



Kurşunlu ve Kurşunsuz $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ Sistemine Seryum Katkısının Yapısal ve Süperiletkenlik Özelliklere Etkileri

Hasan AĞIL

Hakkari Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Hakkari, TÜRKİYE

Received: 16.05.2017; Accepted: 07.08.2017

<http://dx.doi.org/10.17776/csj.340877>

Özet. Bu çalışmada kurşunsuz ve kurşunlu seryum ilave edilmiş $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ süperiletken sisteminin termal, yapısal ve süperiletkenlik özellikleri araştırılmıştır. $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_y\text{O}_8$ ($x = 0$ ve 0.4 ve $y = 0, 0.1, 0.2$ ve 0.4) genel stokiyometrisine sahip seryum katkılı süperiletkenler geleneksel katı hal sentezleme tekniği ile hazırlanmıştır. Malzemeler DTK/TGA, XRD, SEM, EDX ve R-T ölçümleri ile karakterize edilmiştir. Üretilen malzemelerde elde edilmek istenen faz Bi-2223 fazı olmasına rağmen bazı malzemelerde Bi-2212 fazının baskın olduğu görülmüştür. Özellikle kurşunsuz malzemelerde ana faz Bi-2212 fazı iken kurşunlu malzemelerde ise nispeten ana faz Bi-2223 fazıdır. Buna bağlı olarak kritik sıcaklık değerleri düşmüş ve iki adımda geçiş davranışı gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yüksek T_c Süperiletkenler, BSCCO, Katkılama ve İlaveler

Influences of Cerium Addition on the Structural and Superconducting Properties with Pb and Pb-free $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ System

Abstract. In this study, the thermal, structural and superconducting properties with lead and lead-free cerium added $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ superconducting system have been investigated. Cerium-added superconductors with the general stoichiometry of $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_y\text{O}_8$ ($x = 0$ and 0.4 and $y = 0, 0.1, 0.2$ and 0.4) were prepared by the conventional solid state synthesis technique. The materials are characterized by DTA/TGA, XRD, SEM, EDX and R-T measurements. Although the desired phase is the Bi-2223 phase in the manufactured materials, it is observed that Bi-2212 phase predominates in some materials. Especially while being the Bi-2212 phase in Pb-free samples, the main phase is relatively Bi-2223 phase in Pb containing samples. Consequently, critical temperature values have also decreased and transition behavior has been observed in two steps.

Keywords: High T_c Superconductors, BSCCO, Doping and Additions

1. GİRİŞ

Sıvı azotun kaynama noktasının üzerinde kritik sıcaklığa (T_c) sahip olan (bundan dolayı yüksek T_c süperiletkenler (YSS) olarak isimlendirilen) süperiletkenlerin keşfedilmesiyle birlikte, düşük T_c süperiletkenleri için sınırlı olan çeşitli

uygulamalar için yeni bir kapı açılmıştır. Ancak YSS malzemelerde kritik akım yoğunluğu (J_c) artan sıcaklık ile çarpıcı bir şekilde azalmaktadır. Buna ek olarak kritik akım yoğunluğunu arttırmak için ya karmaşık bir üretim yöntemi (YBCO için) veya pahalı bir kılıf malzemesi (BSCCO için) gereklidir. Süperiletkenlerin güç aktarımı,

* Corresponding author. Email address: hasanağil@hakkari.edu.tr
<http://dergipark.gov.tr/csj> ©2016 Faculty of Science, Cumhuriyet University

anahtarlama cihazları, hassas elektrikli cihazlar, bilgisayarlardaki hafıza ve depolama elemanları, elektrik jeneratörleri ve transformatörlerin imalatı ve nükleer manyetik rezonans (NMR) gibi birçok uygulaması vardır [1-3].

Bu çalışmada yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden BSCCO üzerine araştırmalar yapılmıştır. Süperiletkenliği H. Maeda vd. tarafından ilk kez rapor edilen BSCCO bileşikler, teknolojik önemi olan yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin en önemli ailelerinden biridir [4]. BSCCO bileşikler perovskit yapısına sahip oldukça anizotropik tabakalı seramiklerdir. Genellikle *a-b* düzleminde bulunan CuO_2 düzlemlerinin varlığı süperiletkenlik için gereklidir. Bi-tabanlı YSS'lerin genel formülü $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_2\text{O}_{2n+4}$ olarak ifade edilebilir. *n*, *c*-eksenine dik olan Cu-O düzlemlerinin sayısına göre farklı değerler (*n* = 1, 2, 3) alabilir. BSCCO genellikle bu '*n*' değerlerine göre üç farklı yapıya ayrılır. Bunlar $T_c = 20 \text{ K}$ (*n* = 1, 2201), $T_c = 95 \text{ K}$ (*n* = 2, 2212) ve $T_c = 110 \text{ K}$ (*n* = 3, 2223)'dir [5]. BSCCO bileşiği, nadir toprak elementi içermeyen yüksek sıcaklık süperiletkenleri arasında önemli bir yerdedir. Diğer önemli YSS olan YBCO ile kıyaslandığında daha yüksek T_c değeri verir ve oksijen kaybına göre süperiletkenlik davranışında daha fazla kararlılık gösterir.

Farklı gruplar tarafından [6] 2223 süperiletken fazını iyileştirmede Bi konumuna Pb' nin 0.3-0.4'lük optimum bir konsantrasyona kadar etkili olduğu rapor edilmiştir. Özellikle kurşunun yapıdaki diğer elementlerle yer değiştirmesi ile kritik akım yoğunluğu (J_c) arttırılabilirse, bu malzemelerin daha da geliştirilmesi için çaba sarf edilmektedir [7]. Buna ek olarak üretim sırasında Bi-2223 fazının oranının arttırılması yüksek bir J_c değeri için yüksek oranda yönlendirilmiş bir Bi-2223 mikroyapı gerekir; çünkü düşük bir J_c değeri genellikle hem tane sınırında zayıf bağlanma hem de süperiletken taneciklerin rastgele büyümesi ile sonuçlanır [8]. Üretim yöntemlerinin; tane sınırı stokiometrisi, taneler arası bağlanma ve tanecik yönelimini iyileştirerek kritik akım yoğunluğunu arttırdığı düşünülmektedir [9]. Geleneksel katı hal reaksiyon yöntemi seramik süperiletkenleri

üretmek için en sık kullanılan tekniktir. Bu teknikte genellikle oksitler, karbonatlar ve diğer tuzları içeren başlangıç malzemeleri karıştırılır, homojenleştirilir ve belirli bir sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulur [10]. Bu yöntem genellikle büyük parçacık boyutu, uzun ısıl işlem ve birkaç ara öğütme gibi birçok dezavantajı içerir, bu nedenle zaman alıcıdır ve kontamine olmuş ürünler üretme eğilimi gösterir [11]. Bu problemler ıslak karıştırma teknikleri ile aşılabilir [12]. Bi-2223 süperiletken malzemelerin taneler arası kritik akım yoğunluğu değerinin sıcaklık gradyanı, kimyasal bileşim, kristal boyutu, ısıl işlem, presleme basıncı, tanelerin hizalanması vb. birçok faktöre bağlı olduğu iyi bilinmektedir [13,14]. Yüksek kritik akım yoğunluğuna sahip olan süperiletken malzemeler parçacık hızlandırıcıları gibi büyük manyetik alanların üretilmesinde, manyetik rezonans görüntüleme (MRG) gibi medikal alanlarda ve birçok güç uygulamalarında enerji kaybını azaltabilmesinden dolayı çok kullanışlıdır.

Nadir toprak elementleri farklı iyonik yarıçaplara sahiptir ve bu nedenle yüksek T_c süperiletkenlerin fiziksel özelliklerini incelemek için ana malzemedeki elementler ile yer değiştirmesinin büyük bir etkisi vardır [14]. Bu çalışmanın temel amacı, kurşunlu ve kurşunsuz Bi-2223 fazına seryum ilavesinin etkilerini araştırmaktır.

2.DENEYSEL AYRINTILAR

Bu çalışmada, $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_y\text{O}_8$ (*x* = 0 ve 0.4 ve *y* = 0, 0.1, 0.2 ve 0.4) nominal stokiometrisine sahip olan malzemeler, yüksek saflıkta Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO ve CeO_2 tozları kullanılarak geleneksel katı-hal reaksiyon yöntemi ile hava ortamında hazırlanmıştır. Doğru şekilde tartılan başlangıç tozları, bir agat havan ve tokmak vasıtasıyla 30 dakika süreyle homojen bir şekilde öğütülmüş ve karıştırılmıştır. Daha sonra bir kare fırın içerisinde $700 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 12 saat süreyle kalsine edilmiştir. Kalsinasyon işleminden sonra karışım tekrar 30 dakika süreyle öğütülüp karıştırıldıktan sonra tekrar kare fırın içerisinde $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 12 saat süreyle ikinci kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur. Kalsine edilmiş

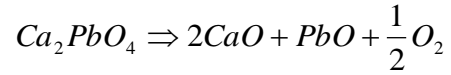
homojen tozlar disk şeklinde preslenmiştir. Elde edilen disk şeklinde bulk malzemeler bir tüp fırın içerisinde hava ortamında 845 °C’de 120 saat ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Fırının ısıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk olarak ayarlanmıştır. Kurşunsuz ($x = 0$) ve kurşunlu ($x = 0.4$) ve $y = 0, 0.1, 0.2$ ve 0.4 gibi farklı Ce stokiometrisine sahip süperiletken malzemeler bundan sonra sırasıyla

- A ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_z$),
 B ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.1}\text{O}_z$),
 C ($\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.1}\text{O}_z$),
 D ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.2}\text{O}_z$),
 E ($\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.2}\text{O}_z$),
 F ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.4}\text{O}_z$) ve
 G ($\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{Ce}_{0.4}\text{O}_z$)
 olarak isimlendirilecektir.

Hiç ısıtma işlemi görmemiş toz malzemelerin termal analizleri Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DTK) ölçümleri ile incelenmiştir. DTK ölçümleri, oda sıcaklığı ve 1000 °C arasında 5 °C/dakika ısıtma hızı ile hava ortamında gerçekleştirilmiştir. Ayrıca malzemelerdeki kütle kaybı ve kazanımlarının sıcaklığın bir fonksiyonu olarak belirlemek amacıyla termogravimetri analizleri (TGA) de yapılmıştır. İncelenen malzemelerin yapısal ve faz analizleri, $2\theta = 3 - 60^\circ$ aralığında $\text{Cu K}\alpha$ radyasyonu ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) ile oda sıcaklığına XRD ölçümleri ile karakterize edilmiştir. Malzemelerin örgü parametreleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak Rietveld arıtımı ile belirlenmiştir. Ayrıca malzemelerin yüzey morfolojisi, tanecik bağlantısı ve tanecik büyüklükleri taramalı elektron mikroskopu (SEM) yardımıyla incelenmiştir. Malzemelerin elementel bileşimleri (yüzde cinsinden) ve dağılımları (homojen veya olmamış), SEM’e bağlı bir EDX analizi aracılığıyla araştırılmıştır. DA (doğru akım) direnç ölçümleri, malzemelerin yüzeyi üzerinde dört-nokta kontak yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Kontak direncini en aza indirmek için hem gerilim hem de akım kontakları gümüş boya ile yapılmıştır. Direncin sıcaklık (10-300 K) bağımlılığı, cihazdaki malzeme boyunca 5 mA da akım sürülerek ölçülmüştür.

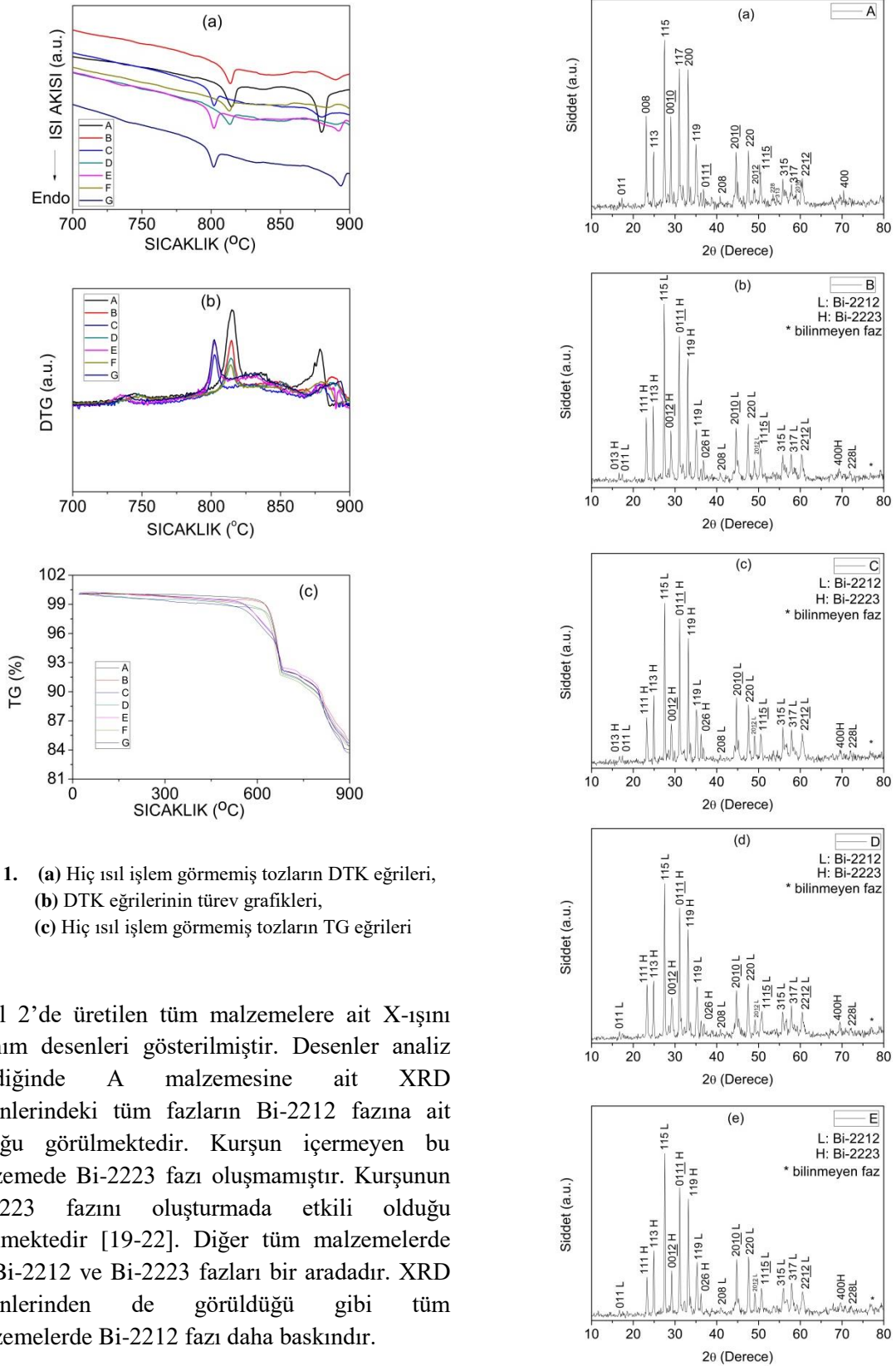
3.DENEYSEL ÇALIŞMALAR

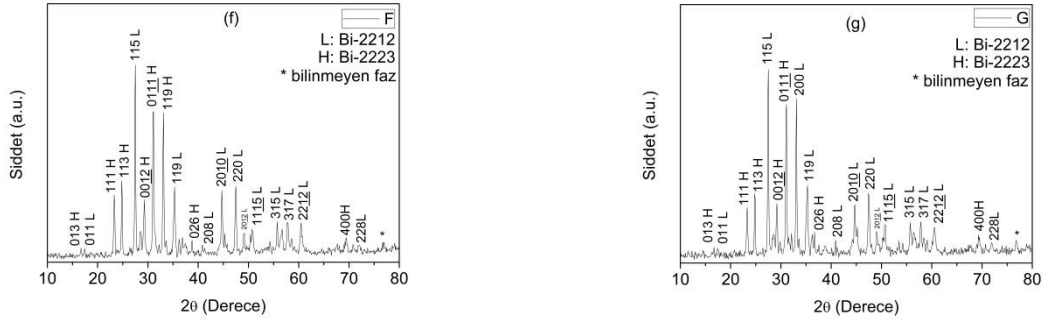
İncelenen tozların (Bi,Pb)-2223’e dönüştürülmesinden önce meydana gelen faz geçişlerini anlamak için hiç ısıtma işlemi görmemiş tozlar aynı koşullarda DTK/TGA analizleri ile araştırılmıştır. Hazırlanan tozların sıcaklığa karşı ısı akışı eğrileri, türev ısı akışı eğrileri ve TG eğrileri Şekil 1a ve 1b’de verilmiştir. Bu deneylerde ısıtma hızı 5 °C/dk olarak ayarlanmıştır. Bu eğrilerden 700-900 °C aralığında iki endotermik pik açıkça görülmektedir. Birinci pikin 790 °C’de başlaması, Ca_2PbO_4 fazının ayrışması ve yerel geçici bir sıvının oluşumu ile ilgili olabilir [15, 16, 18]. 840 °C’de başlayan ikinci pik ise Bi-2212’nin başlangıç aşamasında olan erimesi ile ilişkili olabilir [17]. Bu durumun ise PbO’nun ayrışma tepkimesinden kaynaklandığı sonucuna varılabilir:



840°C’de kuprat 2:1 (Ca_2CuO_3) oluşur. 2:1 kuprat oluşumu aşağıdaki reaksiyon aracılığıyla gerçekleşir: $2\text{CaO} + \text{CuO} = 2:1$

Şekil 1c’de üretilen malzemelerin sıcaklığa karşı TGA eğrileri görülmektedir. Bu eğrilerden yaklaşık 550 °C’ye kadar % 1’lik bir kütle kaybı olduğu gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin başlangıç tozları içerisinde bulunan safsızlıklar ve nemden kaynaklandığı düşünülmektedir. 550 °C – 700 °C arasında meydana gelen % 8’lik kütle kaybının ise malzemelerden CO_2 ve CO çıkışı olduğu şeklinde yorumlanabilir. Bu durum başlangıç malzemelerinde bulunan karbonların elde edilmek istenen malzemedan ayrıştırılması için ilk kalsinasyon işleminin 700 °C’de yapılması gerektiğini ortaya çıkarmaktadır.





Şekil 2. (a)-(g) Tüm malzemelere ait XRD desenleri.

Tablo 1’de üretilen tüm malzemelerin tetragonal birim hücre yapısı için FullProf programı kullanılarak X-ışını kırınım verilerinden hesaplanan örgü parametreleri verilmiştir.

Tablo 1. Tüm malzemelerin örgü parametreleri.

Malzeme	$a = b$ - eksenli örgü parametresi (Å)	c - eksenli örgü parametresi (Å)	Hacim Yüzdesi (%) Bi-2223	Hacim Yüzdesi (%) Bi-2212
A	5,4004940	30,7097100	-	-
B	5,4081940	30,7793300	49	51
C	5,3972280	30,6790900	47	53
D	5,3944190	30,5259000	46	54
E	5,3965660	30,4585300	46	54
F	5,4101970	30,4936500	50	50
G	5,4161180	30,5149000	33	67

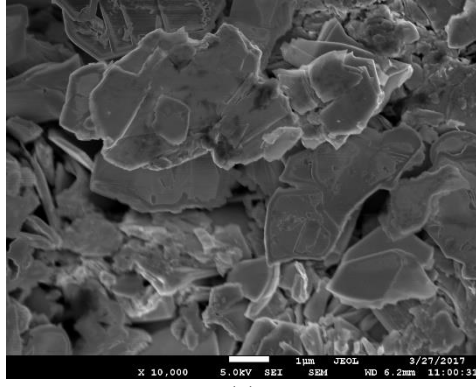
Bu değerler incelendiğinde a ve c örgü parametrelerinin seryum miktarı ile düzenli bir şekilde değişmediği görülmektedir. Bunun sebebinin bazı malzemelerin kurşun içerirken bazı malzemelerin de içermemesi olduğu düşünülmektedir. A malzemesi hariç diğer tüm malzemelerdeki Bi-2223 ve Bi-2212 fazlarının bağıl hacim yüzdeleri, aşağıdaki iyi bilinen ifadeler kullanılarak aynı kristalografik düzlemin yansımalarının tepe yüksekliklerinden hesaplanmıştır [23,24]:

$$f_{(2223)} = \frac{\sum I_{H(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \quad (1)$$

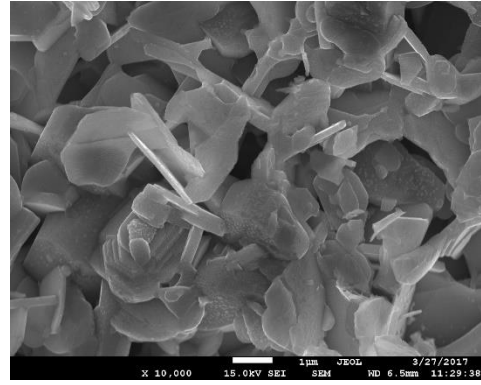
$$f_{(2212)} = \frac{\sum I_{L(hkl)}}{\sum I_{H(hkl)} + \sum I_{L(hkl)}} \quad (2)$$

Burada $I_{H(hkl)}$ ve $I_{L(hkl)}$ sırasıyla Bi-2223 ve Bi-2212 fazları için (hkl) kırınım çizgilerinin şiddetleridir (Şekil 2). Bu sonuçlarda Tablo 1’de verilmiştir. Tablodaki hacim yüzdeleri incelendiğinde Bi-2212 fazının baskın olduğu görülmektedir. Bunun sebebinin malzeme hazırlama aşamasında taneciklerin yöneliminden kaynaklandığı düşünülmektedir.

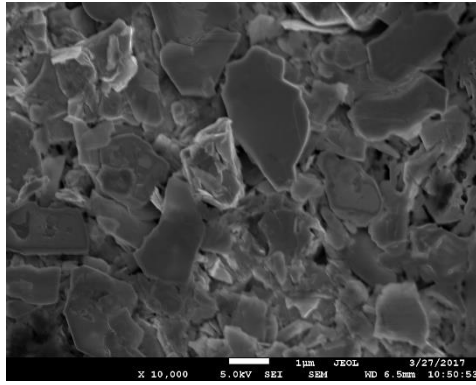
Seryum ilave edilmiş süperiletken malzemelerin yüzey morfolojileri taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Üretilen tüm malzemelerin yüzeylerinden alınmış taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 3’te verilmiştir. Üretilen tüm malzemelerin morfolojilerinin yapraklı ve tabakalı bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir. Tabakalı tanecik yapısı BSCCO’nun genel yapısıdır. Süperiletken taneciklerin birbirleri ile güçlü bir şekilde bağlandıkları da görülmektedir.



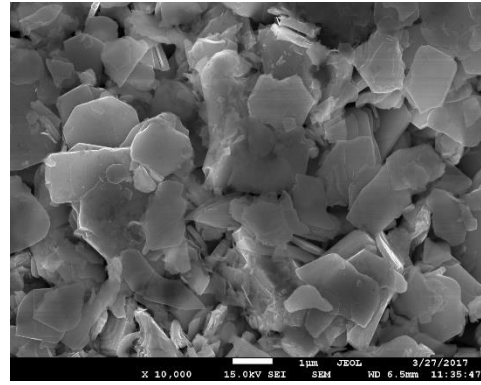
(a)



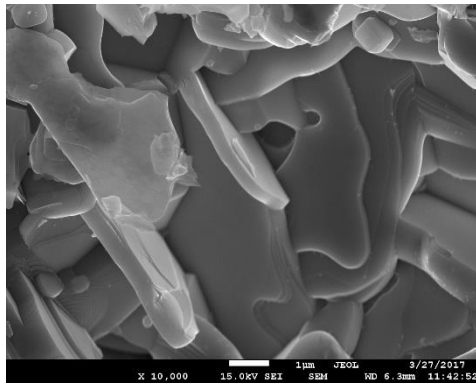
(e)



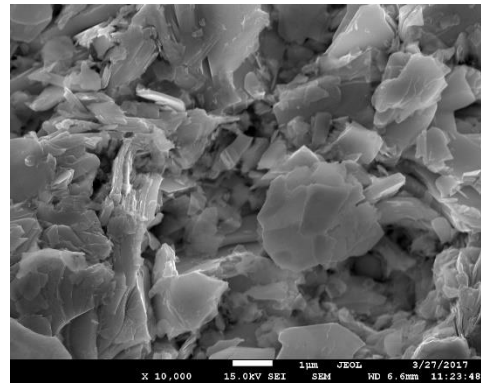
(b)



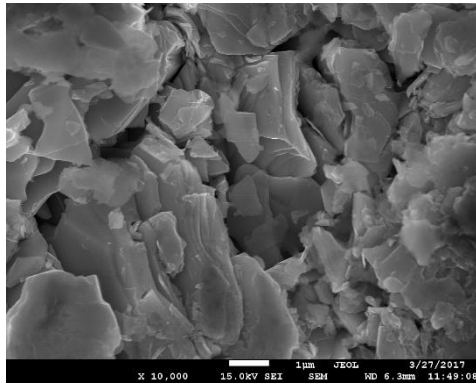
(f)



(c)



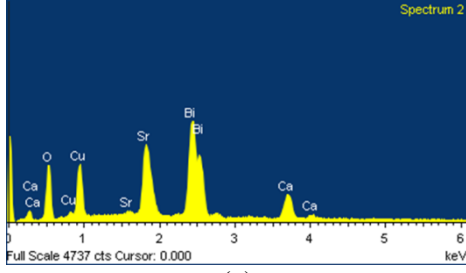
(g)



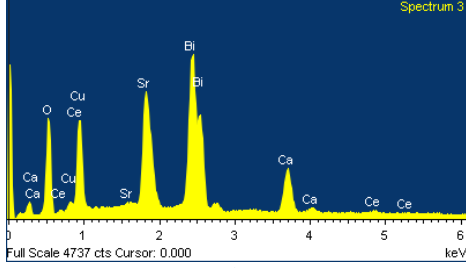
(d)

Şekil 3. (a) A, (b) B, (c) C, (d) D, (e) E, (f) F ve (g) G malzemelerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

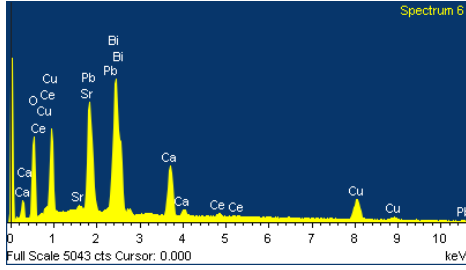
Üretilen malzemelerde bulunan atomik bileşimlerin kantitatif değerleri, elektron dağılımlı X-ışını (EDX) ile incelenmiştir. Üretilen malzemelerin EDX analizleri Şekil 4'te gösterilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi saf malzeme hariç üretilen diğer malzemelerde Ce pikleri görülmektedir. Ayrıca üretilen malzemelerin % ağırlıkları EDX analizlerinden elde edilmiştir. Bu değerler sırasıyla Tablo 2'de verilmiştir.



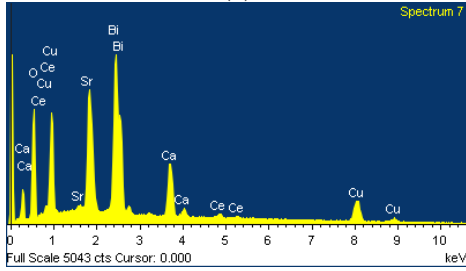
(a)



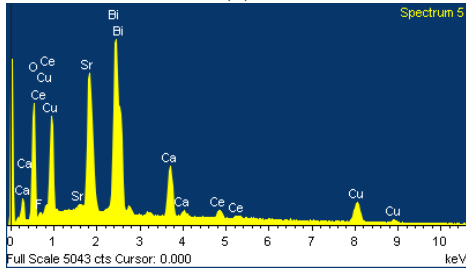
(b)



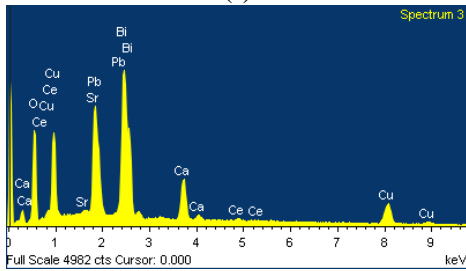
(c)



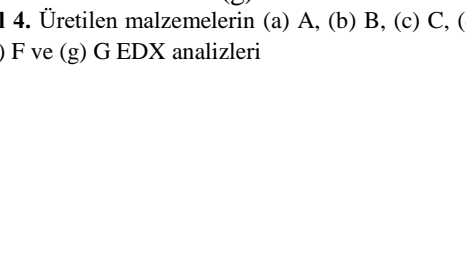
(d)



(e)



(f)



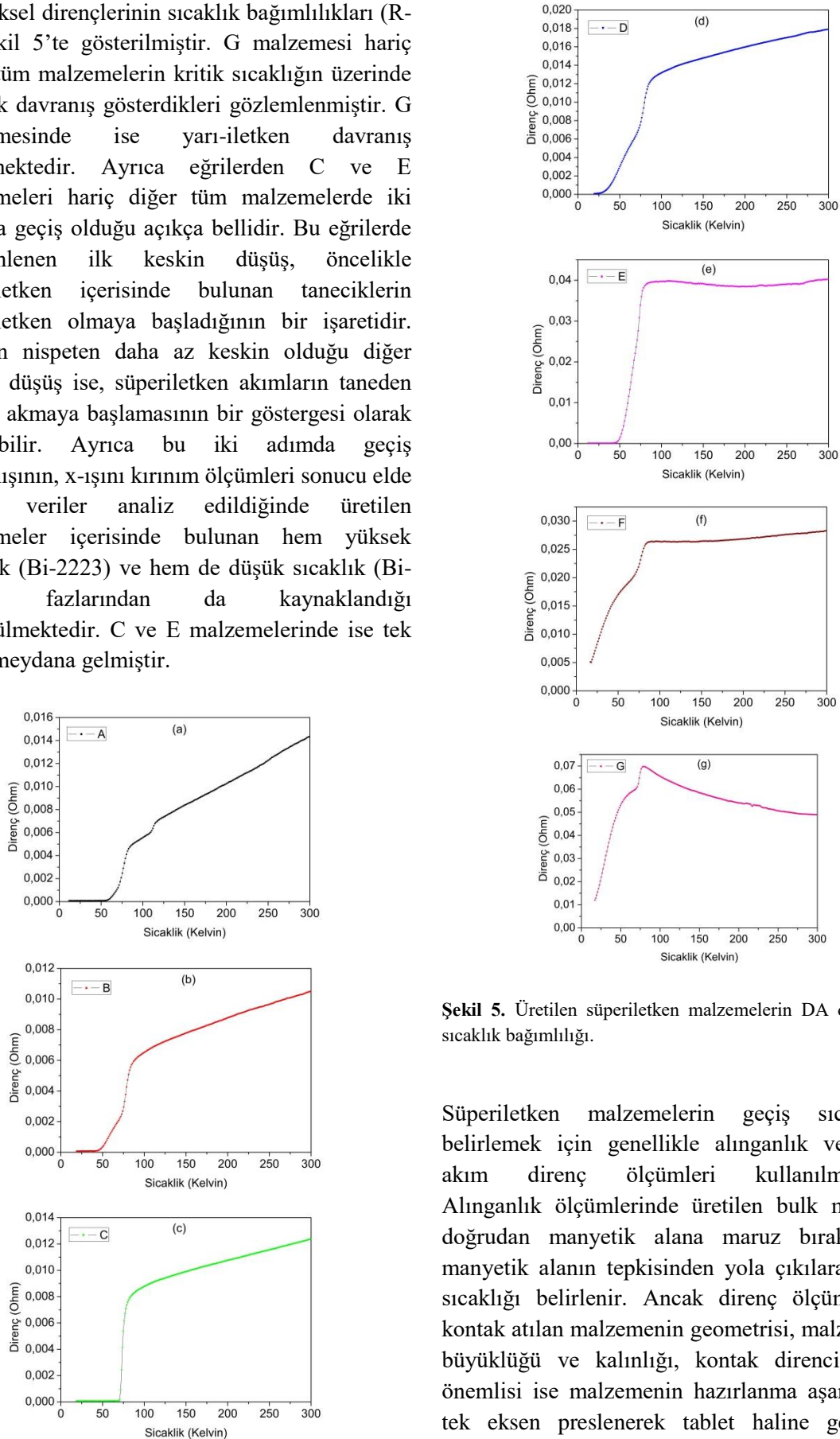
(g)

Tablo 2. Tüm malzemelerin EDX analizlerinden elde edilen % ağırlıkları.

Malzeme	Element	% Ağırlık
A	Bi	43,03
	Sr	15,43
	Ca	5,25
	Ce	0,00
	Cu	16,67
	O	19,62
	Toplam	100,00
B	Bi	41,17
	Sr	14,99
	Ca	5,25
	Ce	1,16
	Cu	17,35
	O	20,08
	Toplam	100,00
C	Bi	33,75
	Pb	5,50
	Sr	15,13
	Ca	6,74
	Ce	2,00
	Cu	17,43
	O	19,44
Toplam	100,00	
D	Bi	38,23
	Sr	14,73
	Ca	6,28
	Ce	2,09
	Cu	17,97
	O	20,70
	Toplam	100,00
E	Bi	27,01
	Pb	1,25
	Sr	14,02
	Ca	12,80
	Ce	3,60
	Cu	18,49
	O	22,83
Toplam	100,00	
F	Bi	38,47
	Sr	14,96
	Ca	5,26
	Ce	3,62
	Cu	17,74
	O	19,94
	Toplam	100,00
G	Bi	40,44
	Pb	1,00
	Sr	15,21
	Ca	5,31
	Ce	1,17
	Cu	17,55
	O	20,31
Toplam	100,00	

Şekil 4. Üretilen malzemelerin (a) A, (b) B, (c) C, (d) D, (e) E, (f) F ve (g) G EDX analizleri

Bu çalışmada üretilen tüm malzemelerin DA elektriksel dirençlerinin sıcaklık bağımlılıkları (R-T) Şekil 5'te gösterilmiştir. G malzemesi hariç diğer tüm malzemelerin kritik sıcaklığın üzerinde metalik davranış gösterdikleri gözlemlenmiştir. G malzemesinde ise yarı-iletken davranış görülmektedir. Ayrıca eğrilerden C ve E malzemeleri hariç diğer tüm malzemelerde iki adımda geçiş olduğu açıkça bellidir. Bu eğrilerde gözlemlenen ilk keskin düşüş, öncelikle süperiletken içerisinde bulunan taneciklerin süperiletken olmaya başladığının bir işaretidir. Eğrinin nispeten daha az keskin olduğu diğer keskin düşüş ise, süperiletken akımların taneden taneye akmaya başlamasının bir göstergesi olarak görülebilir. Ayrıca bu iki adımda geçiş davranışının, x-ışını kırınım ölçümleri sonucu elde edilen veriler analiz edildiğinde üretilen malzemeler içerisinde bulunan hem yüksek sıcaklık (Bi-2223) ve hem de düşük sıcaklık (Bi-2212) fazlarından da kaynaklandığı düşünülmektedir. C ve E malzemelerinde ise tek geçiş meydana gelmiştir.



Şekil 5. Üretilen süperiletken malzemelerin DA direncinin sıcaklık bağımlılığı.

Süperiletken malzemelerin geçiş sıcaklığını belirlemek için genellikle alınganlık ve doğru akım direnç ölçümleri kullanılmaktadır. Alınganlık ölçümlerinde üretilen bulk malzeme doğrudan manyetik alana maruz bırakılır ve manyetik alanın tepkisinden yola çıkılarak geçiş sıcaklığı belirlenir. Ancak direnç ölçümlerinde kontak atılan malzemenin geometrisi, malzemenin büyüklüğü ve kalınlığı, kontak direnci ve en önemlisi ise malzemenin hazırlanma aşamasında tek eksen preslenerek tablet haline getirilmiş

olması geçiş sıcaklığını belirlemede önemlidir. Malzeme hazırlama aşamasında standart hazırlama işleminin aynı yapılamaması ilave edilen katkı malzemelerinin tam olarak ne gibi etkilere yol açtığını tespit etmeyi zorlaştırmaktadır. Bu açıdan bakıldığında C ve E malzemelerinde tek adımda geçişin sebebinin bu faktörlere bağlı olabileceği değerlendirilmektedir. Benzer şekilde G malzemesinde önce yarıiletken davranış daha sonra süperiletken davranış görülmesinin sebebi de yukarıdaki faktörlere bağlıdır. Ayrıca seramik süperiletkenlerin tanecikli yapıya sahip oldukları bilinmektedir. Seramik süperiletkenler iki farklı kritik sıcaklığa sahiptirler. Birincisi, süperiletken taneciklere özgü diğeri de tanecikler arası çiftlenim sonucu tanecikten taneciğe süperakım akışının başladığı sıcaklığa karşılık gelen çiftlenim sıcaklığıdır. Buradaki çiftlenim zayıf bağlar aracılığı ile oluşur. Bu açıdan bakıldığında G malzemesinde zayıf bağların varlığı ve yukarıda bahsedilen faktörler nedeniyle önce yarıiletken davranış ardından da süperiletken davranış gösterdiği değerlendirilmektedir.

Tablo 3'te bu çalışmada üretilen tüm malzemelerin direnç ölçümlerinden elde edilen parametreler verilmiştir.

Tablo 3. Malzemelerin direnç ölçüm sonuçları.

Malzeme	T_{c1} başlangıç (K)	T_{c2} başlangıç (K)	T_c bitiş (K)
A	116,6	83,8	58,1
B	85,2	73,1	44,5
C	81	-	71
D	84,6	71,7	29,7
E	79,6	-	48,2
F	84,6	72,4	17,5
G	-	-	-

Burada T_{c1} başlangıç ve T_{c2} başlangıç sırasıyla ilk ve ikinci geçişin başladığı sıcaklıklar ve T_c bitiş'te bu geçişlerin sonlandığı sıcaklıktır. Bu değerlerden de görüldüğü gibi seryum miktarının artması ile geçiş sıcaklıklarında da tıpkı örgü parametrelerinde olduğu gibi belirli bir düzen yoktur.

4.SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada nadir toprak elementi olan Ce katkısının geleneksel katı-hal reaksiyonu ile hazırlanan Bi-tabanlı süperiletkenlerin yapısal ve süperiletkenlik özelliklere etkisi DTK/TGA, XRD, SEM ve R-T ölçümleri aracılığıyla analiz edilmiştir.

DTK ve TGA analizlerinden hiç ısıl işlem görmemiş tozların termal analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu analiz sonuçlarına göre kalsinasyon ve son ısıl işlem sıcaklıklarına karar verilmiştir. Kalsinasyon sıcaklıkları olarak 700 ve 800 °C'nin uygun olduğu ve son ısıl işlem sıcaklığının da 845 °C olması gerektiği sonucuna varılmıştır.

XRD araştırmaları, Ce miktarındaki artış ile *a* ve *c* hücre parametrelerinin düzenli bir şekilde değişmediğini ortaya koymaktadır. Üretilen tüm malzemelerde hemen hemen Bi-2212 fazının baskın olduğu görülmektedir. SEM sonuçları, üretilen malzemelerin morfolojilerinin yapraklı ve tabakalı bir yapıya sahip olduğunu ve süperiletken taneciklerin birbirleri ile güçlü bir şekilde bağlandıklarını ortaya koymaktadır.

DA direnç ölçümlerinden G malzemesi hariç diğer tüm malzemelerin kritik sıcaklığın üzerinde metalik davranış gösterdikleri gözlemlenmiştir. G malzemesinde ise yarı-iletken davranış görülmektedir. Ayrıca eğrilerden C ve E malzemeleri hariç diğer tüm malzemelerde iki adımda geçiş olduğu açıkça bellidir. Bunun sebebinin üretilen malzemeler içerisinde iki fazın (Bi-2223 ve Bi-2212) bir arada bulunması olduğu düşünülmektedir. Sonuç olarak tek faz malzeme üretimi gerçekleştirilememiştir. Bunun nedenleri kullanılan başlangıç tozlarının saflığı, karıştırma süreleri, kalsinasyon sıcaklık ve süreleri, presleme basıncı ve son ısıl işlem sıcaklık ve süresi olabilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Hakkari Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FM2017BAP5 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1]. Runde, M.: IEEE Trans. Appl. Supercond. 5, 813 (1995).
- [2]. Godeke, A., Cheng, D., Dietderich, D.R., English, C.D., Felice, H., Hannaford, C.R., Prestemon, S.O., Sabbi, G., Scanlan, R.M., Hikichi, Y., Nishioka, J., Hasegawa, T.: IEEE Trans. Appl. Supercond. 18, 516 (2008).
- [3]. Miao, H., Meinesz, M., Czabai, B., Parrell, J., Hong, S.: AIP Conf. Proc. 986, 423 (2008).
- [4]. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T.: Jpn. J. Appl. Phys. 27, L209 (1988).
- [5]. Mousavi Ghahfarokhi, S.E., Zargar Shoushtari, M.: Physica B 405, 4643 (2010).
- [6]. P. Majewski, J. Mater. Res. 15 (2000) 854.
- [7]. Biju, P.M. Sarun, R.P. Aloysius, U. Syamaprasad, J. Alloy Compd. 433 (2007) 68–72.
- [8]. X.Y. Lu, K. Watanabe, D. Yi, H. Chen, A. Nagata, C. Physica, Supercond. Appl. 471 (2011) 1090.
- [9]. C. Terzioglu, H. Aydin, O. Ozturk, E. Bekiroglu, I. Belenli, Phys. B: Cond. Mater. 403 (2008) 3354–3359.
- [10]. T.S. Chin, T.W. Huang, W.T. Lin, N.C. Wa, Y.H. Chou, T.C. Wu, P.T. Wu, H.H. Yen, Symp. Proc. Mater. Res. Soc., 1988, p. 261.
- [11]. L. Ciontea, V. Boffa, T. Petrisor, R. Bruzzese, E. Perte, C. Alvani, Phys. C: Supercond. Appl. 257 (1996) 304.
- [12]. Y.W. Hsueh, S.C. Chang, R.S. Liu, L. Woodall, M. Gerards, Mater. Res. Bull. 36 (2001) 1653.
- [13]. P.E. Kazin, Yu D. Tretvakov, Russian Chem. Rev. 72 (2003) 849.
- [14]. Sedky, J. Phys. Chem. Sol. 70 (2009) 9.
- [15]. W. Zhu, C.K. Kuo, P.S. Nicholson, J. Am. Ceram. Soc. 80 (8) (1997) 1975.
- [16]. J.C. Grivel, F. Kubel, R. Flukiger, J. Therm. Anal. 48 (1997) 665–674.
- [17]. B.A. Marinkovic, P.M. Jardim, F. Rizzo, L. Mancic, O. Milosevic, Materials Chemistry and Physics 94 (2005) 233–240.
- [18]. H.K. Liu, S.X. Dou, M. Ionescu, Z.B. Shao, K.R. Liu, L.Q. Liu, J. Mater. Res. 10 (11) (1995) 2933–2937.
- [19]. Chong, M. Hiroi, J. Izumi, Y. Shimoyama, Y. Nakayama, K. Kishio, T. Terashima, Y. Bando, M. Takano, Science 276 (1997) 770–773.
- [20]. T. Motohashi, Y. Nakayama, T. Fujita, K. Kitazawa, J. Shimoyama, K. Kishio, Phys. Rev. B 59 (1999) 14080–14086.
- [21]. W.D. Wu, A. Keren, L.P. Le, B.J. Sternlieb, G.M. Luke, Y.J. Uemura, Phys. Rev. B 47 (1993) 8172–8186.
- [22]. Crossley, A.D. Caplin, A.V. Berenov, J.L. MacManus, Supercond. Sci. Technol. 13 (2000) 551–557.
- [23]. C.W. Chiu, R.L. Meng, L. Gao, Z.J. Huang, F. Chen, Y.Y. Xue, Nature 365, 323 (1993).
- [24]. S.A. Halim, S.A. Khawaldeh, S.B. Mohammed, H. Azhan, Mater. Chem. Phys. 61, 251 (1999).