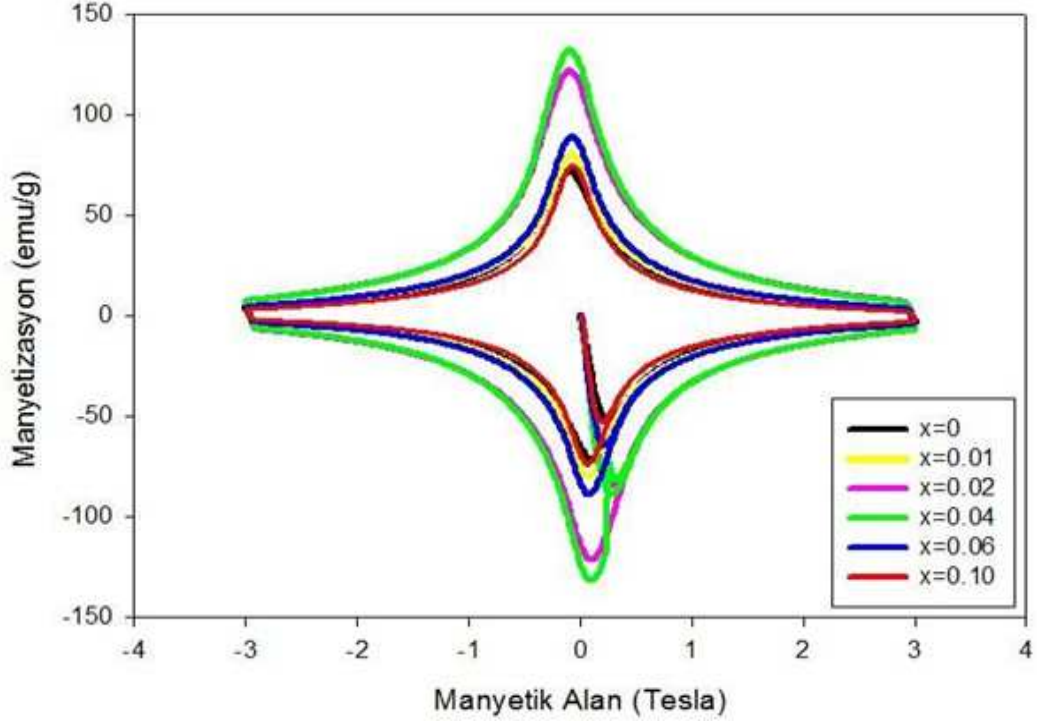
BH10 adlı numunenin M-H histerizis eğrisinde süperiletken özellik göstermediği belirlenmiştir. Bu nedenle bu numuneye ait hesaplamalar yapılmamıştır.

Benzen katkılama serisi içinde 0,1 T manyetik alan altında en yüksek geçiş sıcaklığı BH2 numunesine ait olup 37,03 K olarak belirlenmiştir.

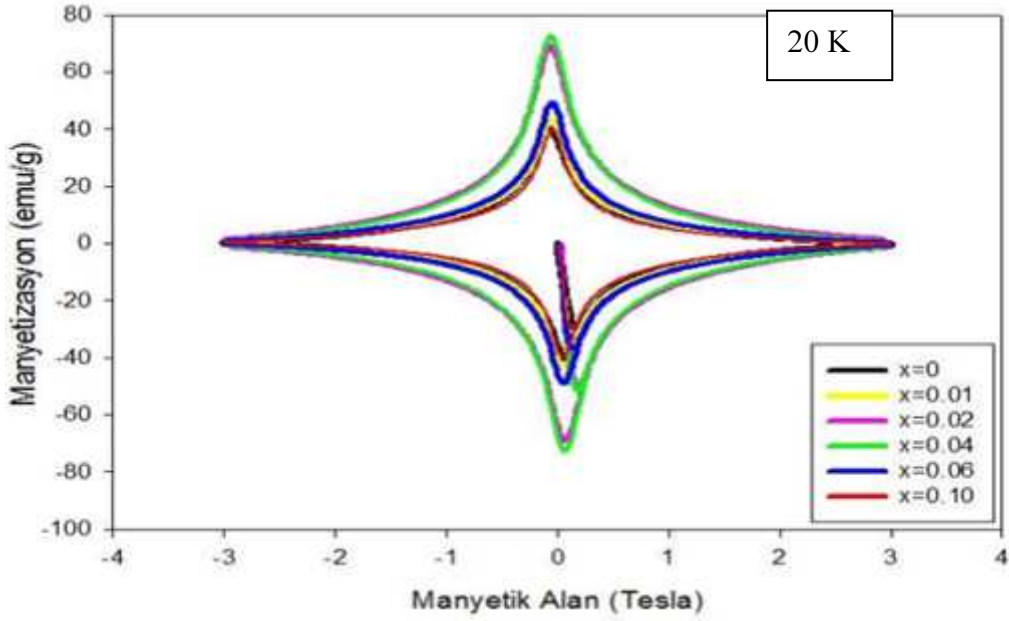
Saf olarak üretilen 7SM ve 5SH numunelerinin geçiş sıcaklığı ise 37 K civarı olup bu değer literatürde elde edilen 39 K değerinden küçüktür [Akimitsu vd., 2001].

#### **3.1.4. M-H Ölçümleri**

Katkısız ve SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri Şekil 3-28'de gösterilmiştir. Üretilen numunelerin M-H eğrilerinde görüldüğü gibi katkı oranının  $x=0.04$  SiC değerine kadar genişleme gösterdiği ve bu oranın üzerinde tekrar daraldığı açıkça gözlemlenmiştir. Ayrıca literatürde SiC'ün en uygun katkılama oranının  $x=0.05$  civarında olduğu belirtilmiştir [Vajpayee et al. 2008].  $x=0.02$  SiC katkılı numune ile  $x=0.06$  SiC katkılı numune için karşılık gelen M-H eğrileri arasında çok fazla bir değişimin olmadığı; fakat  $x=0.06$  SiC katkılı numune ve  $x=0.10$  SiC katkılı numunelere ait M-H eğrilerinin keskin bir şekilde daraldığı Şekil 3-28'de görülmektedir. Burada önemli bir sonuç ise,  $x=0.06$  katkı oranından daha büyük katkılamaların M-H eğrilerinin katkısız numunenin M-H eğrisi mertebesinde olduğu saptanmıştır. Bu da bize,  $x=0.10$  SiC katkısına kadar katkılamanın yapılabileceğini işaret etmektedir. Burada, katkı oranının verilen değerlerden daha fazla olması halinde, elde edilecek M-H eğrisinin katkısız örneğin M-H eğrisinden daha dar olacağı düşünülmektedir. Ayrıca  $x=0.01$  SiC katkılı numuneye ait eğrinin katkısız numunenin eğrisine çok benzediği bununla birlikte, yapıyı çok fazla etkilemediği anlaşılmıştır.



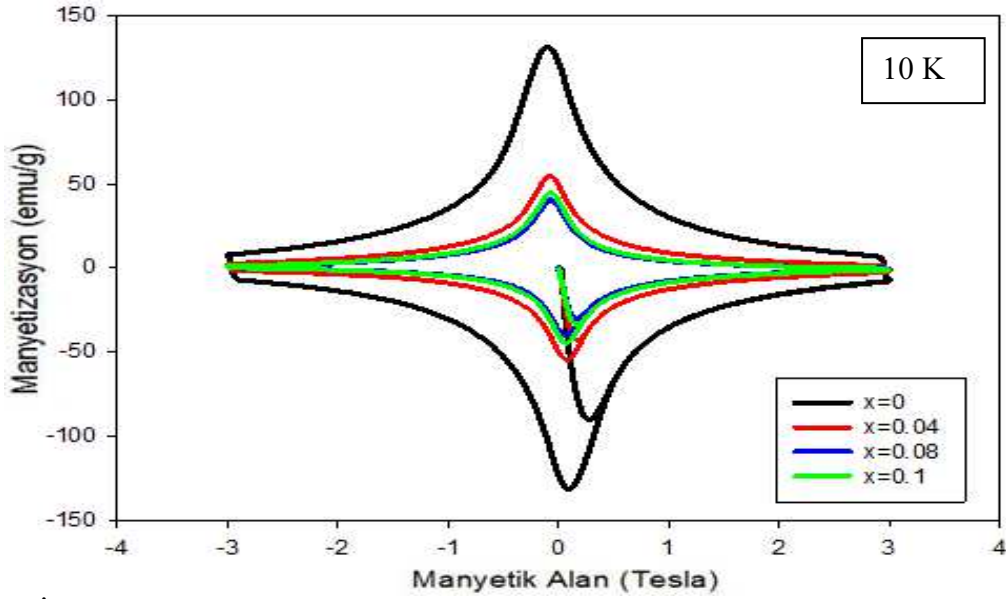
Şekil 3-28: Katkısız ve SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri



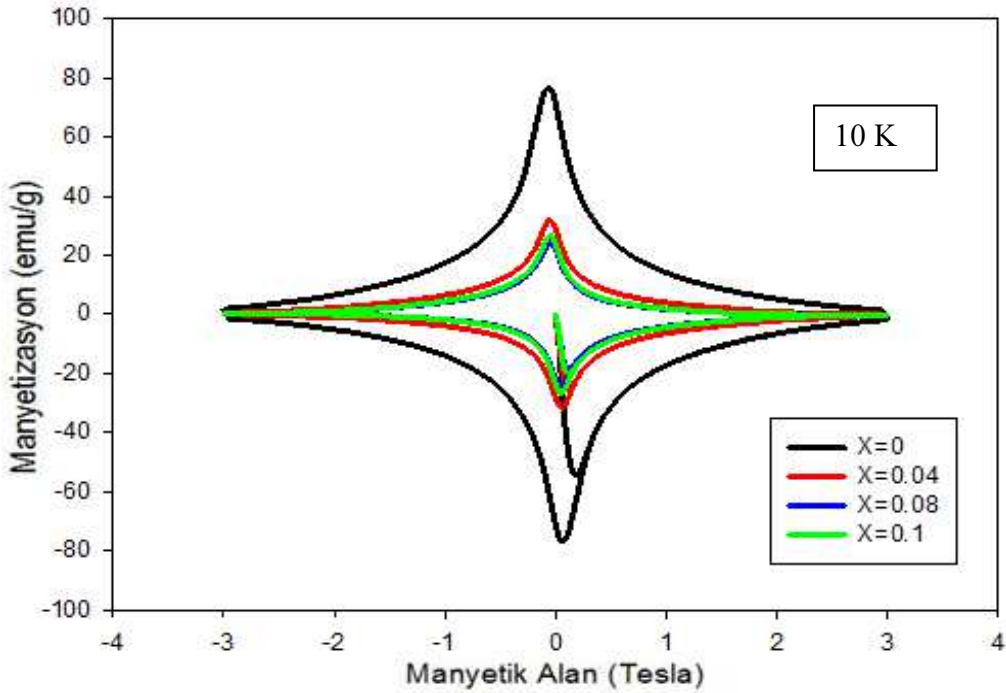
Şekil 3-29: Katkısız ve SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin 20 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri

Şekil 3-29'da ise katkısız ve SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerinin 20 K sıcaklığında alınan M-H eğrileri gösterilmektedir. Benzer davranışlar 20 K de ölçülen örneklerde görülmektedir. 20 K deki M-H eğrilerinin daha dar, şeklinin daha farklı ve akı zıplaması olayının olmadığı görülmüştür. Bunun sebebi ise geçiş sıcaklığına yakın sıcaklıklarda numune içinde bulunan süperiletken olmayan fazların etkili olduğu ve perçinleme merkezi olarak görev yapmadığı

tahmin edilmektedir. Bunlara bağılı olarak örneğin kritik akım yoğunluğunun daha düşük olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 3-30: İlk seri numuneler için katkısız ve C katkılı MgB<sub>2</sub> malzemelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri



Şekil 3-31: İlk seri numuneler için katkısız ve C katkılı MgB<sub>2</sub> malzemelerinin 10 K sıcaklıkta alınan M-H eğrileri

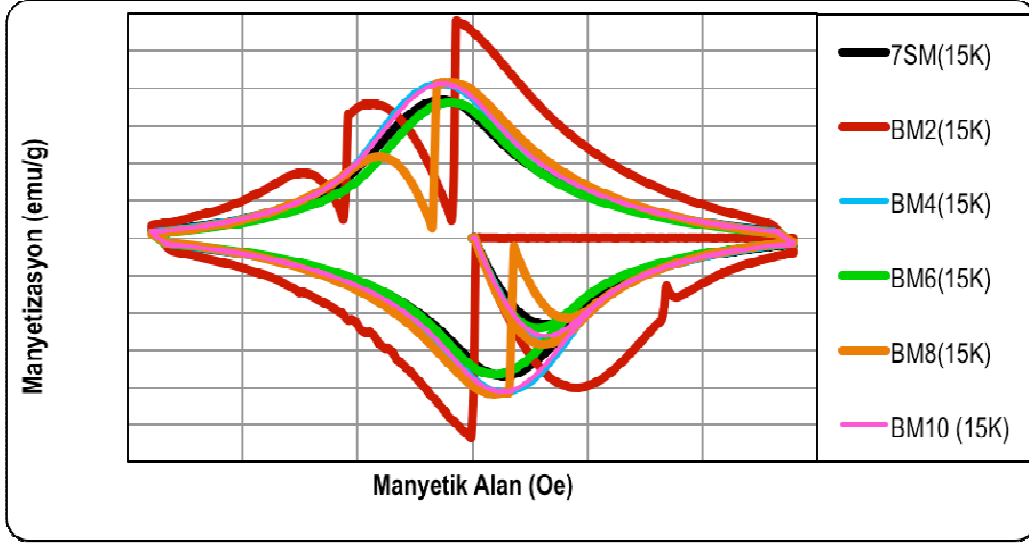
İlk seride üretilen C katkılı numunelerin M-H eğrileri Şekil 3-30 ve Şekil 3-31'de verilmektedir. İlk seride üretilen C katkılı numunelerin M-H eğrilerinde x=0.1 C katkı değere kadar eğride bir daralma ve bu oranın üzerinde malzemenin doyuma ulaştığı gözlenmiştir. Ayrıca literatürde C'un en uygun katkılama şeklinin bilyeli değirmen

kullanılarak yapılan ögütmelemler sonucu olduđu bilinmektedir. Elde edilen M-H eđrileri, Paranthaman'ın 2001 yılında yaptıđı C katkısının yol açtıđı sonucu desteklemektedir. O alıřmada da üretim bilyeli deđirmen olmaksızın yapılmıřtır.  $x=0.08$  ve  $x=0.1$  eđrilerinin bizim alıřmamızda da birbirine ok yakın olduđu řekil 3-31'de grlmektedir.

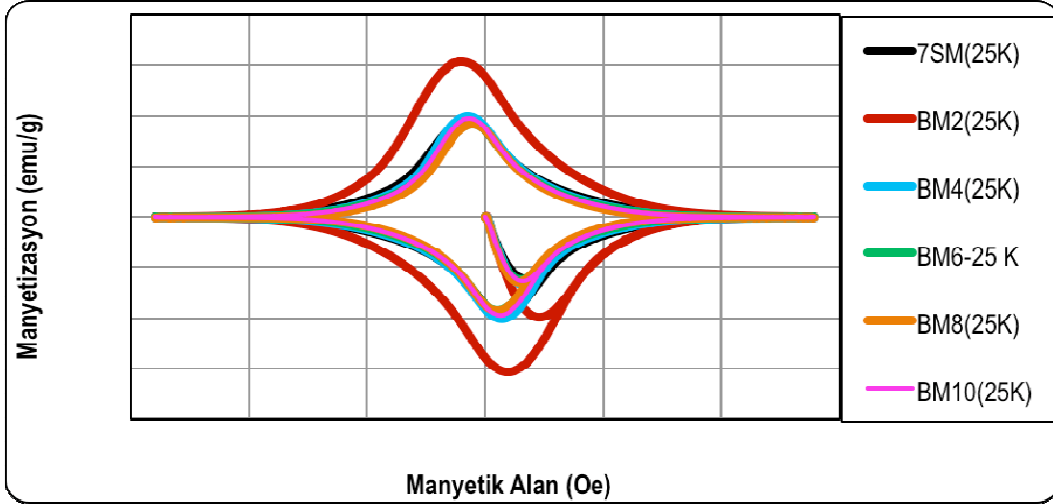
Benzer davranıřlar 20 K de llen rneklerde de grlmektedir. 20 K deki M-H eđrilerinin daha dar, ama řeklinin daha farklı olmadıđı grlmřtr. Bunun sebebi ise yine geiř sıcaklıđına yakın sıcaklıklarda numune iinde bulunan speriletken olmayan fazların etkili olduđu ve perinleme merkezi olarak grev yapmadıđı tahmin edilmektedir. Bunlara bađlı olarak rneđin kritik akım yođunluđunun daha dřk olduđu anlařılmaktadır. Ayrıca genel olarak yapılan katkılamların perinleme merkezi olmak yerine, speriletkenlik zellikleri bozucu ynde davrandıđı dřnlmektedir. Bu biraz da C znrlđnn dřk ve yeteri kadar homojen bir karıřımın yapılamamasına da bađlanabilir.

řekil 3-32 - řekil 3-37'de Mg ve MgH<sub>2</sub> tozu ile farklı oranlarda benzen ve etiltoluen katkılarak hazırlanan numunelere ait M-H grafikleri gsterilmiřtir. lmler 0-3 T alan aralıđında 15 K ve 25 K'de iki farklı sıcaklık deđerinde yapılmıřtır. Manyetizasyon deđiřimi alanın bir fonksiyonu olarak elde edilmiřtir. M-H eđrileri incelendiđinde sıcaklıđın 15 K'den 25 K'e arttırılmasıyla eđrilerin geniřliđinde azalma olduđu grlmektedir. Bu beklenen bir sonutur. nk sıcaklık arttıđı (kritik geiř sıcaklıđına yaklařtıđı) kritik akım yođunluđu azalmaktadır.

řekil 3-32'de 15 K'de akı sıraması (akı heyelanı) olduđundan dolayı kritik akım yođunluđunda da sıramalar grlmektedir. Bir speriletkende akı izgilerinin bireysel ya da toplu hareketi numuneye istenmeyen diren kazandırarak kritik akım yođunluđunun azalmasına sebebiyet verdiđi bilinmektedir. Akı zıplaması olayının sebebinin manyetik alan kararsızlıđından ileri geldiđi bilinmektedir. Ayrıca bir rneđin kritik akım yođunluđu yksek ve manyetik alanın sprme hızını da yksek seersek, manyetik kararsızlık meydana gelecek, bunun sonucu olarak da yerel veya tam akı zıplaması gerekleřecektir. [Yanmaz et al, 2008]. Bilindiđi zere akı zıplaması manyetik alanın sprme hızına bađlı olup, ok hızlı sprme hızı olması durumunda ise dřk sıcaklıklarda mutlaka akı zıplaması olayı oluřmaktadır. Dřk sprme hızı iin ise akı zıplaması olayı ortadan kalkmaktadır. Ayrıca akı zıplaması olayı, perinleme merkezlerine de bađlıdır. Perinleme merkezlerinin sayısı arttıđı akı zıplaması olma olasılıđı ykselmektedir.



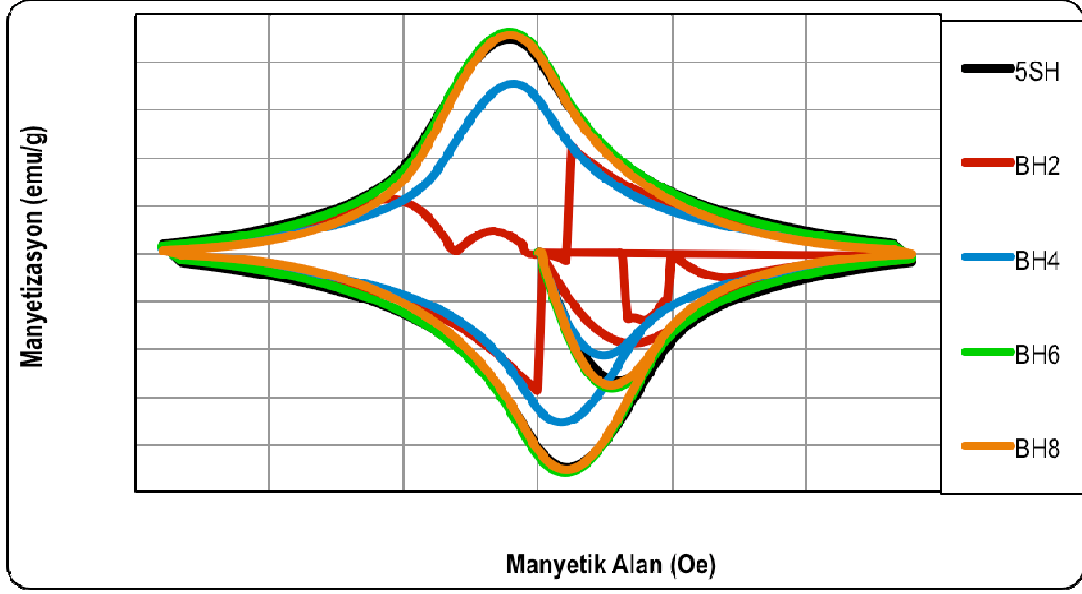
Şekil 3-32: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de manyetizasyonun alana bağlı değişimi



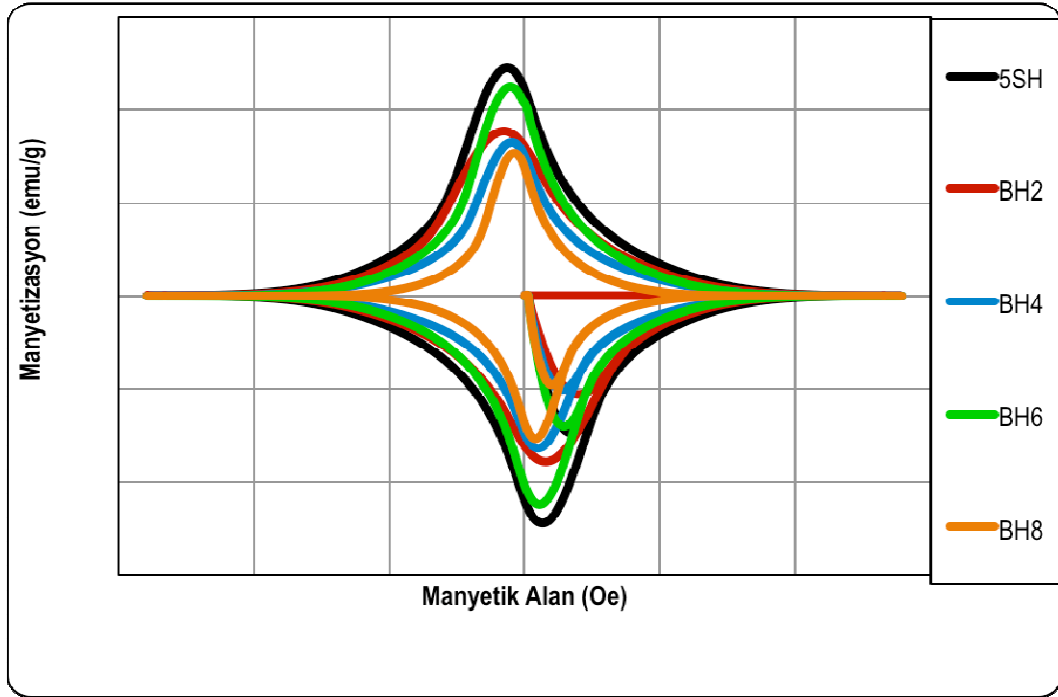
Şekil 3-33: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de manyetizasyonun alana bağlı değişimi

Şekil 3-32 ve Şekil 3-33'de Mg tozu ile farklı oranlarda benzen katkılayarak hazırlanan numunelere ait M-H grafikleri gösterilmiştir. Şekil 3-33'te BM-7SM serisinin M-H eğrilerinde katkılama miktarı %2 mol olan numune için  $\Delta M$  genişliğinin maksimum olduğunu görmekteyiz. % 2 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılama ile 0 T alanda ve 15 K sıcaklıkta kritik akım yoğunluğu  $1,81 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup> olup maksimum değerdedir.





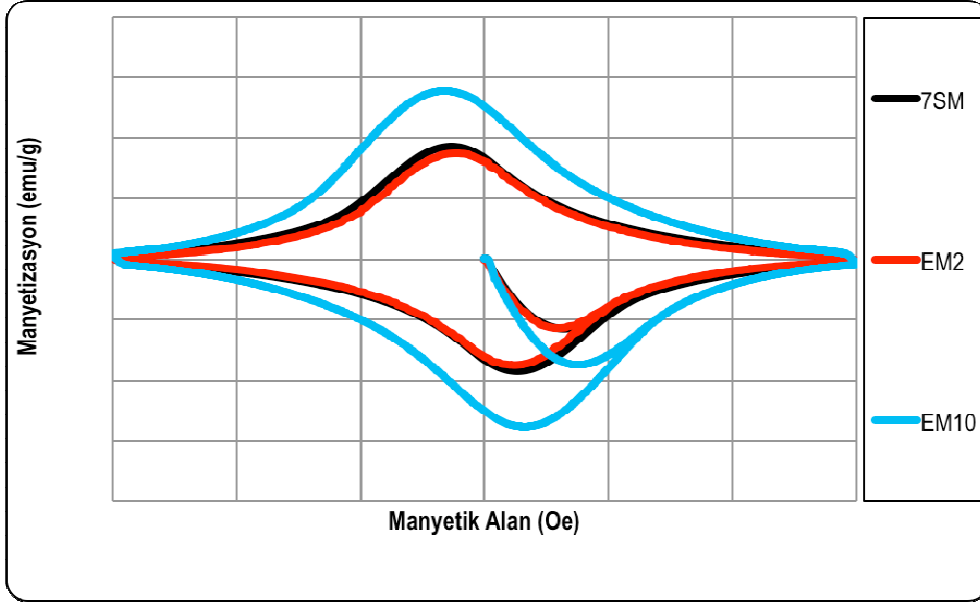
Şekil 3-34: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, MgH<sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de manyetizasyonun alana bağlı değişimi



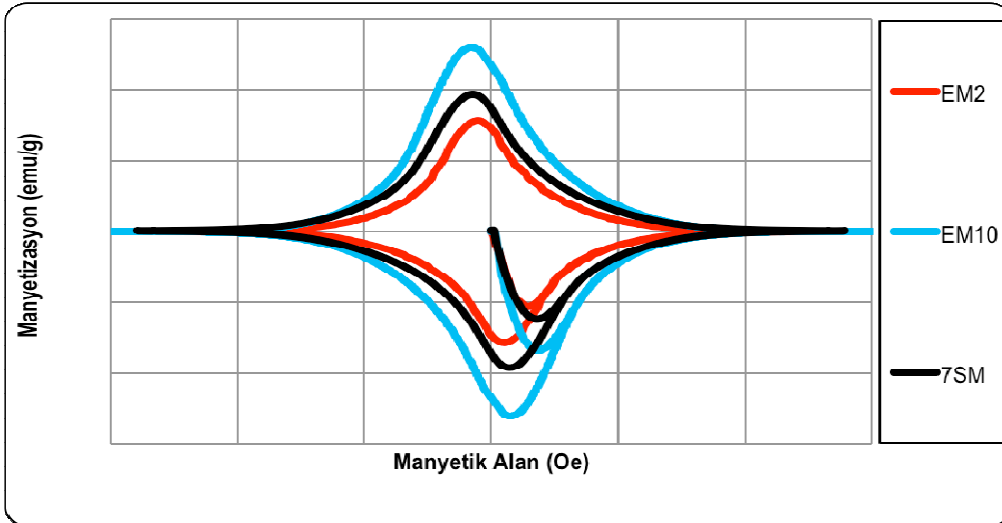
Şekil 3-35: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, MgH<sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de manyetizasyonun alana bağlı değişimi

Şekil 3-34 ve Şekil 3-35'de M-H eğrisinin % 6 mol katkı miktarında  $\Delta M$  genişliğinin maksimum ve birbirlerine yakın değerlerde olduğunu görmekteyiz. % 6 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı ile 0 T alanda 15 K sıcaklıkta kritik akım yoğunluğu  $1.30 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup>'dir. Geleneksel katkı yöntemleri ile elde edilen sonuçlardan % 20'lik bir artışla daha iyi bir sonuç vermektedir [Yanmaz vd., 2009].

Şekil 3-36 ve Şekil 3-37’de Mg tozu ile %2 ve %10 mol etiltoluen katkılayarak hazırlanan numunelere ait M-H grafikleri gösterilmiştir. M-H eğrisinin % 10 mol katkılama miktarında  $\Delta M$  genişliğinin maksimum olduğunu görmekteyiz. % 10 mol  $C_9H_{12}$  katkılama ile 0 T alanda 15 K sıcaklığında kritik akım yoğunluğu  $1,44 \times 10^6 A/cm^2$ ’dir.



Şekil 3-36:  $MgB_2$  ve %2 ve %10 mol  $C_9H_{12}$  katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K’de manyetizasyonun alana bağlı değişimi



Şekil 3-37:  $MgB_2$  ve %2 ve %10 mol  $C_9H_{12}$  katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K’de manyetizasyonun alana bağlı değişimi

### 3.1.5. Kritik Akım Yoğunluğunun Belirlenmesi

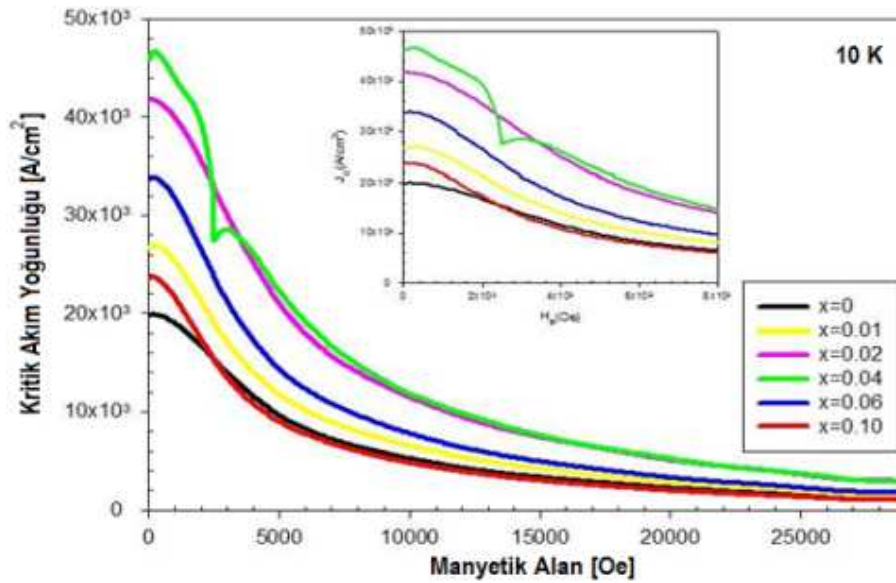
MgB<sub>2</sub> numunelerinin kritik akım yoğunlukları ( $J_c$ ) manyetizasyon ölçümlerinden hesaplanmıştır. Bunun için M-H histerisiz ilmeğinde manyetik alan artırılırken ve azaltılırken numunelerin sahip olduğu M+ pozitif ve M- negatif manyetizasyon değerleri kullanılmıştır.

Numunelerin kritik akım yoğunluğu genişletilmiş Bean modelinden yararlanılarak hesaplanmıştır [Bean, 1962]. Çubuk şeklindeki bir numune için manyetik kritik akım yoğunluğu (3.1) bağıntısından hesaplanır;

$$j_c = 20 \frac{\Delta M}{a \left(1 - \frac{a}{3b}\right) V} \quad (3.1)$$

$\Delta M$ ; M-H histerisiz ilmeğinin genişliği olup  $\Delta M = M^+ - M^-$  bağıntısı kullanılarak hesaplanır. a ve b ise numunenin boyutu (cm) olup manyetik alana dik ve  $a < b$  olacak şekildedir. V ise numunenin hacmi olup  $a \times b \times c$  (cm<sup>3</sup>) olarak alınır.

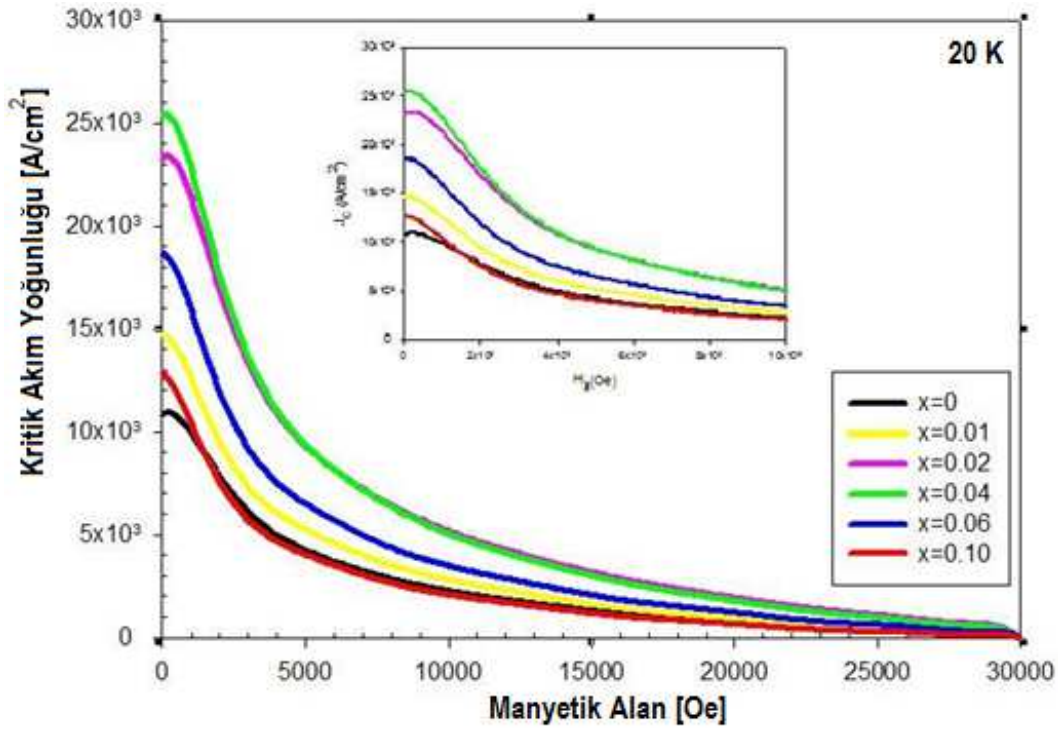
Mühendislik uygulamaları için, numunelerin transport kritik akım yoğunlukları önem taşımaktadır. Literatürdeki benzer çalışmalara göre bu hesaplanan değerler deneysel olarak ölçülen değerlerden daha yüksek sonuçlar verdiği görülmektedir. Burada dikkat çekmek istediğimiz nokta ise, hesaplanan kritik akım değerlerinin yüksek olduğu gözönünde bulundurulmalıdır.



Şekil 3-38: Üretilen katkısız ve SiC katkılı numunelerin 10 K'deki M-H eğrilerinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları

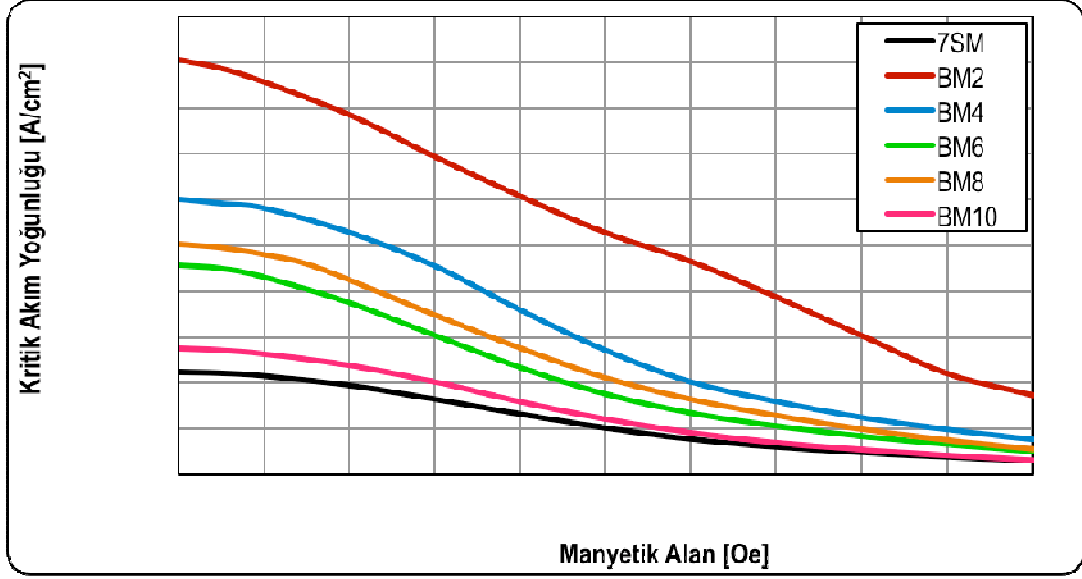
Üretilen SiC katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerin hesaplanan kritik akım yoğunlukları Şekil 3-38 ve Şekil 3-39’ da verilmiştir.

Kathal tepkime yöntemiyle üretilen numunelerin Şekil 3-39’da gösterilen  $J_c$ - $H_a$  değişimine bakıldığında  $J_c$ ’nin yüksek alan mertebesinde daha hızlı düşüş gösterdiği, düşük alan bölgesinde ise hemen hemen değişmediği görülmüştür. 20 K değerinin, geçiş sıcaklığına daha yakın olmasından dolayı kritik akım yoğunluğunun bu sıcaklıktan çok fazla etkilendiği eğrilerden anlaşılmaktadır.

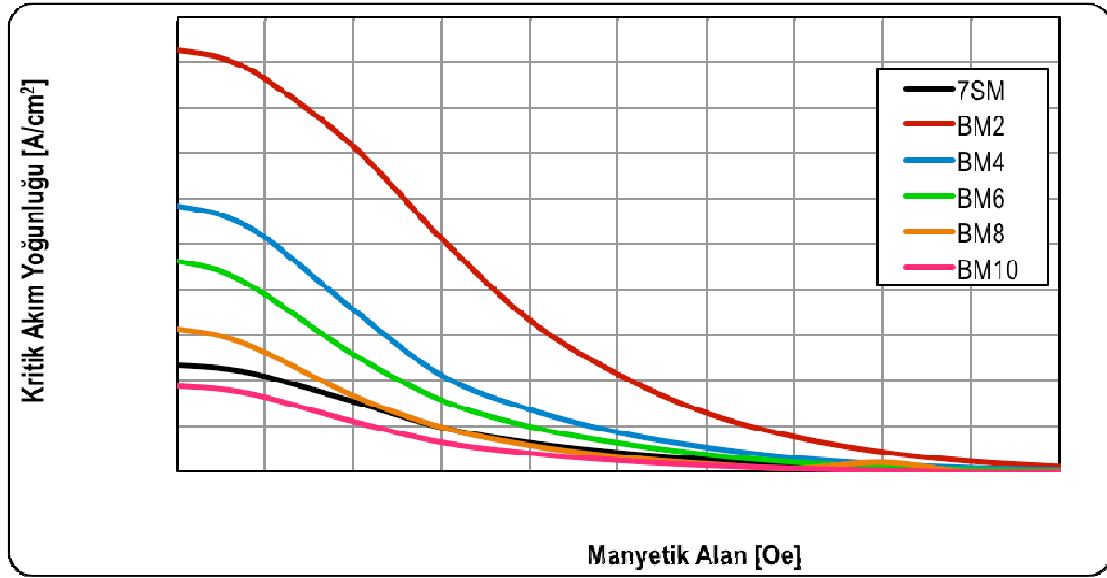


Şekil 3-39: Üretilen katkısız ve SiC katkılı numunelerin 20 K’deki M-H eğrilerinden hesaplanan kritik akım yoğunlukları

Üretilen aromatik hidrokarbon katkılı MgB<sub>2</sub> numunelerin hesaplanan kritik akım yoğunlukları Şekil 3-40 ve Şekil 3-41’ de verilmiştir. Numunelerin 15 K ve 25 K’de alan yokken hesaplanan kritik akım yoğunlukları Tablo 3-3 ve Tablo 3-4’de verilmiştir. Buna göre 15 K’deki kritik akım yoğunlukları 25 K’de olanlara göre daha yüksektir. Sıcaklık arttıkça hesaplanan kritik akım yoğunluklarının düştüğünü görülmektedir. Bu da zaten beklenen bir durumdur.



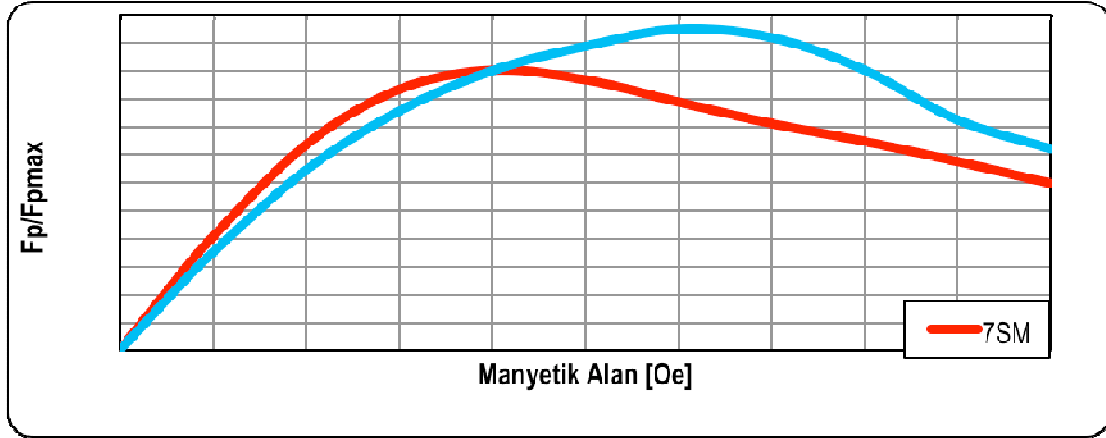
Şekil 3-40: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi



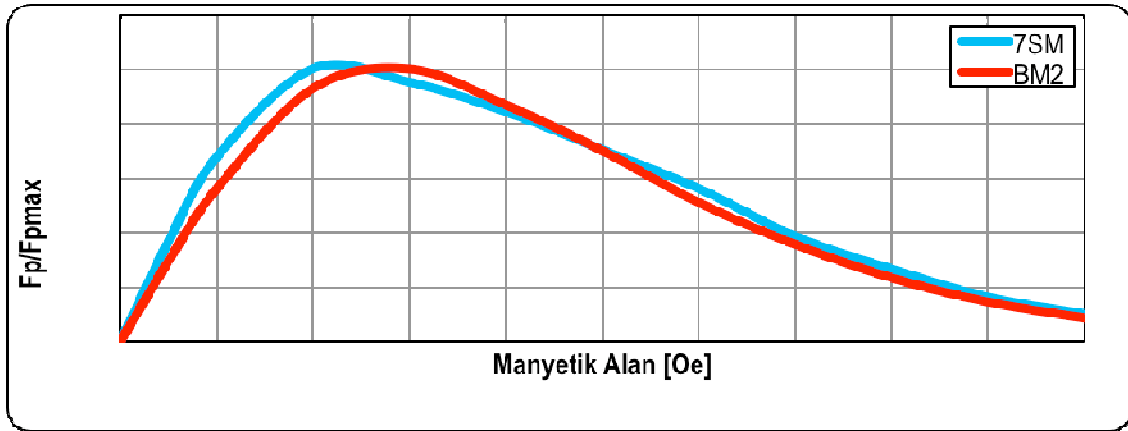
Şekil 3-41: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi

Şekil 3-40 ve Şekil 3-41'deki grafikler, Şekil 3-32 ve Şekil 3-33'teki M-H grafikleri ile birlikte değerlendirildiğinde % 2 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılama için tutarlı bir durum vardır. Diğer katkılamalar için ise birbirine yakın oldukları görülmektedir. Numunelerin eşit hacimlerde olmaması bu aradaki farklılığın sebebi olarak düşünülmektedir. % 2 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılama için 0 T alanda ve 15 K sıcaklıkta kritik akım yoğunluğu  $1,81 \times 10^6$  A/cm<sup>2</sup> olup maksimum değerdedir.

Mg tozu kullanılarak hazırlanan saf ve %2 C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılı numunelere ait perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı 15 K ve 25 K için perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı Şekil 3-42 ve Şekil 3-43’de gösterilmiştir. Bu sonuçlar kritik akım yoğunluğunun alana bağlı grafiklerini desteklemektedir. Perçinlenme kuvveti “ $F_p=JxB$ ” ile hesaplanmıştır. Daha sonra maksimum perçinlenme kuvvetine bölünerek normalize edilmiştir.

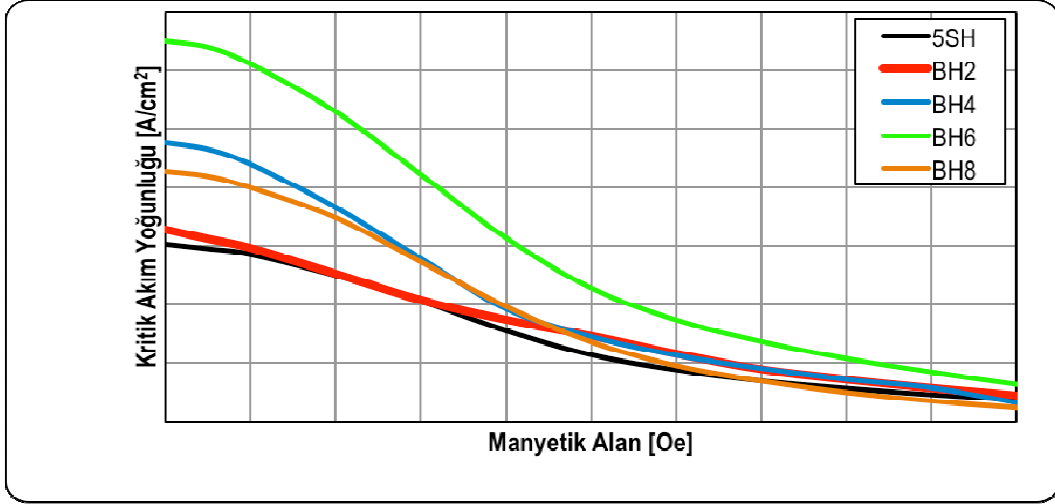


Şekil 3-42: Mg ile hazırlanan saf ve %2 katkılı numunelerin 15 K’deki perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı

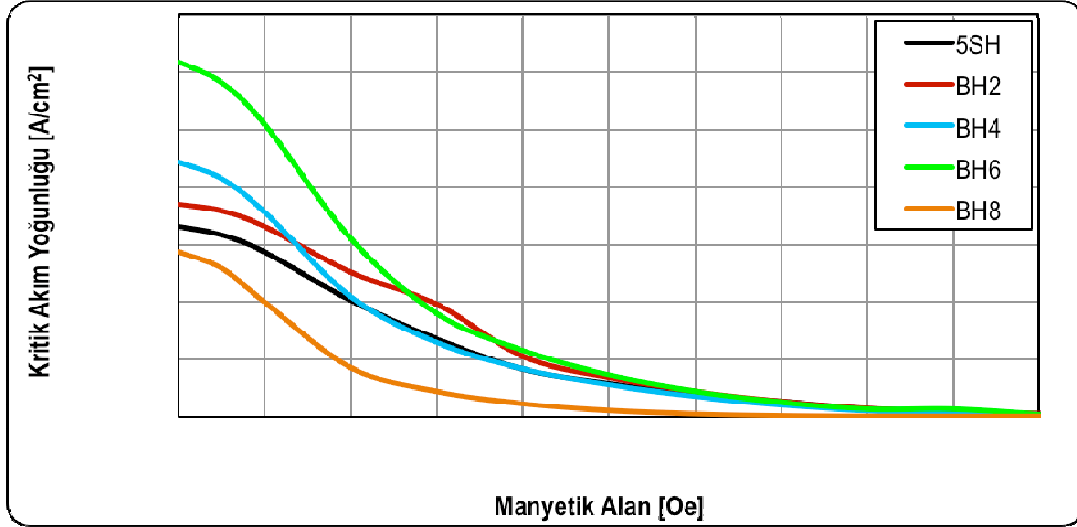


Şekil 3-43: Mg ile hazırlanan saf ve %2 katkılı numunelerin 25 K’deki perçinlenme kuvveti hacminin alan bağımlılığı

$B > 1$  T alanda 15 K’de Mg+%2 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılı numune için perçinleme kuvveti hacmi saf numuneye göre daha yüksektir.  $B > 0,5$  T alanda 20 K’de Mg + % 2 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkılı numune için perçinleme kuvveti hacmi saf numuneye göre daha yüksektir. Bu sonuçlar C ile B’un yer değiştirerek ve parçacıkların nanokarbon içererek perçinlenme merkezleri oluşturduğunu desteklemektedir.



Şekil 3-44:  $MgB_2$  ve %4-6-8-10 mol  $C_6H_6$  katkı,  $MgH_2$  kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi



Şekil 3-45:  $MgB_2$  ve %2-4-6-8 mol  $C_6H_6$  katkı,  $MgH_2$  kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi

Şekil 3-44 ve Şekil 3-45'deki grafiklerin Şekil 3-34 ve Şekil 3-36'daki M-H grafikleri ile birlikte değerlendirildiklerinde % 6 mol  $C_6H_6$  katkılama için tutarlı bir durum olduğunu görmekteyiz. M-H grafiklerinde katkısız numune ile benzerlik göstermesine rağmen kritik akım yoğunlukları aynı benzerliği sergilememektedir. Numunelerin geometrilerindeki farklılığın buna neden olabileceğini değerlendirmekteyiz. % 6 mol  $C_6H_6$  katkılama ile 0 T alanda 15 K sıcaklıkta kritik akım yoğunluğu  $1.30 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$ 'dir.

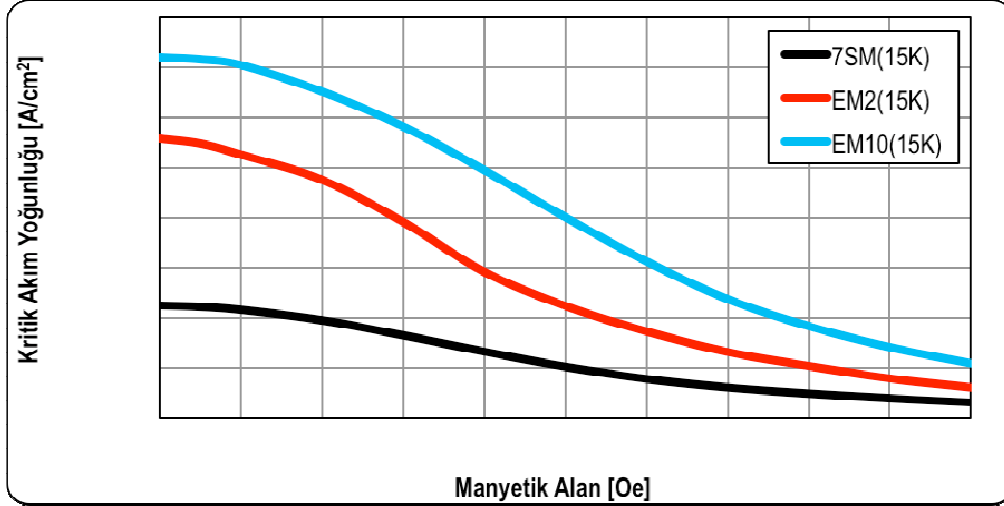
**Tablo 3-3: MgB<sub>2</sub> ve %2-4-6-8-10 mol C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> katkı, Mg ve MgH<sub>2</sub> kullanılarak üretilen numunelerin 15 K ve 25 K'de, 0 T manyetik alan altında hesaplanan kritik akım yoğunluğu değerleri**

Numunenin Adı	0 Tesla, 15 K de J <sub>c</sub> [A/cm <sup>2</sup> ]	0 Tesla, 25 K de J <sub>c</sub> [A/cm <sup>2</sup> ]
7SM	0,45x10 <sup>6</sup>	0,23x10 <sup>6</sup>
5SH	1,05x10 <sup>6</sup>	0,32x10 <sup>6</sup>
BM2	1,81x10 <sup>6</sup>	0,92x10 <sup>6</sup>
BM4	1,20x10 <sup>6</sup>	0,58 x10 <sup>6</sup>
BM6	0,91x10 <sup>6</sup>	0,46 x10 <sup>6</sup>
BM8	1,01x10 <sup>6</sup>	0,31 x10 <sup>6</sup>
BM10	0,55x10 <sup>6</sup>	0,18 x10 <sup>6</sup>
BH2	0,65x10 <sup>6</sup>	0,36 x10 <sup>6</sup>
BH4	0,95x10 <sup>6</sup>	0,44 x10 <sup>6</sup>
BH6	1,30x10 <sup>6</sup>	0,61 x10 <sup>6</sup>
BH8	0,85x10 <sup>6</sup>	0,28 x10 <sup>6</sup>

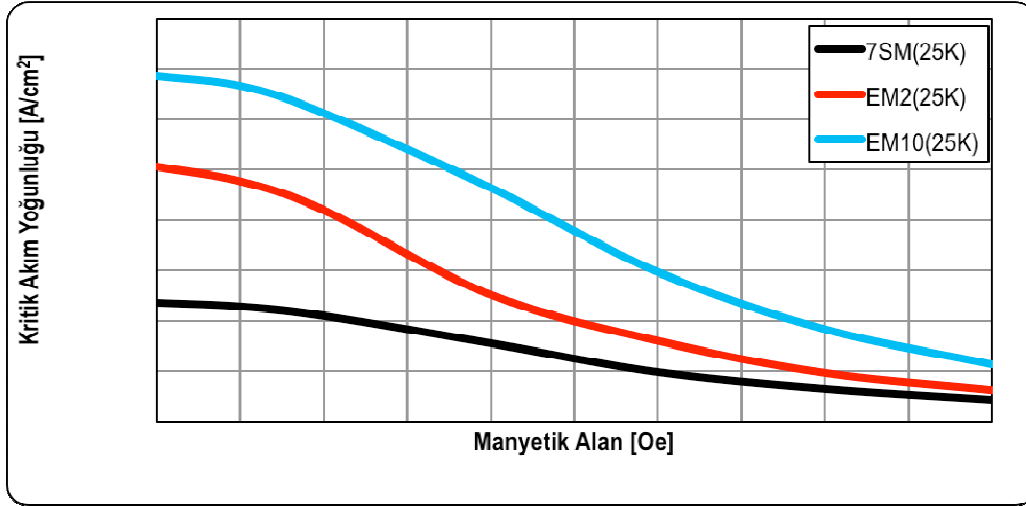
Tablo 3-3'de bulunan değerler ile literatürde tel ve şerit için elde edilen değerler karşılaştırıldığında bu tozlar kullanılarak hazırlanacak olan teller ümit vaat etmektedir [Yamada vd., 2007(b) ve Jiang vd., 2008].

Şekil 3-46 ve Şekil 3-47'de Mg tozu ile %2 ve %10 mol etiltoluen katkılayarak hazırlanan numunelere ait J<sub>c</sub>-B grafikleri gösterilmiştir. Şekil 3-46 ve Şekil 3-47'de grafikler, Şekil 3-37 ve Şekil 3-38'deki M-H grafikleri ile birlikte değerlendirildiğinde aralarında tutarlı bir durum olduğu görülmektedir. Yine bu grafiklerde katkılama miktarı arttıkça kritik akım yoğunluğunun arttığını görmekteyiz. % 10 mol C<sub>6</sub>H<sub>12</sub> katkılama ile 0 T alanda 15 K sıcaklığında kritik akım yoğunluğu 1,44 x 10<sup>6</sup> A/cm<sup>2</sup>'dir.





Şekil 3-46:  $MgB_2$  ve %2-10 mol  $C_9H_{12}$  katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi



Şekil 3-47:  $MgB_2$  ve %2-10 mol  $C_9H_{12}$  katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 25 K'de hesaplanan kritik akım yoğunluğunun alana bağlı değişimi

Tablo 3-4:  $MgB_2$  ve %2-10 mol  $C_9H_{12}$  katkılı, Mg kullanılarak üretilen numunelerin 15 K ve 25 K'de, 0 T manyetik alan altında hesaplanan kritik akım yoğunluğu değerleri

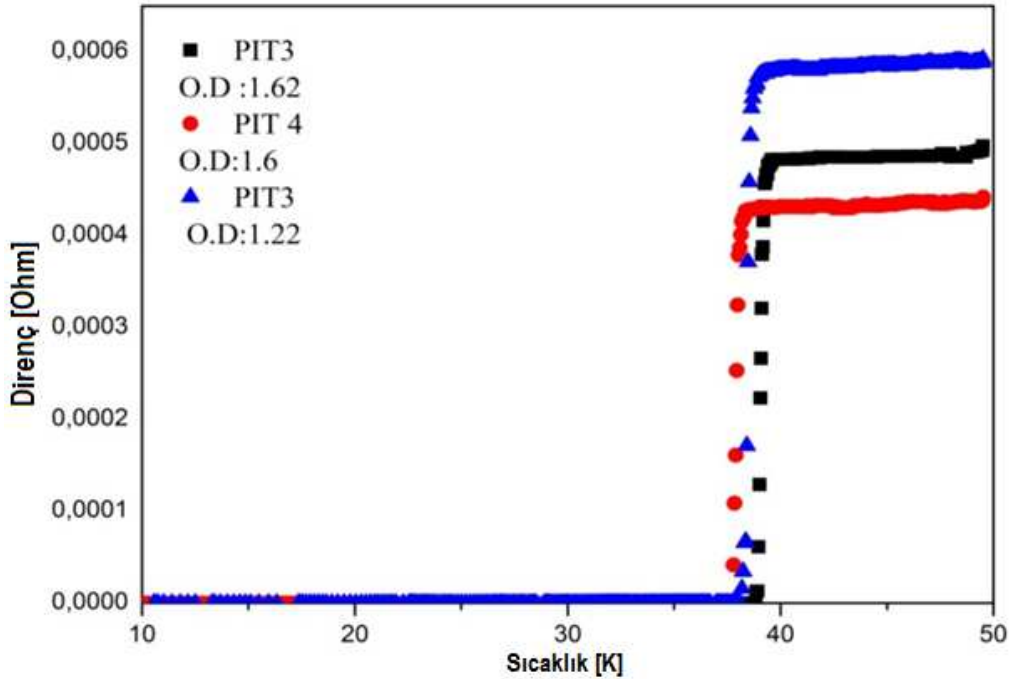
Numunenin Adı	0 Tesla, 15 K'de $J_c$ [ $A/cm^2$ ]	0 Tesla, 25 K'de $J_c$ [ $A/cm^2$ ]
7SM	$0,45 \times 10^6$	$0,23 \times 10^6$
EM2	$1,11 \times 10^6$	$0,50 \times 10^6$
EM10	$1,44 \times 10^6$	$0,68 \times 10^6$

### 3.1.6. R-T Ölçümleri

#### 3.1.6.1. Saf MgB<sub>2</sub>/Fe tel

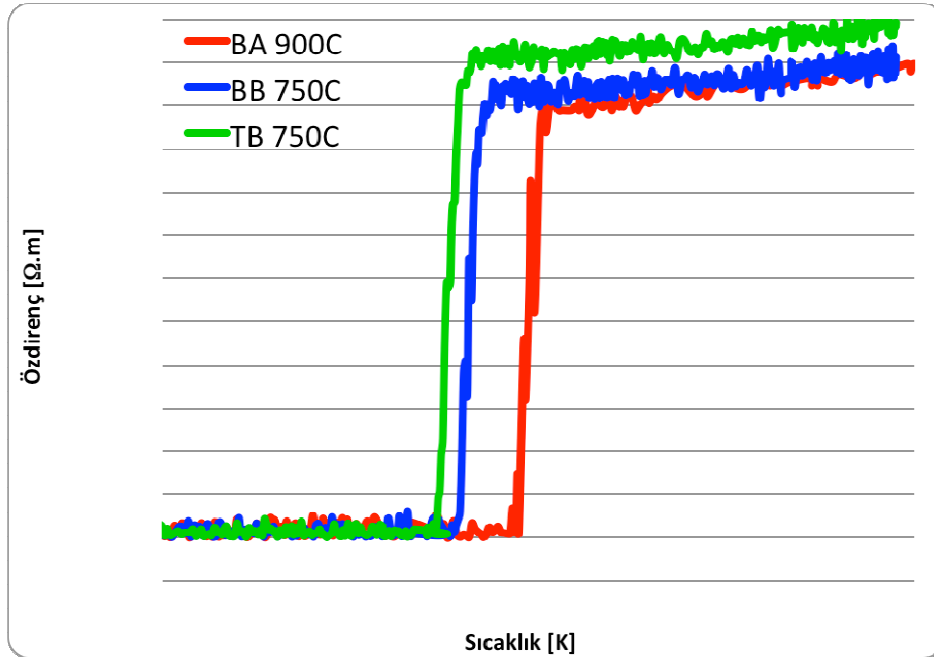
İlk olarak demir kılıf kullanılarak saf MgB<sub>2</sub> tel üretimi gerçekleştirilmiştir. 8 mm dış çapa sahip demir borunun içine hem ticari olarak satılan MgB<sub>2</sub> tozu hem de stokiometrik oranda Mg ve B tozu karıştırılarak sıkıştırılmıştır. Bu aşama tamamlandıktan sonra tel çekme işlemine tabi tutulmuş ve 1,2 mm ye kadar sorunsuz bir şekilde inilebilmiştir. Daha sonra çapı inceltirilerek uzatılan tellerden 2 cm uzunluğunda parçalar kesilerek 900 °C de ısıl işleme tabi tutulmuştur. Bu parçaların R-T eğrisi Şekil 3-48'de verilmiştir.

Bu grafikte görülen ve farklı dış çaplara sahip (O.D=1.62 mm e O.D= 1.22 mm ) PIT3 olarak isimlendirilen numuneler ticari olarak satılan MgB<sub>2</sub> tozu kullanılarak üretilmiştir. Grafikten de görüldüğü gibi bu numunelerin kritik sıcaklıkları ( $T_c$ ) beklendiği gibi yaklaşık olarak 39 K'dir. PIT4 numunesi ise stokiometrik oranda Mg ve B tozları kullanılarak hazırlanmıştır. Bu numunenin de kritik sıcaklığı yaklaşık olarak 38 K'dir. Bu aşamada saf MgB<sub>2</sub> tel numuneler başarıyla üretildiği görülmektedir.



### 3.1.6.2. Aromatik hidrokarbon (benzen ve toluen) MgB<sub>2</sub>/Fe tel ve şerit

Benzen ve Toluene ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen örneklerin öz dirençlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 3-49'da gösterilmektedir. Literatürden Mg ve B toz karışımının 650°C civarında reaksiyona girerek MgB<sub>2</sub> oluşturduğu bilinmektedir. Bu kimyasal reaksiyon sıcaklığının üstünde seçilen farklı sıcaklıkların telin süperiletkenlik özellikleri üzerindeki etkisi hakkında fikir edinmek için farklı sıcaklıkta ısıl işlem denenmiştir. Benzenle hazırlanan telden kesilen numunelerden birisi 750 °C'de diğeri ise 900 °C'de ısıl işleme tabi tutulmuştur. Bunun sonucu olarak yüksek sıcaklık değeri olarak seçtiğimiz 900°C de ve düşük sıcaklık olarak seçtiğimiz 750 °C de hazırlanan numunenin kritik sıcaklıkları sırasıyla 39,5 K ve 38 K olarak tespit edilmiştir. Ayrıca toluen ve benzen katkısının tellerin süperiletkenlik özelliklerine etkisi kıyaslanmıştır. Aynı sıcaklıkta aynı koşullarla hazırlanan bu iki katkılı tel karşılaştırıldığında ise toluenli numunenin kritik sıcaklığının ( $T_c = 37$  K) benzenli numuneninkinden ( $T_c = 38$  K) daha düşük olduğu gözlenmiştir.

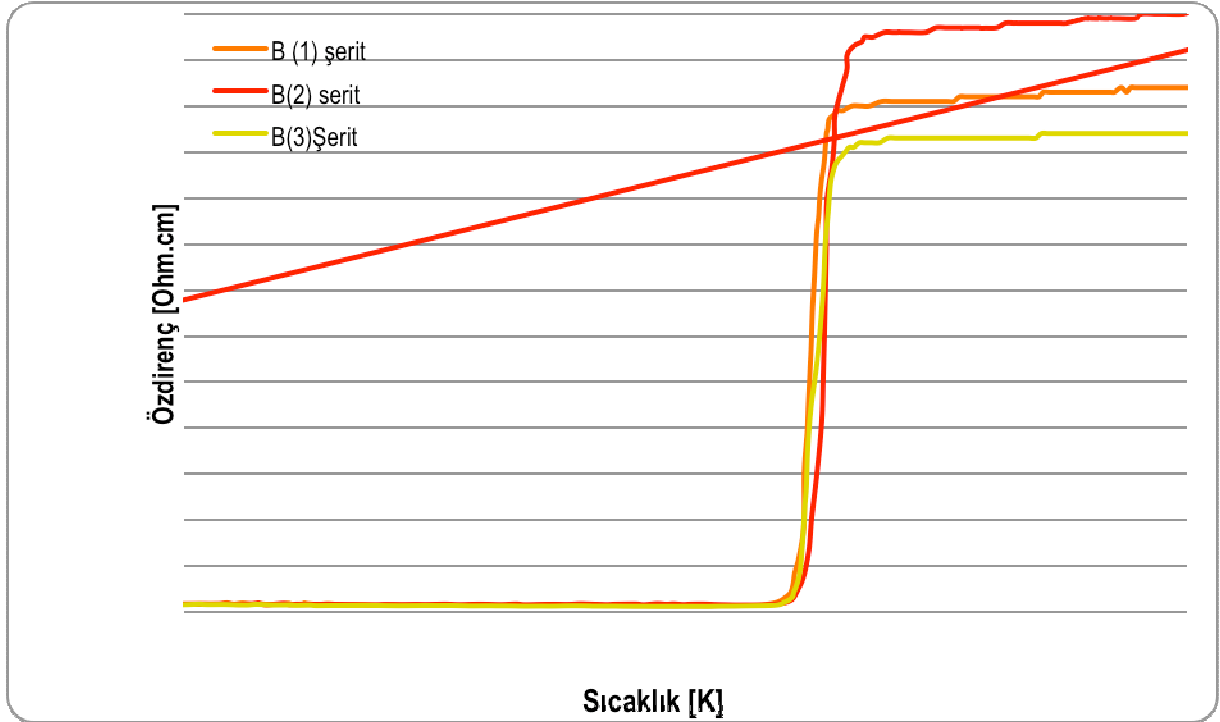


Şekil 3-49: Benzen ve Toluene ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen örneklerin öz dirençlerinin sıcaklıkla değişimi

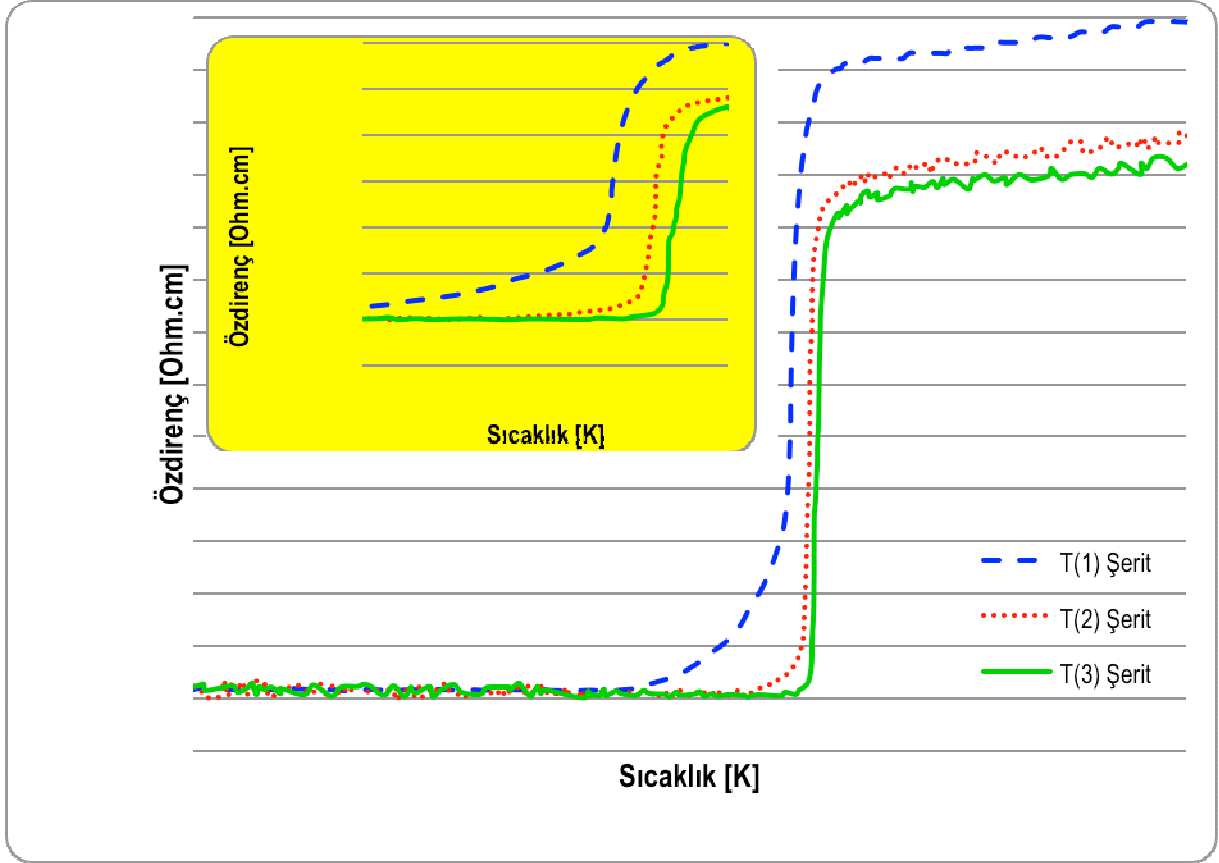
Üretilen benzen katkılı MgB<sub>2</sub> telden 3 tane parça kesilerek farklı kalınlıkta ( 0.49-B(1), 0.52-B(2) ve 0.67-B(3) mm) şerit haline getirilmiştir. 750 °C de 1 saat 5 bar Ar atmosferinde ısıl işleme tabi tutulmuştur. Elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 3-50'de gösterilmektedir. Üretilen şeritlerin kritik sıcaklıkları 37-37.4 K aralığında değişmektedir. Kritik sıcaklıkları arasında 0.1 K gibi küçük bir fark bulunmaktadır. Üretilmiş

olan yaklaşık 3 metre uzunluğundaki bu numunenin tel boyunca homojen bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir.

Üretilen toluen katkılı  $MgB_2$  telden 3 tane parça kesilerek farklı kalınlıkta ( 0.70-T(1), 0.74-T(2) ve 0.84-T(3) mm) şerit haline getirilmiştir. 750 °C de 1 saat 5 bar Ar atmosferinde ısıl işleme tabi tutulmuştur. Elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 3-51'de gösterilmektedir. Üretilen şeritlerin kritik sıcaklıkları 36.5-37.5 K aralığında değişmektedir. Kritik sıcaklıkları arasında fark gözlenmiştir. Artan kalınlıkla kritik sıcaklığın azaldığı gözlenmiştir. Üretilmiş olan yaklaşık 3 metre uzunluğundaki bu numunenin tel boyunca homojen bir yapıya sahip olmadığı ve presleme ile taneler arasındaki bağlantının artırılarak kritik sıcaklığın geliştirilebileceği düşünülmektedir.



Şekil 3-50: Benzen ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi



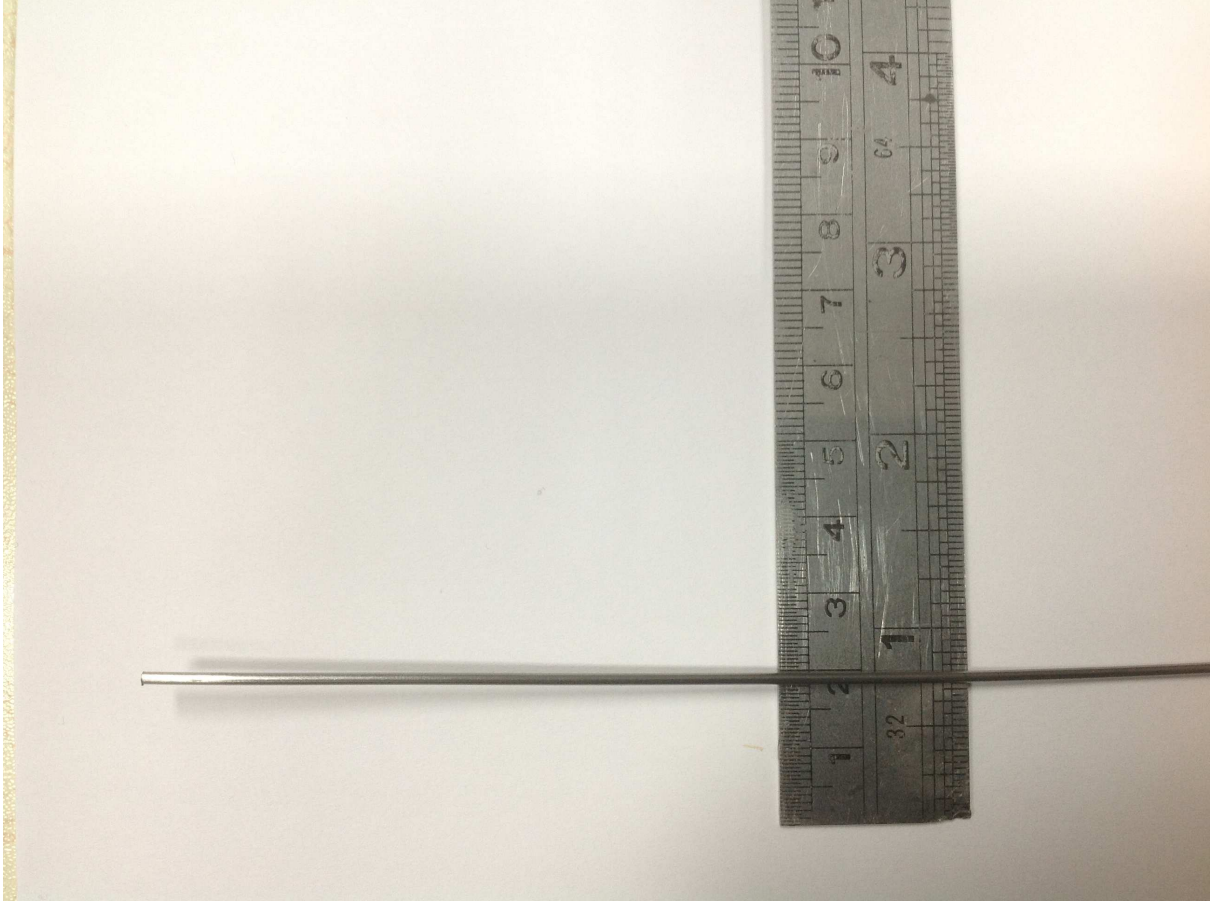
Şekil 3-51: Toluene ile hazırlanmış olan tellerden elde edilen şerit örneklerin dirençlerinin sıcaklıkla değişimi

## SONUÇ VE ÖNERİLER

Tek ve çok damarlı süperiletken tel üretimi Türkiye’de ilk defa araştırma grubumuz tarafından uygulanmış olup, süperiletkenlerin teknolojik uygulamaları açısından büyük öneme sahiptir. Süperiletkenliğin keşfinden bu yana süperiletkenlerin teknolojik uygulamalarında kullanılan ve geliştirilmeye çalışılan yüksek enerji taşınımı için gerekli altyapıların oluşturulmasında projemiz kapsamında geliştirmeye çalıştığımız ve ufak sorunlarıyla sonuca ulaştığımız sistemlere ihtiyaç duyulmaktadır. Günümüz teknolojileri süperiletken tellerin şimdiye kadar ve bundan sonra da enerji taşınımında gereksinim duyulan bir malzeme olduğunu göstermektedir. Bu açıdan ilerleyen zamanlarda Türkiye’nin diğer gelişmiş ülkelerle rekabet edebilmesi için bu alanda uygun adımların atılması gerekmektedir.

Proje kapsamında, süperiletken tel üretimi ve özelliklerinin geliştirilmesi açısından oldukça ümit verici sonuçlara ulaşılmıştır. Ülkemiz için yeni bir teknoloji olan süperiletken tellerin üretimi, geliştirilmesi ve diğer ülkelerle rekabet edebilecek seviyeye gelebilmesi beraberinde birçok zorluğu da getirmektedir. Bu zorlukların başında oluşturulacak altyapı için yeterli mali destek sağlanması, altyapının oluşturulması ve bu alanda yetişmiş bilim insanının az olması gelmektedir. Bu ve bunun gibi projelere olan desteğin artması ve bu konularda kalifiye insan gücünün oluşturulması ile en kısa sürede dünya çapında yerimizi alacağımıza inanmaktayız.

Bu proje kapsamında tasarımı ve imalatı gerçekleştirilen sürekli tüp katlama ve doldurma sistemi teknik donanımları ile birlikte yapılması esnasında işi yüklenen firmanın maruz kaldığı mali durumlar bakımından bir miktar gecikme söz konusu olmuştur. Ancak sistem içerisinde çalışan modüller (PIT gibi) kullanılarak çok damarlı tel üretimi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3-52). Sistemin komple otomasyon dahilinde çalışması için yapılan nihai montaj işleminde gecikmeden dolayı üniversitemiz hukuk müşavirliğince firma uyarılmış, bu tarihten itibaren firmanın daha yoğun bir şekilde sistemi tamamlamaya yönelik çalışmalarını sürdürdüğü tespit edilmektedir. Planlananın dışında bir durumun gerçekleşmesi halinde araştırma grubu olarak sistemin olabildiğince tamamlanması için ek süre dahil opsiyonları değerlendirme aşamasında olacağız.



**Şekil 3-52 : Çok damarlı telin üstten görünümü (1.55 mm çapında).**

## KAYNAKLAR

- Akimitsu J. 2001. Symposium on Transition Metal Oxides, Sendai, Japan.
- Aksan, M.A., Yakıncı, M. E. ve Güldeste, A. 2006. Co-addition into MgB<sub>2</sub>: The structural and electronic properties of (MgB<sub>2</sub>)<sub>2-x</sub>Co<sub>x</sub>. Journal of Alloys and Compounds, 424, 1-2, 33-40.
- Anderson, P. W., Kim, Y. B., 1964. Hard superconductivity: Theory of the motion of Abrikosov flux lines, Rev. Mod. Phys. 36, 39-43.
- Anderson, N. E., Straszheim, W. E., Bud'ko, S. L., Canfield, P. C., Finnemore, D. K. and Suplinskas, R. J. 2003. Titanium additions to MgB<sub>2</sub> conductors. Physica C: Superconductivity, 390, 1, 11-15.
- Asthaa A., Matsumoto A., Kitaguchi H., Matsui Y., Hara T., Watanabe K., Yamada H., Uchiyama N. and Kumakura H., Superconductor Science and Tech., 21, 115013, 2008.
- Awana, V. P. S., Mudgel, M., Kishan, H. and Bhalla, G. L., 2008. Significant improvement of flux pinning and irreversibility field in nano-carbon-doped MgB<sub>2</sub> superconductor, 146, 330-334.
- Bean, C.P., 1962. Magnetization of hard superconductors. *Phys. Rev. Lett.* 8, 250.
- Bud'ko, S. L., Kogan, V. G. and Canfield, P. C. 2001a, Preprint, Determination of superconducting anisotropy from magnetization data on random powders as applied to LuNi<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C, YNi<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C and MgB<sub>2</sub>. cond-mat/0106577, to appear in Phys. Rev. B.
- Buzea, C. and Yamashita, T. 2001. Review of superconducting properties of MgB<sub>2</sub>. Superconductors, Science & Technology.
- Cheng, C. H., Zhao, Y., Wang, L. and Zhang, H. 2002. Preparation, structure and superconductivity of Mg<sub>1-x</sub>Ag<sub>x</sub>B<sub>2</sub>. Physica C: Superconductivity, 378-381, 1, 244-248.



- Çelebi S., Karaca I., Aksu E., Gencer A., 1998. Frequency dependence of the intergranular AC loss peak in a high-  $T_c$  Bi-(Pb)-Sr-Ca-Cu-O bulk superconductor, [Physica C: Superconductivity](#), 309, 131–137
- Elsabawy, K. M. and Kandyel, E. E. 2007. Lead substitutions for promoted critical current density  $J_c$  and mechanical properties of  $Mg_{1-x}Pb_xB_2$  regime. *Materials Research Bulletin*, 42, 6, 1051-1060.
- Flukiger R., Suo H. L., Musolino N., Beneduce C., Toulemonde P., Lezza P., “Superconducting properties of MgB<sub>2</sub> tapes and wires”, *Physica C* 385 (2003) 286–305
- Gencer, A., Kılıç, A., Güçlü, N. 2005. Low-field behavior of Ti-added MgB<sub>2</sub>/Cu superconducting wires. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 2004 Applied Superconductivity Conference, 15, 2, 3352-3355
- Goldacker W., Schlachter S. I., Zimmer S. and Reiner H. , “High transport currents in mechanically reinforced MgB<sub>2</sub> wires”, *Supercond. Sci. Technol.* 14 (2001) 787–793
- Goto, D., Machi, T., Zhao, Y., Koshizuka, N., Murakami, M. and Arai, S. 2003. Improvement of critical current density in MgB<sub>2</sub> by Ti, Zr and Hf doping. *Physica C: Superconductivity*, 392-396, 272-275.
- Gozzelino, L., Minetti, B., Gerbaldo, R., Ghigo, G., Laviano, F., Lopardo, G., Giunchi, G., Perini, E., Cavallin, T. and Mezzetti, E. 2007. Pinning properties in pure and SiC doped MgB<sub>2</sub> bulk obtained by reactive Mg liquid infiltration technique. *Physica C: Superconductivity*, Available online.
- Gu, D. W., Cai, Y. M., Yau, J. K. F., Cui, Y. G., Wu, T., Yuan, G. Q., Shen, L. J. and Jin, X. 2003. Effect of Pb substitution in bulk superconducting MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 386, 643-647.
- Guo, J.D., Xu, X.L., Wang, Y.Z., Shi, L. and Liu, D.Y. 2004. Preparation of Ag-doped  $Mg_{1-x}Ag_xB_2$  superconductors. *Materials Letters*, 58, 29, 3707-3709.
- Gurevich, A., Patnaik, S., Braccini, V., Kim, K. H., Mielke, C., Song, X., Cooley, L. D., Bu, S.D., Kim, D. M., Choi, J. H., Belenky, L. J., Giencke, J., Lee, M. K., Tian, W., Pan,

- X. Q., Siri, A., Hellstrom, E. E., Eom, C.B., and Larbalestier, D. C., 2004. Very high upper critical fields in MgB<sub>2</sub> produced by selective tuning of impurity scattering. *Super. Sci. Tech* 17 p.278-286
- Hol'ánová, Z., Kamarík, J., Szabó, P., Samuely, P., Sheikin, I., Ribeiro, R. A., Bud'ko, S. L. and Canfield, P. C. 2004. Critical fluctuations in the carbon-doped magnesium diboride. *Physica C: Superconductivity*, 404, 1-4, 195-199.
- Huang, X., Mickelson, W., Regan, B. C. and Zettl, A. 2005. Enhancement of the upper critical field of MgB<sub>2</sub> by carbon-doping. *Solid State Communications*, 136, 5, 278-282.
- Jiang, C. H. , Dou, S. X., Cheng, Z. X. and Wang, X. L.,2008. Light carbon doping by oxygen-free parafin wax to enhance the current density of MgB<sub>2</sub> in the entire field regime, *Supercond. Sci. Technol.* 21; 065017.
- Katsura, Y., Yamamoto, A., Ueda, S., Iwayama, I., Horii, S., Shimoyama, J. and Kishio, K. 2007. Flux pinning properties of undoped and C-doped MgB<sub>2</sub> bulks with controlled grain sizes. *Physica C: Superconductivity*, Available online .
- Kazakov, S. M., Angst, M., Karpinski, J., Fita I. M. and Puzniak, R. 2001. Substitution effect of Zn and Cu in MgB<sub>2</sub> on  $T_c$  and structure. *Solid State Communications*, 119, 1, 1-5.
- Kim J. K., Xu X., Hossain M. S. A., Shi D. Q., Zhao Y., Wang X. L. and Dou S. X., *Applied Physics Letters*, 92,042506, 2008.
- Kimishima, Y., Takami, S., Uehara, M. and Kuramoto T. 2006. Pinning property of Cu/MgB<sub>2</sub> system. *Physica C: Superconductivity*, 445-448, 224-227.
- King, R. B., 2002. The similarities between magnesium diboride and cuprate superconductors and the role of subvalent Magnesium, *Polyhedron*, 21, 2347-2350.
- Kühberger, M. and Gritzner, G. 2002. Effects of Sn, Co and Fe on MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 370, 1, 39-43.

- Li, H. L., Ruan, K. Q., Li, S. Y., Yu, Y., Wang, C. Y. and Cao, L. Z. 2003. Upper critical field and the effect of Li doping on the activation energy in MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 386, 560-564.
- Li, W.X., Li, Y., Zhu, M.Y., Chen, R.H., Xu, X., Yeoh, W.K., Kim, J.H., Dou, S.X. 2007. Benzoic Acid Doping to Enhance Electromagnetic Properties of MgB<sub>2</sub> Superconductors, *IEEE Trans. Appl. Supercond*, 17; 2778 – 2781.
- Li, W.X., Li, Y., Zhu, M.Y., Chen, R.H., Dou, S.X., Qin, M.J., Xu, X. and Yao, P. 2007. Effect of magnetic field processing on the microstructure of micronsize Zn doped MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, Available online.
- M'chirgui, A., Azzouz, F. B., Annabi, M., Zouaoui, M. and Salem, M. B. 2005. Structure and superconductivity of Mg<sub>1-x</sub>Pb<sub>x</sub>B<sub>2</sub>. *Solid State Communications*, 133, 5, 321-325.
- Paranthaman, M., Thompson, J. R. and Christen, D. K. 2001. Effect of carbon-doping in bulk superconducting MgB<sub>2</sub> samples. *Physica C: Superconductivity*, 355, 1-2, 1-5.
- Ping, Z. X., Yanwei, M. and Shun, G. Z. 2007. *Chinese Science Bulletin*, 52,18, 2477-2480.
- Prikhna, T. A., Gawalek, W., Surzhenko, A. B., Moshchil, V. E., Sergienko, N. V., Savchuk, M., Melnikov, V. S., Nagorny, P. A., Habisreuther, T. and Dub, S. N. 2002. High-pressure synthesis of MgB<sub>2</sub> with and without tantalum additions. *Physica C: Superconductivity*, 372-376, 3, 1543-1545.
- Ribeiro, R. A., Bud'ko, S. L., Petrovic, C. and Canfield, P. C. 2003. Carbon doping of superconducting magnesium diboride. *Physica C: Superconductivity*, 384, 3, 227-236.
- Rui, X. F., Chen, J., Chen, X., Guo, W. and Zhang, H. 2005. Doping effect of nano-alumina on MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 412-414, 1, 312-315.
- Sekkina, M. M. A. and Elsabawy, K. M. 2003. Narrow range of iridium-substitution on Mg<sub>1-x</sub>Ir<sub>x</sub>B<sub>2</sub> superconductor. *Physica C: Superconductivity*, 391, 3, 217-222.
- Shcherbakova, O.V., Pan, A.V., Soltanian, S. and Dou, S.X. 2007. Cooling rate effect on microstructure and superconducting properties of pure and SiC doped MgB<sub>2</sub> superconductors. *Physica C: Superconductivity*, Available online.

- Shinohara, K., Ikeda H. and Yoshizaki R. 2007. Al addition effect of bulk MgB<sub>2</sub> superconductor. *Physica C: Superconductivity*, Available online.
- Soltanian, S., Horvat, J., Wang, X. L., Munroe, P. and Dou, S. X. 2003. Effect of nano-carbon particle doping on the flux pinning properties of MgB<sub>2</sub> superconductor. *Physica C: Superconductivity*, 390, 3, 185-190.
- Suemitsu, N., Masui, T., Lee, S. and Tajima, S. 2006. Mn substitution effect on superconducting properties of MgB<sub>2</sub> single crystals. *Physica C: Superconductivity*, 445-448, 39-41.
- Tampieri, A., Celotti, G., Sprio, S., Rinaldi, D., Barucca, G. and Cacuuffo, R. 2002. Effects of copper doping in MgB<sub>2</sub> superconductor. *Solid State Communications*, 121, 9-10, 497-500.
- Vajpayee A., Awana V. P. S., Bhalla G. L. and Kishan H., 2008. Superconductivity of the bulk MgB<sub>2</sub>+nano(n)-SiC composite system: a high field magnetization study, *Nanotechnology* **19** 125708
- Wang, X. L., Zhou, S. H., Qin, M. J., Munroe, P. R., Soltanian, S., Liu, H. K. and Dou, S. X. 2003a. Significant enhancement of flux pinning in MgB<sub>2</sub> superconductor through nano-Si addition. *Physica C: Superconductivity*, 385, 4, 461-465.
- Wang, X. L., Soltanian, S., James, M., Qin, M. J., Horvat, J., Yao, Q. W., Liu H. K. and Dou, S. X. 2004. Significant enhancement of critical current density and flux pinning in MgB<sub>2</sub> with nano-SiC, Si, and C doping. *Physica C: Superconductivity*, 408-410, 63-67.
- Wilke, R.H.T., Bud'ko, S.L., Canfield, P.C. , Kramer, M.J., Wu, Y.Q., Finnemore, D.K., Suplinskas, R.J., Marzik J.V. and Hannahs S.T. 2005. Superconductivity in MgB<sub>2</sub> doped with Ti and C. *Physica C: Superconductivity*, 418, 3-4, 160-167.
- Xiang, J. Y., Zheng, D. N., Li, J. Q., Li, S. L., Wen, H. H. and Zhao, Z. X. 2003. Effects of Al doping on the superconducting and structural properties of MgB<sub>2</sub> *Physica C: Superconductivity*, 386, 611-615.

- Xu, H.L., Feng, Y., Zhao, Y., Yan, G., Pu, M.H., Lu, H.X., Zhang R. and Xu, Z. 2006. Investigation on MgB<sub>2</sub> superconductor doped by nano-Al powder. *Physica C: Superconductivity*, 449, 1, 53-56.
- Yamada H., Hirakawa M., Kumukara H. and Kitaguchi H., *Supercond. Sci. Technol.*19,175, 2006.
- Yamada H., Uchiyama N., Kumukara H., Kitaguchi H. and Matsumoto A., *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 17, 2, 2007a.
- Yamada H., Uchiyama N., Matsumoto A., Kitaguchi H. and Kumakura H., *Superconductor Science and Tech.* 20, L30-L33, 2007b.
- Yanmaz E, Savaşkan B, Başoğlu M, Taylan Koparan E, Dilley N R, Grovenor C R M, 2009. Complete Flux Jumping in Nano-structured MgB<sub>2</sub> superconductors prepared by mechanical alloying, 480, 203-207.
- Yeoh, W.K. and Dou, S.X. 2007a. Enhancement of H<sub>c2</sub> and J<sub>c</sub> by carbon-based chemical doping. *Physica C: Superconductivity*, 456, 1-2, 170-179.
- Yeoh, W.K., Kim, J.H., Horvat, J., Xu, X. and Dou, S.X. 2007b. Enhancement of critical current density and irreversibility field by nano-carbon substitution in MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, Available online.
- Zhang, H., Zhao, J. and Shi, L. 2005. The charge transfer induced by Cr doping in MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 424, 1-2, 79-84.
- Zhao, Y., Zhang, X. P., Qiao, P. T., Zhang, H. T., Jia, S. L., Cao, B. S., Zhu, M. H., Han, Z. H., Wang, X. L. and Gu, B. L. 2001. Effect of Li doping on structure and superconducting transition temperature of Mg<sub>1-x</sub>Li<sub>x</sub>B<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 361, 2, 91-94.
- Zhao, Y., Feng, Y., Huang, D. X., Machi, T., Cheng, C. H., Nakao, K., Chikumoto, N., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2002. Doping effect of Zr and Ti on the critical current density of MgB<sub>2</sub> bulk superconductors prepared under ambient pressure. *Physica C: Superconductivity*, 378-381, 1, 122-126.

Zhao, Y., Cheng, C. H., Feng, Y., Machi, T., Huang, D. X., Zhou, L., Koshizuka, N. and Murakami, M. 2003. Ti doping on the flux pinning and chemical stability against water of MgB<sub>2</sub> bulk material. *Physica C: Superconductivity*, 386, 581-587

Zheng, D. N., Xiang, J. Y., Lang, P. L., Li, J. Q., Che, G. C., Zhao, Z. W., Wen, H. H., Tian, H. Y., Ni, Y. M. and Zhao, Z. X. 2004. Structural and critical current properties in Al-doped MgB<sub>2</sub>. *Physica C: Superconductivity*, 408-410, 136-137

## YAYINLAR VE TEZLER

1. Hossain M. S. A., Motaman A., Xu X., Cicek O., Agil H., Ertekin E., Gencer A., Cheong K., Maeda M., Dou S.X., 2012, Structurally homogeneous MgB<sub>2</sub> superconducting wires through economical wet mixing process, Materials Letters (Baskıda).

2. Agil H., Cicek O., Ertekin E., Motaman A., Hossain M. S. A., Dou S. X., Gencer A., 2012, Effects of MgO on the electronic and superconducting properties in succinic acid (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) doped MgB<sub>2</sub> bulks, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism (Yayına kabul edildi).

Proje altyapısı kullanılarak yapılan diğer yayınlar:

1. Bumin, D. , Yanmaz, E., Basoglu, M., Gencer, A. “Magnetic characterization of SiC doped bulk MgB<sub>2</sub> superconductor” Journal of Superconductivity and Novel Magnetism 24 (2011) 211-215.

2. Babaoğlu, M. G., Safran, S., Çiçek, Ö., Ağıl, H., Ertekin, E., Hossain, M.S.A., Yanmaz, E., Gencer, A. “Microstructural and superconducting properties of C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> added bulk MgB<sub>2</sub> superconductor” Journal of Magnetism and Magnetic Materials 324 (2012) 3455-3459.

3. Hossain, M.S.A., Motaman, A., Çiçek, Ö., Ağıl, H., Ertekin, E., Gencer, A., Wang, X.L., Dou, S.X. “The effects of annealing temperature on the in-field J<sub>c</sub> and surface pinning in silicone oil doped MgB<sub>2</sub> bulks and wires” Cryogenics (2012) (Baskıda).

Tezler:

1. Ercan ERTEKİN, “Karbon katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin fiziksel özellikleri”, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, 2010 (Yüksek Lisans Tezi - Tamamlandı).

2. Didem BUMİN, “SiC katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> süperiletkenin manyetik karakterizasyonu”, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, 2010 (Yüksek Lisans Tezi - Tamamlandı).

3. Solmaz KHANKESHIZADEH, “B<sub>4</sub>C katkılandırılmış MgB<sub>2</sub> süperiletkeninin fiziksel özellikleri”, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, 2012 (Yüksek Lisans Tezi - Tamamlandı).

4. Meral Güngör BABAOĞLU, “Aromatik hidrokarbon katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletkenlerin elektromanyetik karakterizasyonu”, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, 2012 (Doktora Tezi - Tamamlandı).

5. Hasan AĞIL, “Organik bileşik katkılı MgB<sub>2</sub> süperiletken tellerin üretimi ve fiziksel karakterizasyonu”, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, (Doktora Tezi – Devam Ediyor).