

1. Giriş

Magnezyum borür, MgB_2 1954 yılından bu yana bilinen bir bor bileşiği olarak, özellikle yüksek sıcaklık refrakter malzeme yapımı ve alaşım yapımı gibi alanlarda sıkça kullanılmaktadır (JONES, 1954).

2001 yılının Ocak ayında Japonya'da düzenlenen Geçiş Metal Oksitleri sempozyumunda Profesör J. Akimitsu'nun grubunca sunulan çalışmada üstüniletken magnezyum borürün (MgB_2) geçiş sıcaklığının 39K olduğu açıklanmıştır (NAGAMATSU, 2001). Bu keşif, ilk defa metalik bir süperiletkenin 39 K gibi yüksek bir kritik sıcaklığa sahip olması ve bor atomunun süperiletken de olması dolayısı ile izotop etkisinin araştırılarak BCS teorisinin test edilmesini de gündeme getirmiştir. Budko ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda, izotop etkisinin varlığı kanıtlanmıştır. Bu bileşimdeki bor izotop olayı ve bant yapısı çalışmaları, süperiletkenliğin elektron-fonon bağlantısı ile gerçekleştiğini göstermektedir (BUDKO, 2003).

Son yıllarda yapılan yoğun çalışmalar süper iletken magnezyum borürün 20 K'de santimetre kare başına bir milyon amperin üzerinde akım geçirmeye uygun olduğunu ve süperiletken özelliklerinden hiç birşey kaybetmediğini göstermiştir (TAKANO, 2001).

Süperiletkenlik uygulamalarında yaygın olarak kullanılan Nb_3Sn ile benzer özelliklere sahip olması ancak geçiş sıcaklığının daha yüksek olması, daha düşük yoğunluğu ve hem magnezyum hem de borun tabiatta bolca bulunmaları, MgB_2 'ü teknoloji için ilginç bir malzeme kılmaktadır.

Süperiletken tel üretiminde MgB_2 'ün başlangıç malzemesi olarak toz formunda olması uygun bir kılıf malzemesi kullanılmadan tel yapımına elverişli olmadığını göstermektedir. Ayrıca kullanılacak kılıf malzemesinin süperiletkenliğe zarar vermemekle birlikte termal, elektrik ve mekanik özelliklerinin iyi olması ve MgB_2 ile reaksiyona girmemesi çok önemlidir (EĞİLMEZ, 2004).

MgB_2 tozunun tel olarak üretimi için tüp içinde toz (TİT) yöntemi, en pratik ve en ekonomik üretim tekniği olarak gözükmektedir. Bu metotda üstüniletken toz sünnek bir metal tüp içine doldurulur ve daha sonra çeşitli uygulamalar için daha küçük çaplara mekanik yöntemlerle indirilir. Suo ve arkadaşları kılıf malzemesi olarak Fe (SUO, 2001; COLLINGS, 2003), Glowacki Ag, (GLOWACKI, 2001), Tanaka Ni (TANAKA, 2002), Soltanian Cu (SOLTANIAN, 2003) kullanmışlardır. Kılıf malzemeleri arasında demir, ekonomik olması, dış manyetik alan etkilerine karşı manyetik perdeleme oluşturması ve MgB_2 ile etkileşmemesi

nedeniyle süperiletken tellerin üretiminde tercih sebebidir. (WANG, 2001), (HORVAT, 2002). Bakır da ucuz olmasının yanında kolay deforme edilebilen bir malzeme olduğundan kılıf malzemesi olarak kullanılmaktadır ancak yüksek sıcaklıklarda yapılan tavlama işleminde bakır üstüniletken çekirdek MgB_2 ile etkileştiği için kritik akım yoğunluğunu belli seviyelerde düşürmektedir (XIANG, 2003). Ayrıca borun yada magnezyumun kılıfla reaksiyona girmemesini sağlamak amacıyla Nb ve Ta kılıflar denenmiştir (GOLDACKER, 2001; FENG, 2003; FU, 2003; KOV'AC, 2006).

1.1. KONUYLA İLGİLİ ÖNCEDEN YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR

Tablo 1.1 de literatürde MgB_2 bobin ve teller üzerinde yapılmış çalışmalar özetlenmiştir. Buna göre çelik ve demir kılıflı tellerde 4.2 K de 1mm lik tel veya bobinlerden 350 A e kadar akım sürülebilmiştir. Bu ise MgB_2 araştırmalarının teknolojik uygulamalara ne kadar yaklaştığının göstergesidir.

Tablo 1.1. Literatürde MgB_2 bobin ve teller üzerinde yapılan çalışmalar

Malzeme/Kılıf	Uzunluk(m)& Dış Çap (mm)	Sıcaklık (K) /Manyetik Alan	Akım (A) /Akım yoğunluğu(A/cm ²)	Referans
MgB_2 /Ni teyp	-	4.2 K/0T	$-/3 \times 10^5$ A/cm ²	GRASSO, 2001
In-situ MgB_2 /Fe bobin & tel	-	15 K/0T	$-/4.5 \times 10^5$ A/cm ²	WANG, 2001
Ex-situ MgB_2 /Ni bobin	10 m 80 sarımlı /1mm	4.2 K/0T	105 A/ 5×10^4 A/cm ²	TANAKA, 2002
In-situ MgB_2 /Cu	3.5m50sar./0.5	4.2 K/0.37 T	200 A/ 4.4×10^5 A/cm ²	MACHİ, 2003
In-situ MgB_2 /Cu	1 m/1 mm 5 sar. 1m/1mm 100 sar	4.2 K/0T	72A/ 1.33×10^5 A/cm ² 100A/-	SOLTANIAN, 2003
In-situ MgB_2 /Cu bob.	42m80sar/1mm	4.2 K/0T	120 A/ 6.12×10^4 A/cm ²	SUMPTION, 2004
In-itu MgB_2 /Febobin	4m /1mm	4.2 K/1T	185 A/-	FANG, 2004
In-situ MgB_2 /Cu bob	18 m/1mm	20K	360 A/ 1.8×10^5 A/cm ²	
In-itu MgB_2 /Cubobin	20m170sar/1mm	4.2 K/0T	278 A/-	HASÇİÇEK, 2004
Ex-situ MgB_2 /SS	6 katman heliks 25 m/1mm	25K/1T 4.2 K/0T	220 A/ 2.8×10^4 A/cm ² 350 A/ 4.5×10^4 A/cm ²	SERQUİS, 2004
In-situ MgB_2 /Cu	1 m heliks/1 mm	4.2 K/0T	$-/1.3 \times 10^5$ A/cm ²	BHATIA, 2004
In-situ MgB_2 /Fe	18m kare tel	20K/0T 20K/1T 25K/0T 25K/1T 30K/0T 30K/1T	360 A/- 159 A/- 260 A/- 110 A/- 157 A/- 51 A/-	SALAMA, 2007

Elektrik akımı bir süperiletkenden geçtiği zaman küçük elektron girdapları oluşturur. Elektronların bu girdap hareketi enerjinin soğurulmasına ve malzemenin süperiletken özelliğinin kaybolmasına sebep olmaktadır. Önemli olan bu elektron girdaplarının yerinin bilinmesi ve onu delip geçebilecek şartların sağlanmasıdır. Eğer uygun elektrik ve manyetik alan şartları oluşturulursa bu girdaplar sabit kalacak ve delinecek veya nanometre mertebesine küçültülerek üstüniletkenliğe katkı sağlayacaktır. Bu girdapların merkezine bir yabancı atom yerleştirildiğinde artık hareket edemeyecekler ve enerji harcamayacaklardır. Burada önemli olan elektrik akımının geçişine izin veren ve bu girdapların hareketine engelleyici uygun yabancı katkının bulunmasıdır. In-situ ve ex-situ olarak hazırlanmış tellerin kritik akım yoğunluğunu arttırmak için en iyi yöntem kimyasal katkılamadır (ZHAO, 2001; MA, 2003; DOU, 2003; SUMPTION, 2005; PACHLA, 2006).

MgB₂ ile birlikte kullanılan Ti veya Al, partiküller arasındaki boşlukların doldurulmasını ve partiküllerin bir birine bağlanmasını sağlamaktadır (FU, 2003). Ti hekzagonal kristal yapısıyla magnezyum borüre benzediği ve daha küçük bir hacme sahip olduğu için, aynı zamanda yüksek ergime sıcaklığına sahip iyi bir iletken olduğundan dolayı katkı malzemesi olarak kullanılmış ve kritik akım yoğunluğunu önemli derecede artırmıştır (OKUR, 2005; GENCER, 2005; YAVAŞ, 2005).

Katkı malzemesi olarak kullanılan Mg ise yumuşak ve ergime sıcaklığı düşük olduğu için rahatlıkla MgB₂ içerisine akarak partiküller arasında bağlantı oluşturmaktadır (EĞİLMEZ, 2004; OKUR, 2005). Aynı zamanda katkılanan fazla Mg yüksek sıcaklıklarda tavlama sırasında bakır kılıflı tellerin iç duvarlarında oluşan MgCu₂ katmanının oluşumu sırasında üstüniletken çekirdekteki Mg'un difuzyonu ile ortaya çıkan magnezyum borürün kimyasal oranının korunmasını sağlayarak üstüniletkenliğin bozulmasını engellemektedir (EĞİLMEZ, 2004), (SOLTANIAN, 2002). Parçacıklar arasındaki bağlantıyı artırma ve daha homojen MgB₂ ve Mg/Ti karışımı elde edilmesi açısından ısıl tavlama yöntemi de sıkça kullanılan bir metottür (YAMAMOTO, 2003). Son yapılan çalışmalar Mg (OKUR, 2005) ve Ti (ZHAO, 2001), (OKUR, 2005), (KILIÇ, 2004) katkılarının akım yoğunluğunu ve geçiş sıcaklığını oldukça arttırdığını ortaya koymaktadır.

Kritik akım yoğunluğunu arttırmak amacıyla yapılan diğer bir çalışma da Zr katkılıdır. Farklı bileşimlerde hazırlanan örneklerden ($Mg_{1-x}Zr_xB_2$), en iyi J_c değerleri $Mg_{0.9}Zr_{0.1}B_2$ 'ye ait olup 0.56 T ve 5 K'de 2.1×10^6 A/cm² ile 0 T ve 20 K'de 1.83×10^6 A/cm²'dir (FENG, 2001).

Wang ve arkadaşları, MgB_2 matriksine ağırlıkça % 5-10-15 oranında Y_2O_3 nanoparçacıkları eklemiştir. Deneysel çalışmalar sonucunda % 10 nano- Y_2O_3 katkılı örnekten 2 T ve 4.2 K'de 2.0×10^5 A/cm² lik kritik akım yoğunluğuna ulaşmıştır (WANG, 2002).

Li, Al ve Si katkılama ile yapılan çalışmada kritik akım yoğunluğu Si katkısıyla artarken, kritik sıcaklıkta önemli bir azalma olmamıştır (CİMBERLE, 2002).

Canfield ve grubu ise, % 5 oranında karbon katkısı ile süperiletkenlik geçişinin 4 K kadar düştüğünü fakat 36 T'lık yüksek manyetik alana kadar süperiletkenliğin bozulmadığını göstermiştir (RIBEIRO, 2003). Bu sonuç yüksek manyetik alan oluşturmak için kullanılan süperiletken bobinler için çok önemlidir. Oysa NbSn tipi alaşımlar ancak 30 T ya kadar dayanabilmektedir. Shimura bakır kılıf kullanarak hazırladığı TiH_2 katkılı MgB_2 tellerden 4.2 K'de 208 A'lık yüksek akıma karşılık gelen $J_c = 230$ kA/cm² lik kritik akım yoğunluğuna ulaşmıştır (SHİMURA, 2004). MgB_2 süperiletken teyplerde elektromanyetik özelliklerinin artırılması konusunda yapılan son çalışmalarda % 10 SiC katkılama 5K'de 37 Tesla H_{c2} , ve 20 K'de 5×10^5 A/cm² ile, katkısız MgB_2 'ye göre 30 kat akım yoğunluğuna ulaşarak rekor bir sonuç elde edilmiştir (SUMPTION, 2005).

Serquis, % 5 Mg ve % Mg+SiC katkılama yaptığı tel ve bobinleri iki farklı ısı işleme tabii tutmuştur. Buna göre; sıcak izostatik preslenmiş MgB_2 tellerin yüksek sıcaklık ve manyetik alanda tavlanmış tellerden daha yüksek kritik akım yoğunluğuna (8T'da 10^4 A/cm²) sahip olduğunu saptamıştır (SERQUİS, 2005).

Kov'ac ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, ex-situ ve in-situ yöntemle hazırlanan % 10 SiC ve % 10 W katkılı MgB_2 teller, kritik akım yoğunlukları, filamentlerin çapları, sarım sayıları, mekanik özellikleri ve termal kararlılıkları bakımından karşılaştırılmıştır. Fe kılıf kullanarak ex-situ olarak hazırlanan % 10 W katkılı telin kritik akım yoğunluğu artan dış manyetik alanla (0-10 T) 10^5 kat azalırken, Nb/AgMg kılıf kullanarak in-situ olarak hazırlanan % 10 SiC katkılı MgB_2 telin kritik akım yoğunluğu 10^3 kattan daha az azalmaktadır. SiC tanecikleri tavlama esnasında bozunmuş; borun karbonla

yerdeğiřtirmesi, üst kritik alanı (H_{c2}) arttırmıř dolayısıyla kritik akım yoğunluęu arttırmıřtır (SUMPTION, 2005; PACHLA, 2006). Silikonun Mg ile etkileřmesiyle oluřan Mg_2Si ve Mg_2SiO_4 fazları MgB_2 'ün tanecik yapısını korumaktadır (PACHLA, 2006). Tungsten parçacıkların varlıęı, hem direnci hem de termal iletkenlięi etkilemesi nedeniyle kritik akım yoğunluęunu arttırmıřtır (KOV'AC, 2004). Ayrıca in-situ yöntemle hazırlanan örneklerde ısıtma esnasında oluřan kırılmaların daha az olduęu gözlenmiřtir.

Dięer bir çalıřmada, Nb/CuNi kılıflı katkısız ve Mg-SiC katkılı tek filamentli teller ile Nb/Cu/CuNi kılıflı ve Mg katkılı 18 filamentli MgB_2 tellerin kritik özellikleri incelenmiřtir. 25 K ve 0 T'da kritik akımları sırasıyla 200A, 238A, 328A olarak bulunmuřtur (YE, 2007).

Hishinuma, Fe ve Ta kılıflarda hazırladıęı magnezyum ve bor karıřımına %1 ve %3 oranında Mg_2Cu eklemiřtir. Yarıçapı 1.04 mm'ye indirgenen teller 400-500°C sıcaklıkta Ar atmosferinde çok uzun süre (100-700 saat) tavlannıřtır. Sonuç olarak 450°C sıcaklık ve 200-300 saat tavlama süresinde maksimum 1.8×10^5 A/cm² kritik akım yoğunluęuna ulařılmıřtır (HİSHİNUMA, 2007).

Süperiletken malzemenin homojen tanecik yapısı ve ierisine daęılmıř nanoboyuttaki safsızlıklar manyetik akı merkezleri olarak davranırlar. Dou ve grubu karbon hidrat ieren malik asit ve řeker katkısının (KİM, 2006; ZHAOSHUN, 2007) manyetik alan ierisinde hacmi (bulk) ve teyp MgB_2 ' nin kritik akım yoğunluęunu önemli ölçüde (yaklařık 10 kat) arttırdıęını ve SiC katkılamanın oluřturduęu iyileřtirmeye benzer sonuçlar gösterdięi bildirmiřtir (WANG, 2003; MATSUMATO, 2004; SOLTANIAN, 2004; SİHAİ, 2007).

Üstüniletken MgB_2 toz partikülleri arasındaki fiziksel ve elektriksel baęlantı aısından dięer bir önemli parametre de toz parçacık büyüklüęüdür. Magnezyum tanecik boyutunun süperiletken matris üzerindeki etkileri incelenen bir çalıřmada, Mg tanecik boyutunun artmasıyla reaksiyona girmeden kalan magnezyum miktarının arttıęı gözlenmiřtir. Magnezyum tanecik boyutunun azaltılması sayesinde düzeltilen manyetik akı girdabı kritik akım yoğunluęunu arttırmıřtır (VİNOD, 2007).

Jiang, ticari olarak aldıęı amorf bor 8-10 mm apında peletler haline getirmiř ve boroksiti uzaklařtırmak üzere 950°C' de 3 gün boyunca % 4 hidrojen ierikli Argon atmosferinde tutmuřtur. Bor peletleri MgB_2 oluřturmak üzere 1 gün boyunca Mg buharı

ile etkileştirilmiştir. X-ray kırınım cihazı ve mikroyapısal analizler boroksitin uzaklaştırılmasının MgO oluşumunu engellediğini kanıtlamıştır. Granüller arası oluşan MgO, telin akım taşımamasını engellediğinden borun saflaştırılması büyük ölçüde yarar sağlamaktadır (JIANG, 2006).

Soltanian, katkı malzemesi olarak kullandığı silisyum karbürün (SiC) tanecik boyutunun kritik akım yoğunluğuna etkisini incelemiştir. Tanecik boyutu 20 nm, 100 nm ve 37 µm olan SiC kullanılmış olup, kritik akım yoğunluğu azalan tanecik boyutuyla artmıştır. 20 nm % 10 SiC katkılı örnekten 8T ve 5K'de 2.0×10^4 A/cm²'lik akım yoğunluğuna ulaşmıştır (SOLTANIAN, 2004).

Tavlama sıcaklığı ile ilgili yapılan çalışmada ex-situ yöntemle hazırlanan teller yaklaşık 950°C de ısıl işlem gerektirirken, in-situ yöntemle hazırlanan tellerde daha düşük sıcaklıklarda (600-750°C) reaksiyon tamamlanmaktadır (DOU, 2003; FU, 2003).

Düşük karbon içerikli çelik kılıf kullanılarak hazırlanan MgB₂ tellerde en iyi kritik akım yoğunluğu 700°C'de sinterlenmiş örneklerden elde edilmiştir. Bununla birlikte; yüzeyin kalınlığı, süperiletken fazın bileşimi, MgB₂ taneciklerinin boyutu kritik akım yoğunluğu değerini etkilemektedir (XU, 2005).

Tüp içinde toz yöntemine alternatif teşkil edecek bir yöntem olarak metal matris kompozit yöntemi gösterilebilir. Metal matris kompozitler en az iki bileşenden oluşur; metal matris ve genellikle intermetalik bir bileşik olan ikinci bileşen mevcuttur. Metal matris yeni kompozitin sünekliğini, sertliğini ve elastik modülünü iyileştirir. Metal matris kompozit yöntemi yığın üstüniletken üretmek için yaygın şekilde kullanılan bir yöntem olmamakla beraber, bu yöntem yüksek sıcaklık üstüniletkenlerinde Ag metal matris kullanılarak (CHEN, 1988) ve Al ve Mg metal matris kullanılarak MgB₂ üstüniletkeninde (SHARONİ, 2001; DUNAND 2001) kullanılmıştır. Birçok araştırma grubu ticari olarak satılan B ve Mg kullanarak MgB₂ üretmeyi başarmışlardır. Dünyadaki B rezervinin %73'ünün ülkemizde bulunmasının yanında mevcut B ve türevleri yurt içinde etkin bir biçimde işlenememektedir. Yakın bir gelecekte pazarda ciddi bir paya sahip olacak bu yeni üstüniletkene endüstriden yüksek miktarlarda talep geleceği düşünülmektedir.

2 GENEL BİLGİLER

BOR MADENCİLİĞİNİN TARİHÇESİ

Tarihte ilk olarak Babiller Uzak Doğu'dan boraks ithal etmişler ve altın işletmeciliğinde kullanmışlardır. İlk boraks kaynağı Tibet Göllerinden elde edilmiş ve boraksın Marco Polo tarafından Avrupa'ya getirilmesiyle modern bor endüstrisi başlamıştır. 1702 yılında İtalya'da Hommerg'in, boraksı demir sülfatla ısıtmasıyla borik asit elde edilmiştir (ÇEÇEN, 1969). İlk ticari borik sit 1830 da üretilmiş ve ancak 31 yıl sonra 1861 de ilk Osmanlı Maden Yasası yürürlüğe girmiştir. 1864 de Kaliforniya'da ilk ticari bor üretimi yapılmış ve ülkemizdeki bor yatakları 1865-1958 arasında yaklaşık yüz yıl yabancı şirketler tarafından işletilmiştir. 1935 te Türkiye'de maden arama ve işletme faaliyetlerini yapmak üzere Etibank ve MTA kurulmuştur. 1958 de Etibank Kütahya Emet yataklarından ilk cevherin üretimi gerçekleştirilerek 1959 da Türkiye'nin ilk bor madeni ihracatı yapılmıştır. 1960 da Türk Boraks Madencilik A.Ş. ve Türk ortakları tarafından Kırka Sodyum Borat yataklarının bulunmasından 15 yıl sonra 1975 de Bandırma Sodyum Perborat tesisi işletmeye alınmıştır. Daha sonra 1984 de Kırka I. Bor türevleri tesisi, 1987 de Bandırma II. Borik Asit tesisleri, 1996 da Kırka II. Boraks pentahidrat tesisi, 2001 de Kırka III. Boraks pentahidrat tesisi ve son olarak 2004 Emet Borik Asit tesisi işletmeye alınmıştır.

Dünya'daki önemli bor yatakları Türkiye, Rusya ve ABD'de bulunmaktadır. Rezervler açısından incelendiğinde boroksit bazında Türkiye'nin payı % 64 olmaktadır. Ayrıca Türkiye'nin bor madenlerinin rezerv ömrü 389 yıl iken, dünyanın ikinci büyük rezerv ülkesi Rusya'nın bor rezervi ise 69 yıllık ömre sahiptir. Dünya rezervleri ve bu rezervlerin tüketim artış hızları düşünüldüğünde, 50-80 yıl sonra ülkemiz bor yataklarının yegane bor kaynağı olma ihtimali yüksektir. Dünya bor rezervleri ve kaynakları Tablo 1'de verilmektedir. Türkiye'de bilinen başlıca bor yatakları Batı Anadolu'da yer almaktadır. Türkiye rezervinin ise, % 37'si Bigadiç, % 34'ü Emet, % 28'i Kırka ve % 1'i Kestelek Bor İşletmesi tarafından karşılanmaktadır. Türkiye bor rezervleri ve işletmeleri Tablo 2.1'de verilmektedir (KILIÇ, 2004).

Tablo 2.1. Dünya Bor Rezervleri ve Kaynakları (milyon ton, B₂O₃ bazında)

	Görünür Ekonomik Rezerv	Muhtemel Mümkün Rezerv	Toplam Rezerv	Toplam Rezervdeki Payı (%)	Rezerv Ömrü (Yıl)
Türkiye	224,000	339,000	563,000	64	389
Rusya	40,000	60,000	100,000	11	69
ABD	40,000	40,000	80,000	9	55
Şili	8,000	33,000	41,000	5	28
Çin	27,000	9,000	36,000	4	25
Peru	4,000	18,000	22,000	2	15
Bolivya	4,000	15,000	19,000	2	13
Kazakistan	14,000	1,000	15,000	2	10
Arjantin	2,000	7,000	9,000	1	6
TOPLAM	363,000	522,000	885,000	100	610

Tablo 2.2. Türkiye Bor Rezervleri ve Eti Holding A.Ş. 'ye Bağlı İşletmeler

Üretim Yeri	Mineral	Rezerv (milyon ton)	% B ₂ O ₃	Kapasite (Ton/Yıl)	Üretim (Ton/Yıl)
Kırka Bor İşletmesi	Tinkal	605.5	25.8	200,000	558
Emet Bor İşletmesi	Kolemanit	835.6	27.5-28.5	500,000	300
Bigadiç Bor İşletmesi	Üleksit	49.2	29.1	200,000	200
	Kolemanit	576.4	29.4	200,000	90
Kestelek Bor İşletmesi	Kolemanit	7.7	25-33.2	100,000	60
TOPLAM		2074.4		1,200,000	1208

2.1. BOR ELEMENTİ

Bor bileşikleri, özellikle boraks yüzyıllardır bilindiği halde borun saf elementi ilk kez 1808 yılında Fransız kimyager Joseph Gay-Lussac ve Baron Louis Thenard ve İngiliz kimyager Sir Humphry Davy tarafından boroksitin potasyum ile ısıtılmasıyla elde edilmiştir. Davy, **borakstan** elde edilen ve **karbona** benzeyen bu elemente *boron* adını vermiştir (BANKS,?). 1892 yılında H. Moisson'un boroksiti magnezyumla indirgemesiyle % 86 saflıkta elementel bor elde edilmiştir. Bu metotla elde edilen bora, Moisson'nun boru adı verilmiştir. 1909 yılında W. Weintraub, BCl_3 'ün termal bozunmasıyla % 99 saflıkta bor eldesini başarmıştır (BAUDİS, and FİCHTE, 1999).

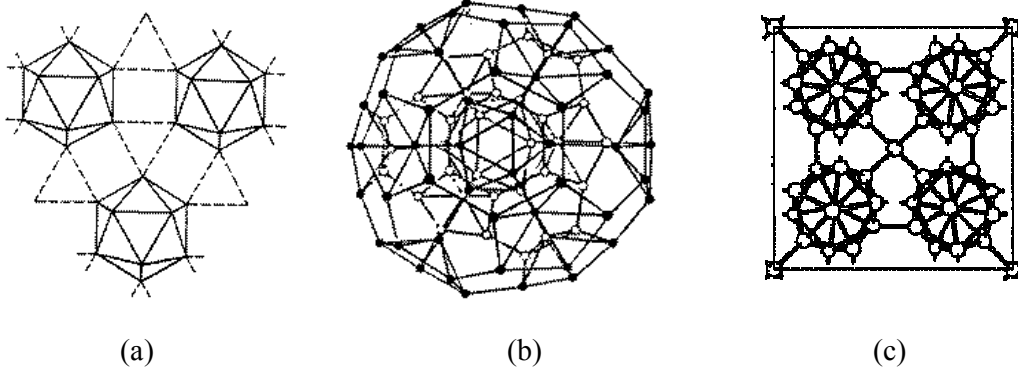
Periyodik tablonun 2. periyot III A grubunda yer alan bor elementi, atom numarası 5, kütle numaraları 10 ve 11 olan iki kararlı izotopundan oluşur. Kimyasal sembolü **B** olup, III A grubunun metalle ametal arası yarı iletken özelliğe sahip tek elementidir. Doğada hiçbir zaman serbest halde bulunmayan bor, oksijene olan yüksek afinitesi dolayısıyla inorganik boratlar halinde bulunur. Bor, yeryüzünde toprak, kayalar ve suda yaygın olarak bulunur. Toprağın bor içeriği genellikle 10-20 ppm ABD'nin batı bölgeleri ve Akdenizden Kazakistan'a kadar uzanan yörede yüksek konsantrasyonda bulunur. Deniz suyunda 0.5-9.6 ppm, tatlı sularda ise 0.01-1.5 ppm aralığındadır (SİVRİKAYA & SARAÇBAŞI, 2004).

Metal veya ametal elementlerle yaptığı bileşiklerin gösterdiği farklı özellikler, endüstride birçok bor bileşiğinin kullanılmasına olanak sağlamaktadır. Bor, bileşiklerinde metal dışı bileşikler gibi davranır, ancak, farklı olarak saf bor, karbon gibi elektrik iletkenidir. Kristalize bor görünüm ve optik özellikleri açısından elmasa benzer ve neredeyse elmas kadar serttir.

2.1.1 Bor'un Yapısı

Bor, amorf ve kristalin polimorf olmak üzere, olmak üzere, çeşitli allotropik formlarda bulunur. Kristal borun birkaç farklı allotropik formu olup, en iyi bilinenleri α -rhombohedral bor, β -rhombohedral bordur. Bunun dışında 4 tetragonal şekli daha vardır, fakat bunlar küçük miktarlarda azot ve karbonla stabilize edilebilir (ULLMANN, 2002).

Borun α -rhombohedral yapısı en basit allotropik yapısıdır, ve az bozulmuş kübik sıkı istiflenmede hemen hemen düzenli ikosahedral B_{12} içerir. Rhombohedral birim hücre $a_0=5.057 \text{ \AA}$, $a=58.06^\circ$ sahiptir ve 12 adet B atomu içerir.



Şekil 2.1. (a) α -Rhombohedral Bor, (b) β -Rhombohedral Bor, (c) α -Tetragonal Bor.

Termodinamik olarak borun en kararlı polimorfu β -rhombohedral modifikasyonu olup birim hücredeki 105 tane B atomuyla en karmaşık yapıdır ($a_0=10.145 \text{ \AA}$, $a=65.28^\circ$). Birim hücrede bulunan B atomları C_{60} 'a benzer bir dış kabuk oluştururlar (WEB_1, 2007).

İlk olarak hazırlanmış kristal polimorf B, a-tetragonal bor olarak adlandırılmış ve birim hücrede ($4B_{12}+2B$) 50 bor atomuna sahip olduğu bulunmuştur (Baykal, E.D., 2003). Yapılan son çalışmalar, bu fazın azot ve karbon yokluğunda oluşamayacağını ve hazırlama koşullarına bağlı olarak, $B_{50}C_2$ veya $B_{50}N_2$ formüllerine sahip olduklarını göstermiştir.

2.1.2. Fiziksel Özellikler

Elementel borun fiziksel özellikleri, kristal yapısı ve saflığından önemli ölçüde etkilenmektedir. Yoğunluğu 2.30 g/mL olan amorf bor, 2300°C 'de eriyip, 2550°C 'de, süblimleşirken, α -rhombohedral bor 2180°C 'de eriyip, 3650°C süblimleşir ve yoğunluğu 2.46 g/mL 'dir (KIRK-OTHMER, 2001).

Bor, karbonun allotropu olan elmadan sonra en sert elementtir. α -rhombohedral bor kırmızımsı kahverengi, β -rhombohedral bor parlak grimsi siyah, amorf hali ise; kahverengimsi gri renktedir (ULLMANN, 2002). Oda sıcaklığında elektrik iletkenliği zayıftır, fakat yüksek sıcaklıklarda çok yüksektir.

Tablo 2.3. Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri
(EVCİN, 2007, ULLMANN, 2002, KIRK OTHMER, 2001)

Atom Numarası	5	
Atom Ağırlığı	10.811 g/mol	
Atomik Çapı	1.17Å	
Erime Noktası	2300°C	Amorf
	2180°C	α-rhombohedral
Kaynama Noktası	3660°C	
Süblimleşme Noktası	2550°C	Amorf
	3650°C	α-rhombohedral
Yoğunluk (20°C)	2.30 g/mL	Amorf
	2.35 g/mL	β-rhombohedral
	2.46 g/mL	α-rhombohedral
Molar Hacmi	4.68 cm ³ /mol	
Sertlik	2390 kg/mm ²	Knoop
	9.3	Mohs
	49000 MPa	Vickers
İletkenlik	1.0 e ⁻¹² 10 ⁶ /cm	Elektriksel
	0.274 W/cmK	Termal
Isı Kapasitesi (27°C)	12.054 JK ⁻¹ mol ⁻¹	Amorf
	11.166 JK ⁻¹ mol ⁻¹	β-rhombohedral
Entropy (25°C)	6.548 JK ⁻¹ mol ⁻¹	Amorf
	5.875 JK ⁻¹ mol ⁻¹	β-rhombohedral
Atomizasyon Entalpisi (25°C)	573.2 kJ/mol	
Füzyon Entalpisi	22.18 kJ/mol	
Buharlaşma Entalpisi	480 kJ/mol	
Buharlaşma Isısı	489.7 kJ/mol	
Buhar Basıncı (2300°C)	0.348 Pa	

2.1.3. Kimyasal Özellikler

Bor elementinin kimyasal özellikleri morfolojisine ve tanecik büyüklüğüne bağlıdır. Mikron boyutundaki amorf bor kolaylıkla ve şiddetli olarak reaksiyona girerken, kristalin bor kolay reaksiyona girmez.

Kimyasal olarak ametal olan kristal bor, normal sıcaklıklarda su, hava ve hidroklorik / hidroflorik asitler ile reaksiyona girmez, sadece yüksek konsantrasyonlu nitrik asit ile sıcak ortamda borik asite dönüşebilmektedir.

Elektronik konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^1$ olan borun yükseltgenme basamağı 3'tür, ancak B^{3+} iyonları bulunmaz. Borun bağ yapan orbitalleri elektronlarından fazla (4 orbital, 3 elektron) olduğundan elektron çifti alıcısı yani bir lewis asidi gibi davranır ve çok merkezli bağ yapma eğilimine sahiptir. Yüksek sıcaklıklarda oksijen ile reaksiyona girerek bor oksit (B_2O_3), aynı koşullarda azot ile bor nitrür (BN) ve titanyum ile titanyum borür (TiB_2) gibi endüstride kullanılan bileşikler oluşturabilmektedir. Hidrojen ile doğrudan reaksiyona girmez, ancak indirekt olarak bor hidrürleri oluşturur.

Halojenler (F_2, Cl_2, Br_2) ile şiddetli reaksiyona girerek bor halojenürleri oluşturur. Florür ile oda sıcaklığında bor triflorür, klorür ile $500^\circ C$ 'de bor triklorür ve $600^\circ C$ 'de bromür ile bor tribromür elde edilir (CUEİLLERON, J., 1944) .

Elementel bor etkin bir indirgendir, su buharını hidrojene ($800^\circ C$), azot oksitleri bor nitrüre indirgerken kendisi boroksit'e yükseltgenir. Fe_2O_3 , TiO_2 ve Cr_2O_3 gibi geçiş metallerinin oksitleri elementel bor ile reaksiyona girdiğinde, bor oksit ve metal borürler oluşur.

Sodyum hidroksit, NaOH çözeltisiyle reaksiyona girmezken, erimiş sodyum karbonat, Na_2CO_3 veya erimiş sodyum karbonat-sodyum nitrat, $NaNO_3$ karışımıyla tamamen reaksiyona girer.

Tablo 2.4. Bor Elementinin Kimyasal Özellikleri (EVCİN, 2007)

Standart elektrot potansiyeli	$B + 3H_2O \rightarrow H_3BO_3 + 3H^+ + 3e^-$ - 0.73 V
Elektron afinitesi	32 kJ/mol – 0.332 eV
Elektronegativite	2.04 (Pauling)
	2.01 (Mulliken)
İyonik Çap	0.25 nm
Atomik Çap	0.80-0.95 nm (bağlanma tipine bağlı)
Birinci iyonlaşma enerjisi	798 kJ/mol – 8.27 eV
İkinci iyonlaşma enerjisi	2426 kJ/mol – 25.15 eV
Üçüncü iyonlaşma enerjisi	3658 kJ/mol – 37.92 eV

2.2. BOR ÜRÜNLERİ

Bugün dünyada ve Türkiye'de kullanım alanı bulan bor mineralleri ve bunlardan elde edilen ticari ürünleri, üretim aşamaları ve prosesleri dikkate alarak, ham bor, rafine bor ürünleri ve son olarak ta özel bor kimyasalları olmak üzere üç gruba ayırabiliriz.

2.2.1. Ham Bor Ürünleri

Doğada konsantre bor cevheri olarak bulunan ürünlerdir. Ticari öneme sahip başlıca bor mineralleri Tablo 4'te verilmiştir. Ham bor ürünlerinin % 90'ı borik asit, boraks penta ve dekahidrat gibi rafine bor ürünleri üretiminde kullanılır.

Tablo 2.5. Ham Bor Ürünleri (WEB_2 2008)

Kernit	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Pandermit	$\text{Ca}_4\text{B}_{10}\text{O}_{19} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Tinkalkonit	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	İnderit	$\text{Mg}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$
Tinkal	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Szaybelit	$\text{MgBO}_2(\text{OH})$
Probertit	$\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Hidroborasit	$\text{CaMgB}_6\text{O}_{11} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Üleksit	$\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	Borasit	$\text{Mg}_3\text{B}_7\text{O}_{13}\text{Cl}$
Kolemanit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Asarit	$\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Meyerhofferit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Datolit	$\text{Ca}_2\text{B}_2\text{Si}_2\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$
İnyoit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 13\text{H}_2\text{O}$	Sassolit (borik asit)	$\text{B}(\text{OH})_3$

2.2.2. Rafine Bor Ürünleri

Uygun yapıdaki ham bor cevheri kullanılarak kimyasal reaksiyona yapılmaksızın veya yapılarak ana mineral harici maddelerin uzaklaştırılması sonucunda elde edilen ürünlerdir. Rafine bor ürünleri borun en çok tüketilen türevlerini oluşturmaktadır. Bu ürünler ekonomik bazda bor kaynağı olarak özel bor ürünlerinin üretiminde kullanılırlar. Ticari boyutta dünyada üretilen rafine bor ürünleri ve boroksit miktarları Tablo 5'te gösterilmiştir.

Tablo 2.6. Rafine Bor Ürünleri (WEB_2 2008)

Ürün Adı	Formülü	B ₂ O ₃ (%)
Bor oksit (Susuz borik asit)	B ₂ O ₃	100,0
Sodyum oksiborat	Na ₂ B ₈ O ₁₃	81,8
Susuz boraks	Na ₂ B ₄ O ₇	69,3
Sodyum metaborat	Na ₂ B ₂ O ₄ .4H ₂ O	64,2
Borik asit	H ₃ BO ₃	56,5
Boraks pentahidrat	Na ₂ B ₄ O ₇ .5H ₂ O	47,8
Boraks dekahidrat	Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O	36,5
Sodyum perborat	NaBO ₃ .4H ₂ O	22,0

2.2.3. Özel Bor Kimyasalları

Özel bor kimyasalları, ham ve rafine ürünlerden ileri teknoloji gerektiren yöntemler ile üretilen spesifik bir amaç için kullanılan ürünlerdir.

Tablo 2.7. Özel Bor Kimyasalları (SÜMER, 2004)

Elementel Bor
İnorganik Boratlar
Bor Halojenürler
Floroborik asit ve Floroboratlar
Refrakter Bor Bileşikleri <ul style="list-style-type: none"> ✓ Bor Karbür ✓ Bor Nitrür ✓ Metal Borürler
Ferrobör ve Diğer Bor Alaşımları
Bor Hidrürler
Borik asit esterleri
Boranlar

Dünya rezervlerinin yüzde 65'ine yakın bir kısmına sahip olduğumuz 1.2 milyar dolarlık dünya bor pazarındaki payımız, 1.2 milyon tonluk tüvenan cevher üretimimizle % 20'ler düzeyinde kalmaktadır. Özel bor kimyasalları açısından incelediğimizde ise, % 1'lere bile ulaşamadığı söylenebilir. Bu oranlar, bu önemli hammadde kaynağından etkin bir şekilde yararlanamadığımızın kanıtıdır. Bunun en önemli nedeni daha fazla katma değer yaratan rafine ya da özel bor ürünleri için gerekli yatırımların yapılamamış olmasıdır.

2.3. BOR ÜRÜNLERİNİN ENDÜSTRİDE KULLANILDIĞI YERLER

Bor mineralleri ve bileşikleri cam sanayinden, iletişim araçlarına, otomobil sanayinden tarım sektörüne kadar çok çeşitli endüstri dallarında çok farklı malzeme ve ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır.

Borik asit ve boraks; ısıya karşı dayanıklılık, yüzey sertliği ve dayanıklılık gibi özelliklerin istendiği özel camların üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca yalıtımı sağlayan cam elyafı ve seramik sanayiinde emaye akışkanlıklarını arttırıp, yoğunluklarını ve doyunlaşma ısılarını düşürmek için boraks ve borik asit kullanılır.

Elementel bor, günümüzde askeri faaliyetler sırasında aydınlatma; nükleer silahlar ve nükleer güç reaktörlerinde muhafaza amacıyla kullanılmaktadır.

İnorganik boratlar sınıfından **sodyum perborat;** deterjan, beyazlatıcı ve tekstilde, **sodyum metaborat;** yapıştırıcılar, deterjan, zirai ilaçlama, fotoğrafçılık ve tekstilde, **sodyum pentaborat;** gübre ve yangın geciktiricilerinde kullanılmaktadır. **Potasyum pentaborat;** paslanmaz çelik ve çeşitli demir dışı metallerin kaynak ve lehim işlemlerinde, **baryum metaborat;** korozyon önleyici olarak, **amonyum diborat;** üreformaldehit reçinelerinde nötralizasyon amacı ile, **amonyum pentaborat** elektrolitik kapasitörlerinde elektrolit olarak kullanılmaktadır. Antifriz bileşiklerinde, metalurjik fluxlarda ve porselen üretiminde **kalsiyum borat;** mantar oluşumunu önlemek için **bakır borat** kullanılmaktadır.

En yaygın kullanılan bor halojenür **bor triflorür**dür ve organik sentez reaksiyonlarında önemli rol oynar. Friedel-Crafts alkilleme reaksiyonunda, esterleşme reaksiyonlarında, aromatik bileşiklerin nitrasyonu ve sulfonasyonunda katalizör görevi görmektedir. Çoğu olefin polimerizasyon reaksiyonlarında başlatıcı olarak, alkan ve alkenlerin izomerizasyonunda bor triflorür kullanılır. Diğer bir bor halojenür, **bor triklorür**ün en önemli uygulaması bor fiberlerinin hazırlanmasında kullanılmasıdır. Bor triklorür ve hidrojen içeren bir sistemden yüksek sıcaklıktaki tungsten filament geçirildiğinde bor triklorürün bora indirgenmesiyle güçlü bor fiberleri oluşur. Bor triklorür, bor triflorür gibi kuvvetli Lewis asiti

olması nedeniyle organik reaksiyonlarda katalizör olarak kullanılmaktadır. Benzer özellikteki **bor tribromür** de olefin polimerizasyonunda başlatıcı görevi görür. Bor triiyodürün bilinen ticari bir uygulaması yoktur (Ullmann, 2002) .

Floroborik asit, diğer floroborat tuzlarının hazırlanmasında, aynı zamanda elektrokaplama ve alüminyumun yüzey işlemleri için batırma çözeltisi olarak kullanılır. Erimiş alkali-metal ve amonyum floroboratlara, askeri amaçlı kullanılan metal oksitler için iyi bir çözücüdür. LiF ve NaBF₄ ün bir karışımı nükleer reaktörde soğutucu olarak ve fisyonu uğrayabilen malzemeler için bir çözücü olarak kullanılır. Alkali metal floroboratlara ve floroborik asit; organik sentez ve polimerizasyon reaksiyonlarını katalizler. Lityum floroborat, lityum-sülfür pillerinde elektrolit olarak kullanılır.

Bor karbür, özel bor kimyasalları içinde en çok kullanılanlardan biridir. Yüksek sıcaklığa dayanıklılığı ve nötron absorpsiyon yeteneği sayesinde askeri araçların zırhlanmasında ve nükleer reaktörlerde kullanılır. Metal matris kompozitler, bor karbür ve alüminyumdan veya alüminyum alaşımlarından yapılmaktadır.

Bor nitrid, sıcak preslenen bornitrid, birçok seramik malzemeye göre daha az kırılımandır. Mekanik bakımdan serttir, delme ve kesme işlemlerinde kullanılır. Toz halindeki hegzagonal bor nitrid yüksek sıcaklıklarda yağlama malzemesi olarak geniş bir alanda kullanılmaktadır.

Metal borürler, Cr, Mo, Ti, Tn, Ni, Zr, Hf, ve Ce, borürleri, roket egzozu, türbin kanadı, sıcaklık iletkeni, elektrik kontağı ve pota imâlinde kullanılır. **Lantanyum heksaborür**, LaB₆ metalik özellikte, termik ve kimyasal yönden dayanıklı bir malzeme olduğundan elektroliz işlemlerinde katod malzemesi olarak kullanılır. **Zirkonyum diborür**, ZrB₂ sıcaklık değişimleri ve korozyona karşı çok dayanıklıdır. Bu sebeple termoelementlerde koruyucu kaplama ve pota malzemesi olarak kullanılır. Zr ve Ti borürleri veya karbür karışımları, alüminyum elektrolizinde hücreleri kaplamada tercih edilir (ÇEÇEN, 1969). Süper iletken özellik gösteren **magnezyum diborür**, MgB₂ yüksek güç transformatörlerinde, yüksek akım taşıyan iletim tellerinde ve en önemlisi MRI cihazlarının manyetik bobinlerinde kullanılabilir. Ayrıca magnezyum borür diğer borürlerden farklı olarak bor hidrid karışımları üretecek şekilde hidrolize formdadır.

Ferrobora, çeliği bor ile alaşımlandırma ve trafo çekirdeklerinde amorf malzeme olarak kullanılması en önemli kullanım alanını oluşturmaktadır. **Nikelli ve kobaltlı bor** alaşımları da yüksek frekanslı trafo çekirdeklerinde kullanılmaktadır. Bu alaşımlardan üretilen teller EKG gibi cihazların semerlerinin üretiminde tercih edilmektedir (KILIÇ, 2004).

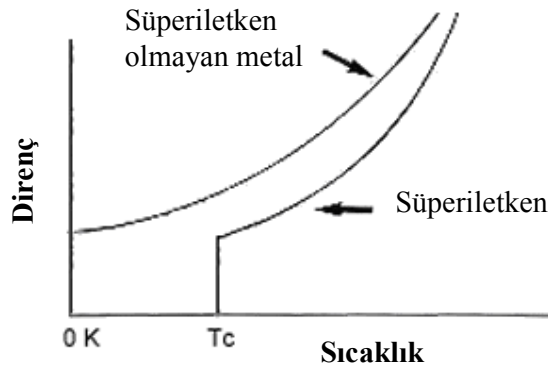
Bor hidrürler; hidrojen elde etmek için redüksiyon malzemesi olarak kullanılır. **Sodyum bor hidrür**ün suyla temasında bozunma sonucu ortaya çıkan serbest oksijen temiz bir yakıt olarak içten yanmalı motorlarda ve yakıt pillerinde kullanılabilir (DURAL, 2008).

Metil borat ticari olarak en büyük öneme sahip **borik asit esteridir**, çünkü sodyum bor hidrür ve diboran sentezinde kullanılırlar. Metil borat azeotropları kaynaklarda erime noktasını düşüren madde olarak özellikle de Avrupa da kullanılırlar. Borat esterleri alev geciktirici olarak, hidrokarbonların oksidasyonunda, trialkilboranların hazırlanmasında ve yağlama malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Boranlar çok reaktiftir, dolayısıyla uygulamada dikkat gerekir. Diboran organik kimyada güçlü fakat seçici bir indirgendir. Bir elektrofilik reaktiftir ve nükleofilik alkali-metal bor ve alüminyum hidrürlerle tepkimeye girer.

2.4. SÜPERİLETKENLİK

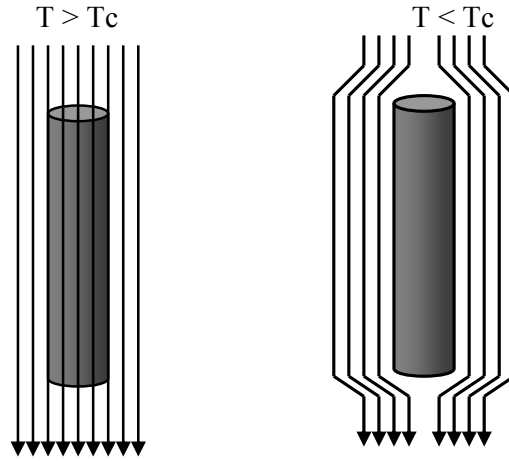
Süperiletkenler, ısıları belli bir seviyeye düşürüldüğünde elektrik akımına karşı dirençlerini tamamen kaybeden maddelerdir. Süperiletkenliğin tarihi, 1908 yılında Hollandalı fizikçi Heike Kamerlingh Onnes' un kaynama sıcaklığı 4.2 K olan helyumu sıvılaştırmasıyla başlamıştır. Onnes, 1911'de Leiden Üniversitesinde metallerin düşük sıcaklıktaki dirençlerini incelerken, Hg'nın 4.2 K de elektrik direncinin sıfıra gittiğini keşfetmiş ve süperiletken olarak nitelendirmiştir. Süperiletkenliğin 1911'deki keşfinden sonra, pek çok metalin direncinin, her metale özgü kritik bir T_c sıcaklığının altında, sıfıra gittiği gözlenmiştir.



Şekil 2.2: Süperiletkenlik kritik geçiş sıcaklığında direncin sıfıra yaklaşması.

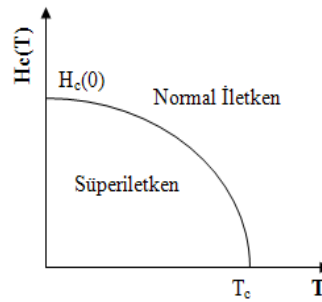
Sıvı helyum ve metallerin düşük sıcaklık özellikleri üzerinde yaptığı çalışmalar Onnes'a 1913 Nobel Fizik Ödülünü kazandırmıştır.

1933 yılında Walther Meissner ve öğrencisi Robert Ochsenfold süperiletkenlerin manyetik özelliklerini incelemiştir ve manyetik alanda soğutulan bir süperiletkenin kritik sıcaklık altında, diamanyetikliğini (manyetik alanı dışladığını) keşfetmişlerdir. Süperiletken haldeki malzemenin içinden manyetik alan geçmeyerek dışarıdan dönmesine Meissner etkisi denir.



Şekil 2.3. Meissner etkisi

Manyetik alanda bulunan süperiletkenin kritik sıcaklığı (T_c), manyetik alan arttıkça azalmaktadır. Manyetik alan (H), kritik bir H_c değerini aştığında, süperiletkenlik ortadan kalkar ve normal bir iletken gibi davranır. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla yaklaşık olarak $H_c(T) = H_c(0) [1 - (T / T_c)^2]$ şeklinde değiştiği bulunmuştur. Burada $H_c(0)$; 0K' de üstüniletkenliği bozmak için gerekli manyetik alandır. T_c ise; normal durumdan üstüniletkenlik durumuna geçiş sıcaklığıdır.



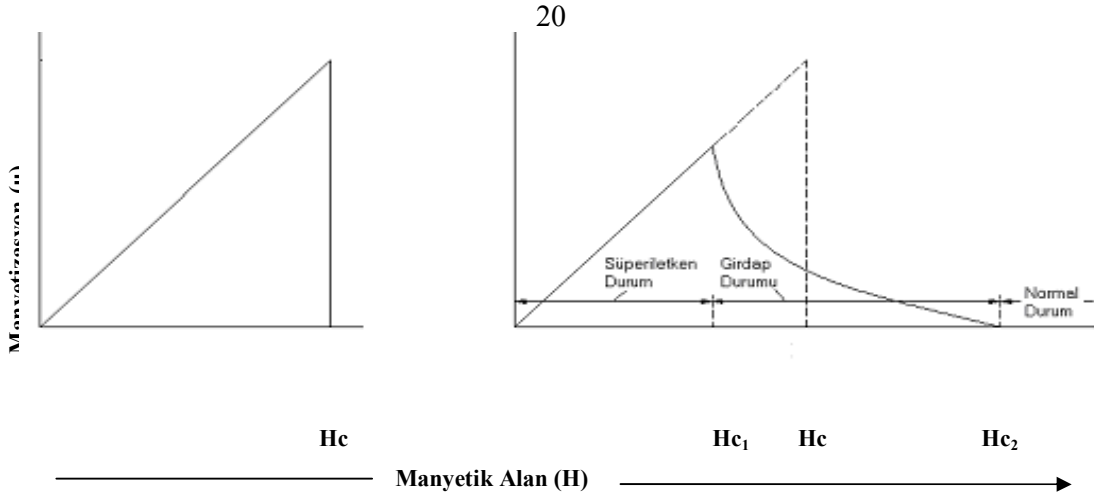
Şekil 2.4. H_c kritik manyetik alanının sıcaklığa bağlı değişimi.

1935 yılında, Fritz ve Heinz London kardeşler süperiletkenliği elektrodinamiğin teorisi olarak geliştirdiler. London eşitliğine göre, süperiletken yüzeyinden içine doğru gidildiğinde, manyetik alan eksponansiyel olarak azalmaktadır. Böylece, manyetik alan Meissner olayı ile uyumlu olarak numune içinde sıfır olmaktadır. Yüzey akımlarından kaynaklanan manyetik alan numuneye belli bir miktarda nüfuz etmekte ve bu oluşumun karakteristik boyu nüfuz derinliği (λ) olarak adlandırılmaktadır.

V. Ginzburg ve L. Landau, 1950'de genel simetri özelliklerine dayalı süperiletkenlere teorik açıklama getirmişlerdir. *Ginzburg – Landau theory* süperiletkenlerin makroskopik özelliklerini açıklamasına rağmen, mikroskopik özelliklerinde yetersiz kalmıştır.

Süperiletkenliği anlamaya yönelik ilk teori, 1957'de Illinois Üniversitesindeki üç fizikçi; John Bardeen, Leon Cooper ve Robert Shcricffer tarafından geliştirilmiştir. BCS teorisi olarak bilinen bu yaklaşım, titreşim halindeki kafes yapısı içerisinde elektronların birbirine kilitlenmiş olarak bir düzen içinde nasıl aktığını açıklamaktadır. Normal metallerde serbest durumda bulunan iletkenlik elektronları kristal yapı içerisinde pozitif iyonların arasından elektrik alanı altında hareket ederken sürtünme ve çarpışma gibi olaylardan dolayı hareketi kısıtlanarak bir direnç oluşturur. Bir elektron bir iyonun yanından geçerken onu kendisine doğru çeker, fakat çok kısa bir süre sonra yay sistemine benzer şekilde eski pozisyonuna döner. Eğer kristal yapı belli bir geçiş sıcaklığının altına kadar soğutulursa bu durumda eski konumuna dönmesi zaman alır. İkinci bir elektron bir öncekinin arkasından giderken bu iyon tarafından çekilerek hareketi hızlanmış olur. Böylece, birinci elektronun deformasyonu sonucu ortaya çıkan kristal potansiyeli, ikinci elektron için çekim alanı oluşturur. Bu ise dolaylı olarak iki elektronun birbirini çekmesi gibi düşünülebilir. Bu şekilde çiftlenmiş elektronlara *Cooper çifti* denir ki süperiletkenliğin kurulmasında çok önemli rol oynarlar.

Alexei Alekseevich Abrikosov, dış manyetik alan varlığında süperiletkenlerin özelliklerini araştırmıştır. 1957'de süperiletken malzemelerin Tip I ve Tip II süperiletkenler olmak üzere ikiye ayrıldığını bulmuştur. Tip I süperiletkenlerde manyetizasyon, kritik manyetik alana kadar artar ve o noktada sıfıra düşer, yani normal iletken olur. Bu tip süperiletkenler yumuşaktır, dimanyetiktir ve düşük sıcaklıklarda süperiletkenlerdir. Bunlardan Al, Hg, Sn gibi saf metalik malzemeler de, Tip I süperiletkenlerde $H < H_c$ H_c kritik alanın altında, Meissner olayından dolayı manyetik alan tamamen perdelenmiştir.



Şekil 2.5. Tip I ve Tip II süperiletkenlerde manyetik perdeleme

II. tip bir süperiletkenler, şekil 2.4' te H_{c1} ve H_{c2} olarak gösterilen iki kritik alan tarafından belirlenmektedir. Uygulanan alan, H_{c1} alt kritik alanından küçükse, madde tam olarak süperiletkendir ve I. tip süperiletkenlerde olduğu gibi hiçbir akı maddeye nüfuz edemez (SUMPTION, 2004). Uygulanan alan, H_{c2} üst kritik alanı aştığında, akı numunenin tamamına nüfuz eder ve süperiletken hal ortadan kalkar. Ancak, H_{c1} ile H_{c2} arasındaki alanlar için malzeme “ Girdaplı hal” (vorteks hali) olarak bilinen karışık halde bulunur. Girdaplı halde madde sıfır dirence sahip olabilir ve akı kısmen nüfuz edebilir. Uygulanan alan alt kritik alanı geçtiğinde, girdaplı bölgeler, normal kısımlardan oluşan fitiller şeklinde olur. Uygulanan alanın şiddeti arttığında fitil sayıları artar ve alan üst kritik alana ulaştığında, numune normal hale geçer.

Manyetik alan uygulanmış Tip II süperiletkenden akım geçirildiği zaman manyetik akı çizgilerini dışarıya doğru akıma dik yönde itmeye çalışan Lorentz kuvveti oluşur. Eğer manyetik akı çizgileri tamamen dışarıya atılamazsa bu durumda bir ısı üretilir. Bu ise malzemenin ısınmasına ve T_c geçiş sıcaklığının düşmesine sebep olmaktadır. Safsızlıklar ekleyerek, girdapları bir yere çivilemek (flux pinning) suretiyle hareketlerini engelleyerek; bu tip bir süperiletken için sıfır direnç oluşturmak mümkün olabilir. Malesef çoğu süperiletken malzemelerde belirli bir kritik akım değerine kadar manyetik akının geçişine izin veren bir çok yapı kusurları vardır. Genellikle kritik akım yerine kritik akım yoğunluğu uygulama için çok önemli bir parametredir.

1962 yılında, ilk ticari süperiletken tel, niyobyum ve titanyum alaşımından Westinghouse'daki araştırmacılar tarafından yapılmıştır. Aynı yıl, Brian D. Josephson, 2 mm kalınlığında yalıtkan bir engel ile ayrılmış iki süperiletken arasında tünelleme akımının oluştuğunu ispatlamıştır. Josephson etkisi olarak bilinen bu özellikten çok zayıf manyetik

alanları algılamada kullanılan SQUID (superconducting quantum interference devices) cihazlarında yararlanılmıştır.

Bilim adamları, yıllarca, daha yüksek sıcaklıklarda süperiletkenlik gösteren yeni malzemeler araştırmışlardır. Yakın zamana kadar bilinen en yüksek kritik sıcaklığa (23,2 K) sahip olan malzeme niyobyum germanyum ($Nb_3 Ge$) alaşımı idi. 1986 yılının başlarında, İsviçre IBM Araştırma Laboratuvarlarında, J. George Bednorz ve Karl Alex Müller, süperiletkenlik alanında devrim yaratan bir keşifte bulunmuşlardır. Bu araştırmacılar lantanyum-baryum-bakır oksijen bileşiğinin yaklaşık 35 K da süperiletken olduğunu bulmuşlardır. Bundan hemen sonra diğer laboratuvarlarda yapılan çalışmalarla süperiletken fazın, $x=0,2$ olmak üzere $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ olduğu bulunmuştur. Diğer bir çalışma, baryum yerine stronsiyum konularak yapılmış, 36 K'lik kritik sıcaklığa ulaşılmıştır. 1986 yılı yüksek sıcaklık süperiletkenliği üzerine yapılan çalışmaların başlangıcı sayılmıştır.

1987 nin başlarında, Alabama ve Houston Üniversitesindeki araştırma grupları, yitrium, baryum, bakır ve oksijenden oluşan karışık bir fazda 92 K'e yakın bir sıcaklıkta süperiletkenlik gözlemişlerdir. Bu keşif dünyanın başka yerlerindeki gruplar tarafından da doğrulanarak süperiletken fazın $YBa_2Cu_3O_7$ olduğu belirlenmiştir. Bu bileşiğin geçiş sıcaklığı, kolayca bulunabilen ve bir soğutucu olan sıvı azotun kaynama sıcaklığı olan 77 K nin üzerinde olması bakımından yüksek sıcaklık süperiletkenliği için bir dönüm noktası olmuştur. Maeda ve arkadaşları bizmut, stronsiyum, kalsiyum, bakır ve oksijenden oluşan Bi_2SrCuO_x (Bi-2201), $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ (Bi-2212), ve $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$ (Bi-2223) seramik bileşiklerini sentezlemişlerdir.

Yüksek sıcaklık süperiletkenliği üzerine yapılan diğer bir çalışmada Tl-Ca-Ba-Cu-O senteziyle yapılmış ve 120 K kritik sıcaklığa ulaşılmıştır (Sheng, 1988). 1993 yılında talyum yerine civa katılarak sentezlenen $HgBa_2Ca_2Cu_3O_8$ süperiletkeninin kritik sıcaklığı 133 K olarak bulunmuştur (Cantoni, 1993). Bu bileşikte talyumun civayla kısmen yer değiştirmesiyle elde edilen $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8+x}$ bileşimli süperiletken faz ile kritik sıcaklık 138 K'e çıkartılmıştır. Tabii ki son hedef, insanoğlunun süperiletkenliği oda sıcaklığında da gerçekleştirebilmesidir.

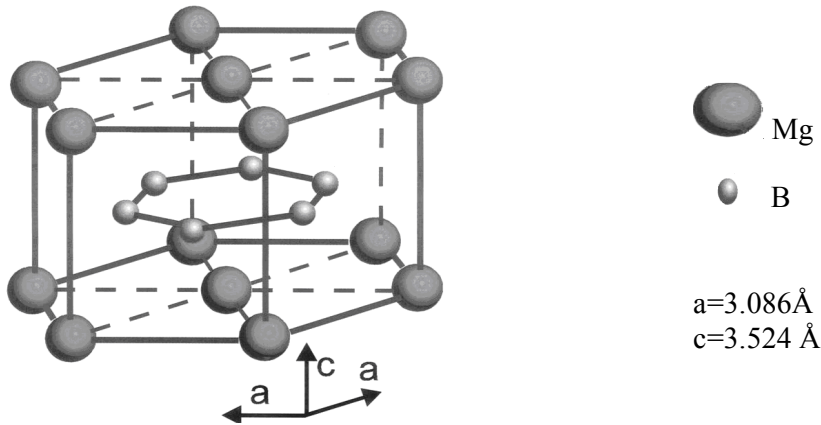
2001 yılında ilk defa metalik bir süperiletken olan magnezyum borürün (MgB_2) 39 K gibi yüksek bir kritik sıcaklığa sahip olduğunu Prof. J. Akimitsu bulmuştur (Nagamatsu, 2001). Son bir kaç yılda yapılan yoğun çalışmalar bu malzemelerden 20 K' de santimetre kare başına bir milyon amperin üzerinde akım geçebildiği ve süperiletkenliğin bozulmadığını

göstermiştir (TAKANO, 2001). Magnezyum borürün yüksek kritik sıcaklık ve akım yoğunluğuna sahip olmasına ilave olarak maliyetinin düşük olması, bu malzemeleri diğer süperiletkenler arasında uygulanabilirlik açısından oldukça avantajlı duruma getirmektedir. Ayrıca 4.2 K çalışma sıcaklığı yerine, çok pahalı olan sıvı helyuma gereksinim duymadan, çok az bir güç sarfiyatı ile 10 K`ne kadar inebilen kroyopompalar kullanılarak veya çok çok daha ucuz olan sıvı hidrojen veya sıvı neon (15 K) ile çalışabilen üstüniletken MgB_2 üzerine kurulan dijital kroyoelektronik teknolojisine MgB_2 üstüniletkeninin sağlayacağı katkı inanılmaz boyutlarda olacaktır.

2.5. SÜPERİLETKEN MgB_2 'ÜN ÖZELLİKLERİ

2.5.1. MgB_2 'ÜN KRİSTAL YAPISI

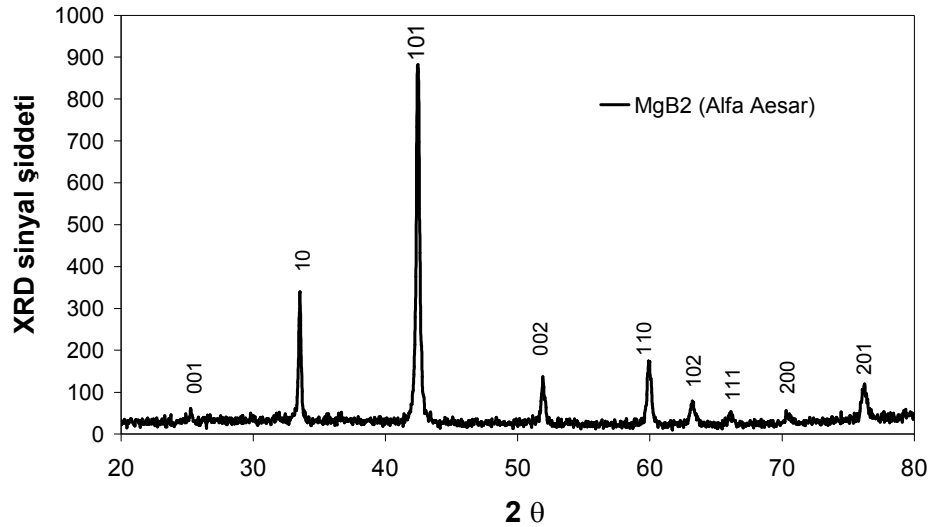
1950 yılından itibaren bilinen MgB_2 ün üstüniletkenliği 2001 yılında tesadüfen japonyada bir lisans öğrencisi tarafından keşfedilmiştir. MgB_2 bugün bilinen yüksek süperiletkenlerinden daha düşük kritik sıcaklığına sahip olmasına karşın günümüzde teknolojiye kullanılmakta olan Nb_3Ge , $NbTi$ gibi malzemelerden 2 kat daha yüksek kritik sıcaklığına sahip olmakla birlikte endüstride kullanıma en yakın süperiletkenlerden birisidir. MgB_2 basit hekzagonal AlB_2 tipi yapıya sahiptir (YILDIRIM, 2002). Kristal yapıdaki hekzagonal sıkı paketli magnezyum atomları arasına grafit tipi bor atomları yerleşmiştir.



Şekil 2.6. MgB_2 ün kristal yapısı (LARBALESTIER, 2001)

Her magnezyum atomu, bor atomlarının oluşturduğu altıgenlerin merkezinde yer almaktadır. Hekzagonal düzlem içi örgü parametresi; $a = 0.3086$ nm ve düzlemler arası örgü parametresi $c = 0.3524$ nm olup, bu değerler magnezyum ve bor atomlarının başlangıç düzenine göre değişmektedir.

Magnezyum borürün yüksek kritik sıcaklığa (39 K) sahip olmasının nedeni; belli elektronlarla belli örgü titreşimleri arasındaki etkileşimin güçlü olmasıdır. Burada meydana gelen güçlü etkileşim MgB_2 'nin kristal yapısı ile elektronların bağlanma durumundan kaynaklanmaktadır. İletkenlikten sorumlu olan elektronların bor katmanında buldukları kabul edilmektedir. Hekzagonal düzlem içinde çok güçlü bir bağlanma varken, düzlemler arası çok zayıf bir bağlanma söz konusudur (KILIÇ, 2004). Düzlemsel bağların iletim elektronları düzlem içi örgü titreşimlerinden çok güçlü bir şekilde etkilenmektedirler. Etkileşme mekanizmasının BCS teorisinde olduğu gibi fonon değiş tokuşuna dayandığı bilinmektedir. Bu güçlü etkileşme veya çiftleşme mekanizması yüksek sıcaklıklara kadar süperiletkenliğin korunmasını sağlamaktadır.



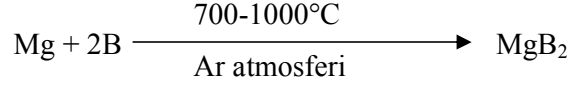
Şekil 2.7. Alfa Aeaser dan alınan MgB_2 tozuna ait XRD spektrumu.

2.6. MgB_2 ÖRNEKLERİN HAZIRLANIŞI

2.6.1. MgB_2 'ÜN SENTEZLENMESİ

MgB_2 , Mg ve B atomları arasındaki katı hal reaksiyonları ile elde edilmektedir. Belirli oranlarda karıştırılan Mg ve B, argon atmosferinde yüksek sıcaklıklarda belli süre

tavlanmaktadır. Bu çalışmada tavlama (700-1000°C), yarım saat veya 2 saat bekletilerek yapılmıştır.



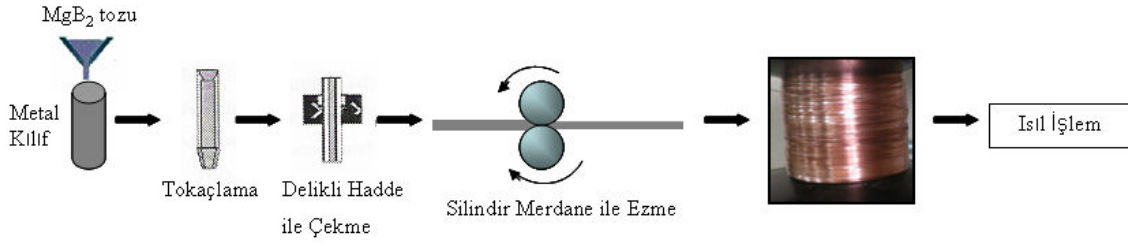
MgB₂ üretimi sırasında kaliteyi ve maliyeti etkileyen bir çok faktör vardır. Bunlardan biri başlangıçta kullanılan Mg ve B elementlerinin kaliteleridir. Diğer bir faktör ise MgB₂ ün oluşması için tepkimeye sokulan Mg ve B hangi oranlarda karıştıklarıdır. Hinks, MgB₂'ün tavlama sırasında Mg ve B un farklı stokiometrik katsayılarının etkisi üzerine çalışmıştır (HİNKs, 2000). Hinks çalışmasında aşırı ve yetersiz Mg miktarlarını (Mg_xB_2) $0,5 \geq x \geq 1,3$ olacak şekilde formülize etmiştir. Benzer bir çalışma Ribeiro tarafından yapılmıştır ve Mg miktarının yetersiz olduğu durumda MgB₄ fazının oluştuğunu gözlemlemiştir (RİBEİRO, 2002). Her iki çalışmada da maksimum geçiş sıcaklığı Mg_xB₂ için $x=1$ olduğu zaman elde edilmiştir. Bu çalışmada da Mg oranı % 0-5-10-15 olacak şekilde arttırılmıştır.

2.6.2. SÜPERİLETKEN MgB₂ TELLERİN HAZIRLANMASI

MgB₂'ün başlangıç malzemesi olarak toz formunda olması nedeni ile bu malzemeyi teknolojik uygulamalarda kullanmak üzere tel ve teyp haline getirmek gerekmektedir. Kırılganlık dayanıklılığı çok düşük olan MgB₂ kullanılarak tel üretmek için bazı tekniklere ihtiyaç duyulmaktadır. Kırılgan tozlardan tel üretmek için kullanılan en yaygın yöntem tüp içinde toz metodudur. Tüp içinde toz metodundan farklı olarak metal matris kompozit metodu ve tüp oluşturma-doldurma metodu vardır (SUMPTION, 2004).

2.6.2.1. Tüp İçinde Toz Metodu

Tüp içinde toz metodu kırılgan toz halindeki malzemelerden tel ve teyp üretmek için en çok uygulanan metodlardan birisidir. TIT metodunun düşük maliyetli ve kolayca biçimlendirilmesi gibi önemli avantajları vardır. Daha da önemlisi çok filamentli tel ve teyp üretmek için tek yöntemdir. Bu metod ile kırılgan süperiletken tozlar yumuşak metal tüp içine doldurulur. Daha sonra şekil 2.8'de görüldüğü gibi yivli bir silindir merdane ezilerek veya delikli hadde ile çapı küçültülerek boyu uzatılır.

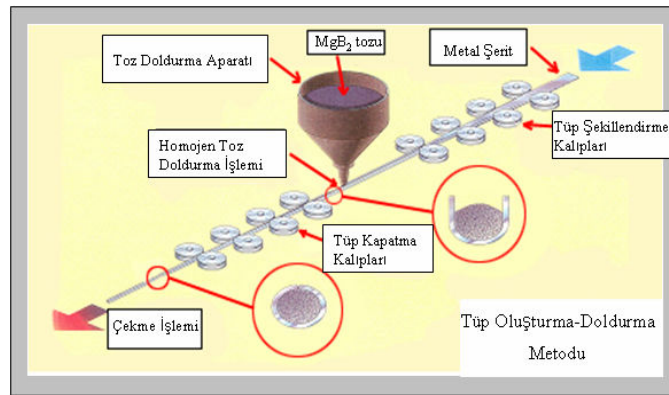


Şekil 2.8. Tüp içinde toz metodu ile tel üretimi

TIT metodu ile ısısal işlem uygulayarak veya uygulamadan tel ve teyp üretilmiştir [XIAO 2003, GLOWACKI 2001, GOLDACKER 2002]. Mekanik özelliklerini arttırmak için yapılan mekanik biçimlendirme ya da tavlama işlemi boyunca kritik sıcaklık ve kritik akım yoğunluğunun korunması TIT metodunda temel alınır.

2.6.2.2. Tüp Oluşturma-Doldurma Metodu

Bu teknik Amerika'da Hyper-Tech topluluğu tarafından MgB_2 tel ve teyp üretimi için kullanılmıştır. Tüp oluşturma ve doldurma tekniğinde düzgün metal şerit (Fe, Cu) kılıf malzemesi olarak üretilmiştir. Metal şerit önce tüp şekillendirme kalıplarından geçerek U şeklinde kıvrılmaktadır. Kalıp içine toz koyulduktan sonra kapatma kalıpları tüpü kapatmaktadır. Silindir haline gelen toz dolgululu metal tüpün çapı çekme işlemi ile 2 mm'ye indirgenmektedir.



Şekil 2.9. Tüp oluşturma-doldurma metodu ile tel üretimi
(HYPER TECH RESEARCH, Inc. web sitesi)

2.6.3. KILIF MATERYALİNİN ETKİSİ

Süperiletken tellerin üretimi sırasında metal kılıf ile süperiletken faz arasında doğabilecek reaksiyon önemlidir. Bu yüzden TIT metodu ile MgB_2 / metal kompozit tellerin üretiminde, Suo ve arkadaşları kılıf malzemesi olarak Fe (Suo, 2001; Collings, 2003), Glowacki Ag, (GLOWACKI, 2001), Tanaka Ni (TANAKA, 2002), Soltanian Cu (SOLTANIAN, 2003) kullanmışlardır. Kılıf malzemeleri arasında demir, ekonomik olması, dış manyetik alan etkilerine karşı manyetik perdeleme oluşturması ve MgB_2 ile etkileşmemesi nedeniyle süperiletken tellerin üretiminde tercih sebebidir. (WANG, 2001; HORVAT, 2002). Ayrıca $900^{\circ}C$ de tavlmasına rağmen MgB_2 ün hala $1,42 \cdot 10^5 A/cm^2$ (4.2K) gibi yüksek kritik akım yoğunluğu göstermesi Fe' i en iyi kılıflardan birisi yapmıştır (FENG 2003). Bakır da ucuz olmasının yanında kolay deforme edilebilen bir malzeme olduğundan kılıf malzemesi olarak kullanılmaktadır ancak yüksek sıcaklıklarda yapılan tavlama işleminde bakır üstüniletken çekirdek MgB_2 ile etkileştiği için kritik akım yoğunluğunu belli seviyelerde düşürmektedir (XİANG, 2003). Ayrıca borun yada magnezyumun kılıfla reaksiyona girmemesini sağlamak amacıyla Nb ve Ta kılıflar denenmiştir (GOLDACKER, 2001; FENG, 2003; FU, 2003; KOV'AC, 2006).

2.6.4. BAŞLANGIÇ MALZEMESİNİN ETKİSİ

Başlangıç malzemesi bakımından, süperiletken MgB_2 hazırlanmasında in-situ ve ex-situ reaksiyon olmak üzere başlıca iki farklı yöntem kullanılmaktadır.

2.6.4.1. In-situ Reaksiyon Tekniği

In-situ reaksiyon yönteminde reaksiyona girmemiş Mg and B tozları iyice karıştırıldıktan sonra metalik bir tüp içine doldurulup yüksek sıcaklıkta yapılan ısıl işlem sonunda MgB_2 elde edilir (WANG, 2001; MACHİ, 2003, SOLTANIAN, 2003; COLLINGS, 2003; SUMPTION, 2004; SHİMURA, 2004; FANG, 2004; BHATİA, 2004; XU, 2005; HİGASHİKAWA, 2005; YAMAMOTO, 2007; HİSHİNUMA, 2007; YE, 2007; VİNOD, 2007; ZHAO, 2008; MUDGEL, 2008). Bu çalışmada da in-situ reaksiyon tekniği kullanılmıştır.

2.6.4.2. Ex-situ Reaksiyon Tekniği

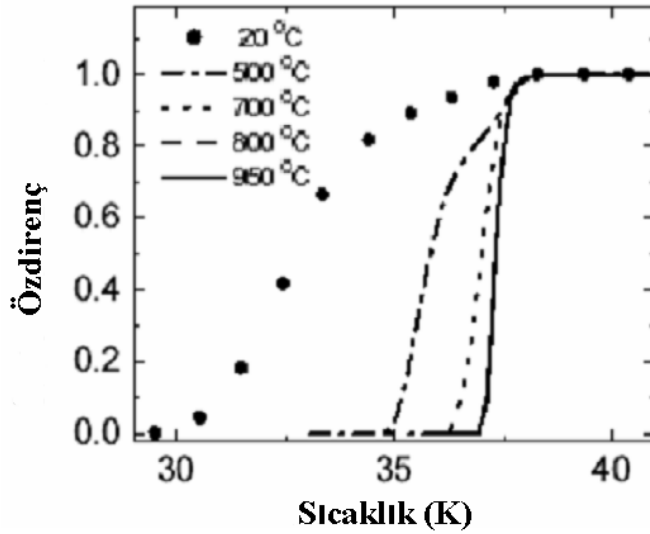
Ex-situ reaksiyon yönteminde ise hazır MgB_2 tozu uygun bir metal tüp içerisine doldurularak hadde ile çekme veya silindir merdane ile ezme yöntemiyle tel haline getirilir

(TANAKA, 2002; AHORANTA, 2004; MUSENİCH, 2004; CAMBEL, 2005; SERQUİS, 2005; SUMPTION, 2005; KİTAGUCHİ, 2006; STENVALL, 2007; YE, 2007).

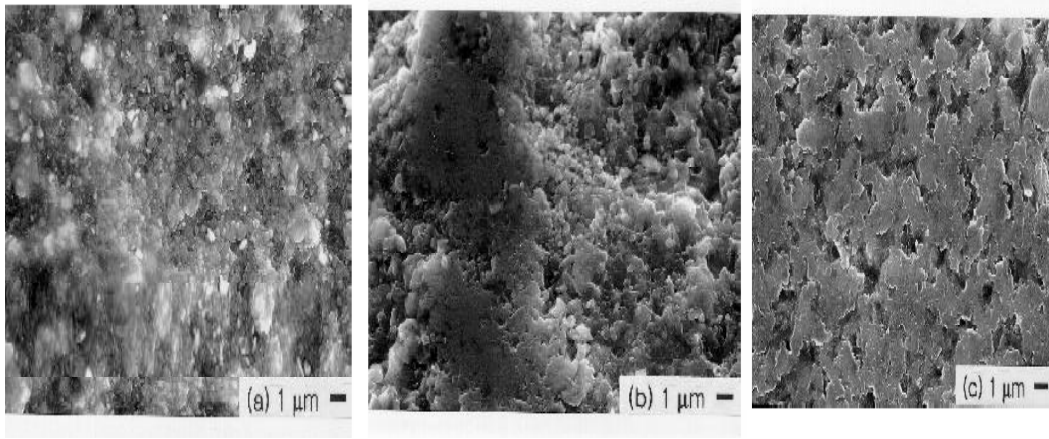
Ex-situ reaksiyon tekniđi küçük ve homojen mikro yapılar için uygun bir tekniktir. Bu teknik katkılamaya karşı çok hassastır ve bazı katkılar için %1 'lik bir oran dahi süperiletkenliđi bozabilir. In-situ tekniđi katkılama ve kılıf çeşidine izin vermesi bakımından daha avantajlı bir tekniktir.

2.6.5. TAVLAMA SICAKLIđININ ETKİSİ

Tavlama işleminin, poroziteyi azaltıp tanecikler arasındaki bağlantıların artırır, dolayısıyla daha homojen bir yapının oluşmasını sağlar. Sonuç olarak hem T_c kritik geçiş sıcaklığı artarken, hem de kritik akım yoğunluğunun artmasına sebep olur. Tavlama sıcaklığının kritik geçiş sıcaklığına etkisini şekil 2.10'da görülmektedir (JUNG, 2001). Buna göre tavlama sıcaklığı arttıkça T_c kritik geçiş sıcaklığı giderek artmaktadır. Ayrıca Şekil 2.11'de verilen SEM görüntüsünde olduğu gibi tavlama sıcaklığı arttıkça gözeneklerin giderek kapandığı görülmektedir.



Şekil 2.10. Tavlama sıcaklığının MgB₂ nin üstüniletken özdirenge etkisi

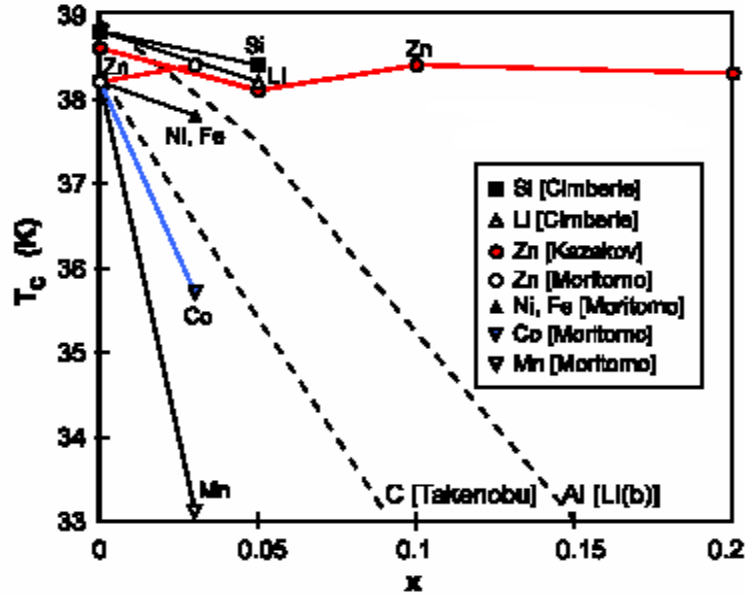


Şekil 2.11. 3 GPa altında ısıtılmış MgB_2 SEM fotoğrafları: Isıtma sıcaklıkları: a) 20 °C, b) 500 °C, and c) 950 °C.

Tavlama sıcaklığı örneklerin hazırlanışına bağlı olarak da değişim göstermektedir. Yapılan bir çalışmada; ex-situ yöntemle hazırlanan tellerin yaklaşık 950°C de ısıl işlem gerektirdiği, in-situ yöntemle hazırlanan tellerde de daha düşük sıcaklıklarda (600-750°C) reaksiyonun tamamlandığı bulunmuştur (DOU, 2003; FU, 2003).

2.6.6. KİMYASAL KATKILAMANIN ETKİSİ

Kullanılan toz taneciklerinin büyüklüğü, tanecikler arasındaki bağlantı açısından çok önemlidir. Tanecikler arasındaki zayıf bağlantı manyetik akının hareketini engelleyerek malzemenin ısınmasını sağlamaktadır. Bu ise üstüniletkenliği kötü yönde etkileyen bir faktördür. Tanecikler arasındaki bağlantıyı ve iletkenliği artırmak için metalik katkı çoğu zaman çok etkilidir (ZHAO, 2001; MA, 2003; DOU, 2003; SUMPTION, 2005; PACHLA, 2006). Şekil 2.12 de literatürde kullanılan katkı malzemelerinin T_c kritik geçiş sıcaklığına etkisi verilmektedir. Buna göre Zn, Si ve Li çok fazla etkili olmazken Mn, Al ve C çok önemli oranda etkilemektedir.



Şekil 2.12 : Literatürde kullanılan katkı malzemelerinin T_c kritik geçiş sıcaklığına etkisi

Bu çalışmada Mg katkısının etkileri araştırılmıştır. Mg çok yumuşak bir metal olduğu için kırılğan toz halindeki MgB_2 parçacıklarının birbirine birleştirilmesi ve iletkenliğin artırılması ve malzemenin elastikiyetinin artırılmasında önemli rol oynamaktadır. Konuyla ilgili detaylı literatür taraması Giriş bölümündeki “KONUyla İLGİLİ ÖNCE DEN YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR” başlığı altında verilmiştir.

2.6.7. KRİTİK ALAN

MgB_2 'ün kritik sıcaklığının daha yüksek olması, sıvı helyumun kaynama sıcaklığına göre dizayn edilen bugünkü ulaşılabilir teknolojiye göre daha fazla avantaja sahiptir. Bu avantajların başında ise daha ucuz ve ekonomik soğutma sistemlerinin kullanılmasına olanak sağlaması gelir. Mühendislik açıdan bakıldığında ise; yüksek sıcaklığın yanında üstüniletken aygıtların yeteri kadar yüksek magnetik alanlarda çalışması da önemli bir özelliktir. Süperiletken halde MgB_2 'ün kritik akım yoğunluğu tel, type, bulk ve ince film örneklerde farklı magnetik alanlar oluşturur. 4.2K ve 20 K ölçüm sıcaklıklarında ve 2T, 4T, 6T, ve 8T gibi farklı magnetik alan altında oluşan kritik akım yoğunlukları tablo 2.7 de özetlenmiştir.

Tablo 2.8. Magnetik alan ile deęişen kritik akım yoğunlukları (Okur, 2005)

Ölçme Sıcaklığı : 4.2 K					
	Kılıf/Katkı	J_c (A/cm ²) 8 T	J_c (A/cm ²) 6 T	J_c (A/cm ²) 2 T	Referans
Tel	Ta, Cu			$2 \cdot 10^4$	CANFIELD, 2001
	Cu		10^4	$6 \cdot 10^4$	EİSTERER, 2002
	SS		$2 \cdot 10^4$	10^5	SERQUİS, 2003
	Fe		$2 \cdot 10^4$	10^5	DOU, 2003
Film	Al ₂ O ₃	$5 \cdot 10^4$	10^5	$2 \cdot 10^6$	BU, 2002
	SrTiO ₃	$1.6 \cdot 10^5$	$2.7 \cdot 10^5$	$8 \cdot 10^5$	EOM, 2001
	YSZ	10^5	$2 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^5$	KOMORİ, 2002
Bulk	-	10^2	$6 \cdot 10^2$	10^4	FLUKİGER, 2003
	-		10^2	$5 \cdot 10^4$	WANG, 2002
ÖLÇME SICAKLIĞI : 20 K					
	Kılıf/Katkı	J_c (A/cm ²) 4 T	J_c (A/cm ²) 2 T	J_c (A/cm ²) 0 T	REFERANS
Tel	Fe	$2 \cdot 10^3$	$5 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^5$	SUO, 2002
	Ta			$2 \cdot 10^5$	CANFIELD, 2001
	SS		10^5		GIUNCHİ, 2002
Film	Al ₂ O ₃		$4 \cdot 10^4$	$2 \cdot 10^6$	PRADHAN, 2001
	SrTiO ₃		$1.7 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^6$	EOM, 2001
	Al ₂ O ₃			$7 \cdot 10^6$	MOON, 2001
Bulk	-	$5 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^4$	$7 \cdot 10^5$	KİM, 2002
	-	10^3	$7 \cdot 10^3$	$8 \cdot 10^4$	ZHAO, 2002A

Teknolojide kullanılmakta olan *NbTi* ve *Nb₃Sn* nin kritik akım yoğunlukları sıcaklık 4.2 K iken magnetik alan uygulanmadığında ve 8 Teslada sırası ile 10^7 A/cm², $8 \cdot 10^4$ A/cm² ve 10^7 A/cm², 10^5 A/cm² dir. Tablo 2.7 den tel ve bulk *MgB₂* örneklerin kritik akım yoğunluklarına baktığımızda; 4.2K deki süperiletken değerlerden daha düşük olduğu görülmektedir.

Birçok grup *MgB₂* ün kimyası ve stokiyometrik deęişimi üzerinde çalışmaktadır. Li, Na, Ca, Ag, Cu, Al, Zn, Zr, Ti, Mn, Fe, Co ve C gibi deęişik elementler eklendiğinde ya da

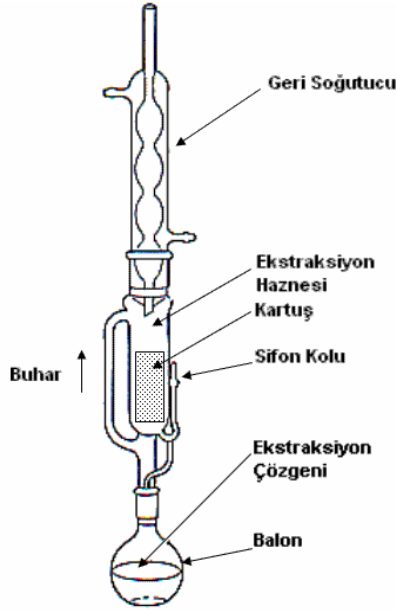
kılıf olarak kullanıldığında kritik akım yoğunluğunun magnetik alana bağılılığı üzerinde çalışılmıştır. Yukarıda bahsedilen elementlerin tümünün ilavesi geçiş sıcaklığında düşüşe neden olmasına rağmen, Ti, Zr_2O ve SiC ilavesinin magnetik alan uygulanmadığında ve özellikle uygulandığında kritik akım yoğunluğu değerlerinde bir artış sağladığı gözlenmiştir.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

3.1 AMORF BOR'UN BOROKSİT'TEN ELDESİ VE SOXHLET YÖNTEMİYLE SAFLAŞTIRILMASI

Bu çalışmada boroksitin (B_2O_3) magnezyumla (Mg), $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de, Ar atmosferinde tavlansak elde edilen üründen Soxhlet yöntemi kullanılarak saf amorf bor elde edilmiştir.

Bu yöntemde tavlama ile elde edilen karışım Soxhlet düzeneğinde 6M HCl çözeltisiyle saflaştırma işlemine tabi tutulmaktadır. Böylece, Soxhlet düzeneğinin işleyişi gereği ürün her seferinde saf asit çözeltisiyle reaksiyona girdiğinden, tavlama reaksiyonu sonunda oluşan yan ürünlerin derişik asitle çözölme işlemi hızlanmakta ve saflaştırma işlemi çok kısalmaktadır (yaklaşık 3-4 saat). Şekil 3.1'de Soxhlet düzenek şeması görölmektedir.

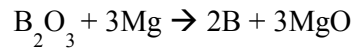


Şekil 3.1 Soxhlet Ekstraksiyon Düzeneği

Ekstraksiyon için değirmende iyice öğütölmüş karışım, kartuşa konularak Soxhlet düzeneğinde 6 M HCl asit çözeltisiyle 3 kere yıkanmıştır. Yıkama işlemi sonrasında kartuş, içindeki maddeyle birlikte asitliği gidene kadar saf suyla yıkanıp, daha sonra ürün oda sıcaklığında saat camı içinde kurutulmuştur.

Bu yeni yöntemde 1 : 2,3 mol oranında B_2O_3 : Mg karıştırılarak 3 metrik ton basınçla oluşturulan peletler, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de Ar atmosferinde 2 saat tavlandıktan sonra ürünün

yüzey alanını artırmak için öğütülerek daha küçük boyuta indirilmektedir. Soxhlet düzeneğinde 6M HCl çözeltisiyle 3 döngü yıkanması sonunda yaklaşık %93,19 saflıkta amorf bor elde edilmiştir. Bu işlem iki basamakta gerçekleştirilmektedir. İlk basamakta B_2O_3 , Mg ile belli oranlarda karıştırılıp tavlanaarak elementel bor karışım halinde elde edilmektedir. İkinci basamakta ise saflaştırılan amorf bor magnezyumla tekrar tepkimeye sokulup MgB_2 elde edilmektedir. Bu işlemler içinde saf amorf bor eldesi önemli bir basamağı oluşturmaktadır. Tavlamayla elde edilen karışım yan ürünleri içermekte ve bu nedenle bor yüzdesi düşük olmaktadır. Karışımdaki istenmeyen maddelerin uzaklaştırılması için asitle yıkama yöntemi uygulanmaktadır. Amorf elementel borun üretilmesi için ilk olarak B_2O_3 (%98.5, Eti Bor) ile Mg (Fluka, %99, 50-150 mesh) 1:4,6 mol oranında B_2O_3 :Mg karıştırılarak hazırlanan peletler 800°C'de Ar ortamında 1 saat süreyle tavlama reaksiyonuna tabi tutulmuştur. Bu tavlama reaksiyonu sonucunda elde edilen ürünün tanecik boyutu bilyalı değirmen ile uygun boyuta küçültülmüştür. Ürün Soxhlet ekstraksiyon sistemiyle 6M Hidroklorik asit (HCl) (Riedel-de Haën, %37) ile 3 defa yıkama işleminden geçirilerek magnezyum oksitten (MgO) arındırılması sağlanmıştır. Asitle yıkama işlemlerinden sonra ortalama %85,71 amorf bor elde edilmiştir. İlgili reaksiyon aşağıda gösterilmiştir.



%85,71 saflık oranı yeterli görülmeyerek bazı parametreler değiştirilmiş ve bir seri yeni deneyler yapılmıştır. Daha sonra 1:2,3 mol oranında B_2O_3 :Mg karıştırılarak ve 3 metrik ton basınç uygulanarak elde edilen peletler 750 °C'de Ar ortamında 2 saat süreyle tavlama reaksiyonuna tabi tutulmuştur. Bu tavlama reaksiyonu sonucunda oluşan karışım paslanmaz çelik bilyalı değirmende öğütülüp istenilen boyuta indirilerek Soxhlet ekstraksiyon yöntemiyle saflaştırılmış ve ortalama %93-95 gibi yüksek saflıkta amorf bor elde edilmiştir. Elde edilen numunelerin SEM (Scanning Electron Microscopy)-EDX (Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy) ve XRD (X-Ray Diffraction Spectroscopy) ölçümleri İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü-Malzeme Araştırma Merkezi' nde (İYTE-MAM) yapılmıştır.

3.2 TÜP İÇİNDE TOZ (TİT) YÖNTEMİYLE MgB_2 TELLERİN ÜRETİMİ

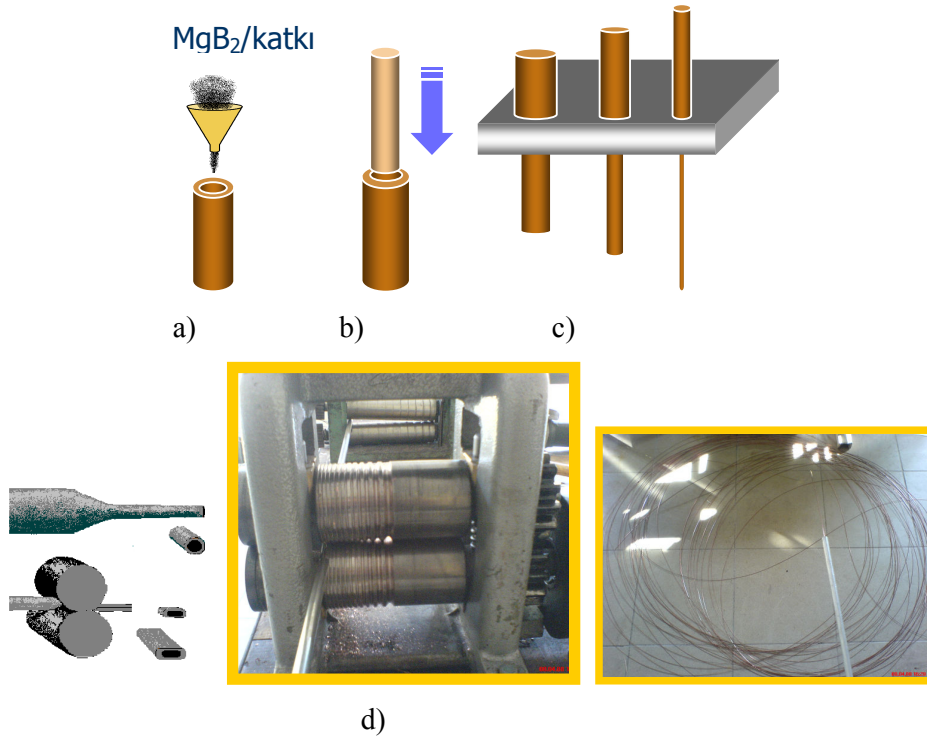
Bu projede bor oksitten başlayarak, katıhal reaksiyonu ve Soxhlett yöntemi ile toz formunda %93-95 saflıkta bor üretimi tekrarlanabilir hale getirilerek %99.8 saflıkta AlfaAesar firmasından alınan Mg ile tekrar tepkimeye sokulmak suretiyle üstüniletken magnezyum borür elde edilmiştir. Ancak saflık çalışmaları tekrarlanabilir hale geldikten sonra Bor üretim çalışmaları durdurularak Fluka ve AB Boron firmasından satın alınan -325 mesh %94-97 saflıkta bor deneylerde kullanılmaya başlamıştır. Üretilen tellerin üstüniletkenlik özelliklerini artırmaya yönelik Mg, SiC ve Sterik asit olmak üzere üç farklı malzeme kullanılmıştır. Bunun için ağırlıkça %0, %5, %10, %15, %20, %25 Mg exsitu olarak, %40, %50, %60 Mg insitu olarak, %5, %10 oranında -600 mesh SiC veya %5, %10 oranında %99.8 saflıkta sterik asit ($C_{18}H_{36}O_2$) insitu olarak aşağıdaki Tablo 3.1 deki şekilde eklenmiştir.

Tablo 3.1: Projede kullanılan katkılama malzemeleri, oranları ve kılıflar

Katkı malzemesi	Yöntem	Kılıf	Karışım
			ağırlıkça %0, %5, %10, %15, %20, %25 Mg
Mg	Ex-situ	Çelik	+ %5/10/15/20/25 Mg
Mg			+ %95/90/85/80/75 (MgB_2)
			%40/50/60 Mg
	insitu	Çelik	+ %60/50/40 (Mg+2B)
			+ %5/10 SiC
SiC	insitu	Fe ve Çelik	+ %95/90 (Mg+2B)
Sterik asit ($C_{18}H_{36}O_2$)	insitu	Fe ve Çelik	+ %5/10 Sterik Asit
			+ %95/90 (Mg+2B)

Sterik asit katkılaması yapılırken diğer katkılama çalışmalarından farklı olarak ağırlıkça %5 ve %10 sterik asit saf bor tozuyla aseton içerisinde eritilip, 60 °C de kurutularak homojen bir

şekilde karıştırılması sağlanmıştır. MgB_2 stiometrik oranı göz önüne alınarak hazırlanan sterik asitli bor karışımı, Mg ile birlikte yarım saat boyunca Agat havanda iyice karıştırılmıştır. Daha sonra bu karışım, MgO oluşumunu engellemek (fazla miktarda MgO kritik akımı düşüren etkenlerden birisidir) için, çelik borulara glowboxta N_2 ortamında doldurulmuştur. Agat havanda uzun süre karıştırılan toz ürün dış çapı 6 mm, iç çapı 5 mm ve boyu 10 cm olan demir ve çelik kılıf içine homojen olarak doldurulmuştur. Daha sonra tüp içinde toz yöntemi (TIT) kullanılarak Şekil 3.2 de verildiği gibi uçları sivriltilerek hadde ile çekilmek suretiyle veya 12 tane kapısı olan yivli merdane ile ezilerek 1 mm ye kadar çapı düşürülüp uzatılmıştır.



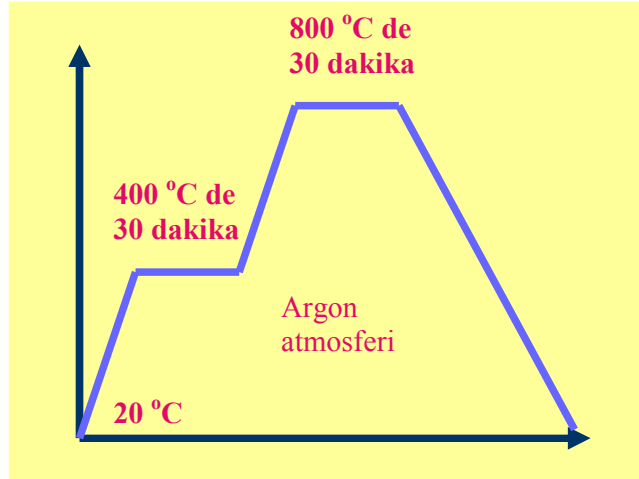
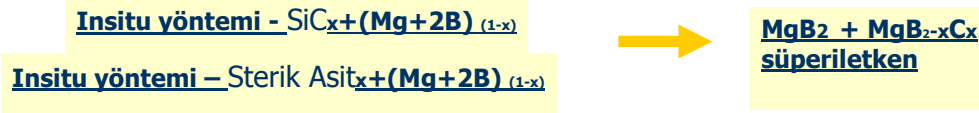
Şekil 3.2.1: Tüp içinde toz (TIT) metoduyla tel üretimi: a) karışımı doldurma, b) delikli hadde ile tel çekme, c) yivli merdane ile tel çekme ve 100m kangal teller

Hem ex-situ (hazır MgB_2) katkılama hem de in-situ ($Mg+2B$ karışımının tel içerisinde reaksiyonuyla) soğuk çekme yöntemi kullanılarak üretilmiş demir kılıflı MgB_2 teller, 2 cm çapında heliks şeklinde sarılarak küçük bir üstüniletken MgB_2 selonit haline getirilmiştir. Şekil 3.2.1 de in-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 ($Mg+2B$) bobinlerin görüntüleri verilmiştir: a) tavlandıktan önceki, b) ve c) tavlandıktan sonra ve kritik akım ölçümlerinden önceki ve d) tavlama sonrası ve 150A geçirildikten sonra saf MgB_2 teller kopmuş halde, ve e) 150A geçtikten sonra SiC katkılı bobinler özelliğini korumaktadır.



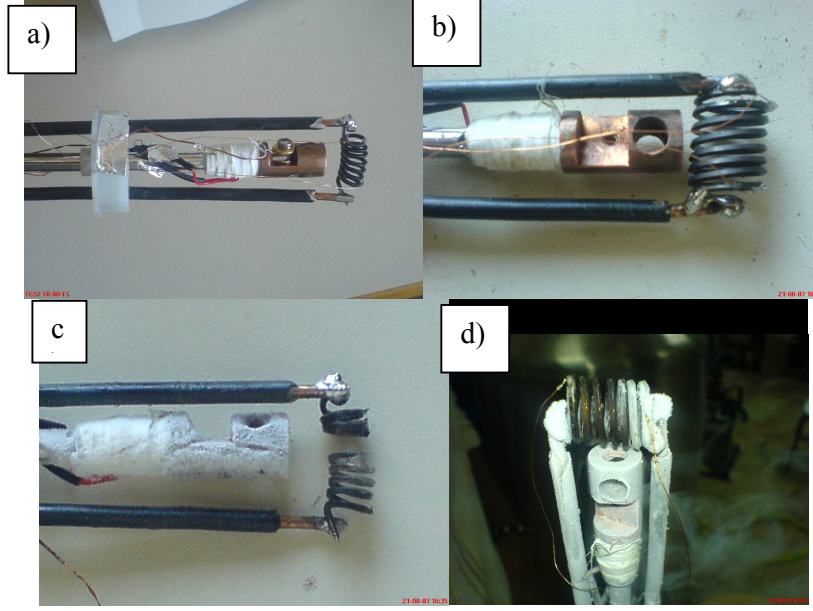
Şekil 3.2.2 : In-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 (Mg+2B) bobinlerin tavlamanmadan önce, görüntüleri

Daha sonra 400°C de 30 dakika ve 800 °C de 30 dakika olmak üzere Şekil 3.2.3 verildiği gibi iki fazda tavlannmıştır. Oluşan katkılı MgB₂ filamentler kılıftan mekanik olarak kazınarak XRD ve SEM ile yapısal olarak araştırılmıştır.



Şekil 3.2.3: MgB₂ tellerin tavlannması

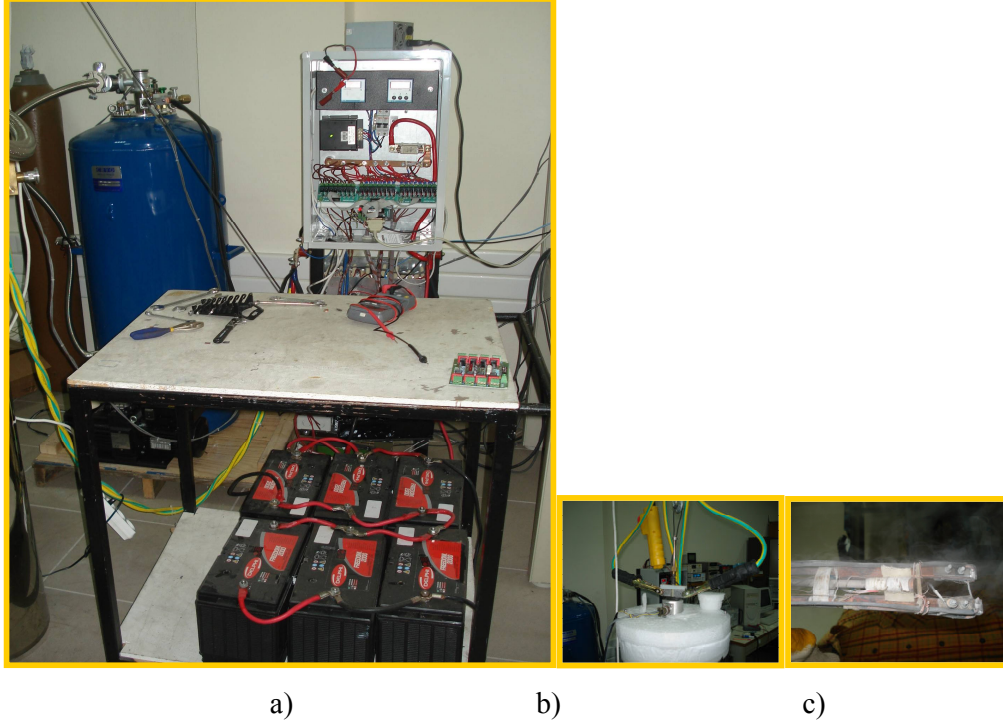
Şekil 3.2.4 de in-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 (Mg+2B) bobinlerin görüntüleri verilmiştir: a) b) ve c) tavlandıktan sonra ve kritik akım ölçümlerinden önceki ve d) tavlamanmadan sonra ve 150A geçirildikten sonra saf MgB₂ teller kopmuş halde, ve e) 150A geçtikten sonra SiC katkılı bobinler özelliğini korumaktadır.



Şekil 3.2.4 : In-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 (Mg+2B) bobinlerin görüntüleri: a) ve b) tavlandıktan sonra ve kritik akım ölçümlerinden önceki c) tavlama sonrası ve 150A geçirildikten sonra saf MgB₂ teller kopmuş halde, ve d) 150A geçtikten sonra SiC katkılı bobinler özelliğini korumaktadır.

3.3 MgB₂ TELLERİN KARAKTERİZASYONU

Ayrıca 0K ile 50K arasında sıcaklığa (R-T) ve 0T ile 7T arasında manyetik alana bağlı (R-H) direnç ölçümleri yapabilmek için Şekil 3.2.5 de verilen Cryogenics firmasına ait 7T verebilen süperiletken magnet sistemi kullanılmıştır. Yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri yapabilmek için 600A lik akımı kontrol edebilecek bilgisayar kontrollü bir yüksek akım kontrol panosu geliştirilmiştir (a). 5kW lık güç ünitesine 6 tane her birisi 120 A verebilen kuru UPS aküleri takılmıştır. Yüksek akım kabloları kullanılarak ayrıca 400A lik akımı MgB₂ süperiletken tellere kontak rezistansı olmadan, ısınmadan aktarabilecek kalın bakır çubuklu elektrotlar hazırlanmıştır (c). Isınmaya karşı önlem almak için tellerin bağlantılarına Pb (4K de süperiletken) levhalar yerleştirilmiştir. Kritik akım yoğunluğu (J_c) ölçülürken 1µV/cm kriterine uygun olarak ölçümler yapılmıştır. Şekil 3.2.6 da yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri sırasında çekilen bir fotoğraf verilmiştir.

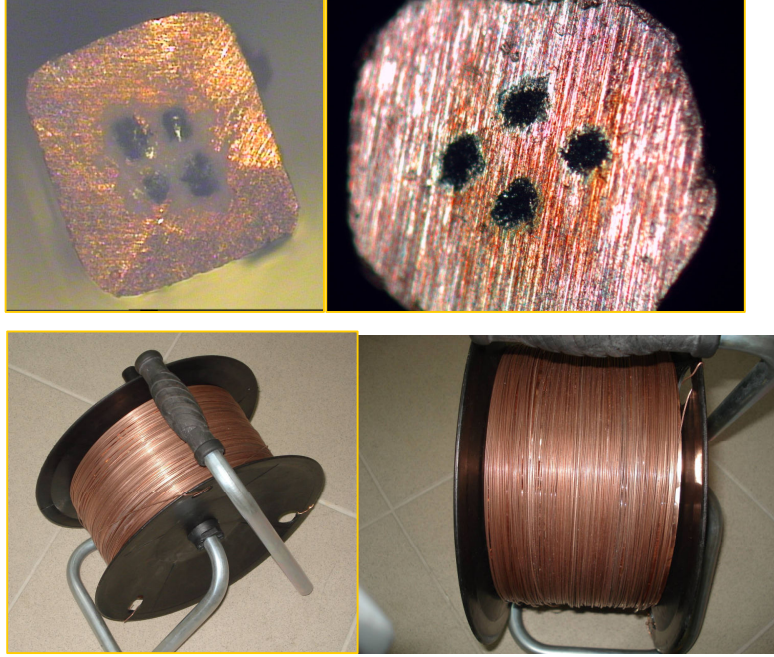


Şekil 3.2.5: 0K ile 50K arasında sıcaklığa (R-T) ve OT ile 7T arasında manyetik alana bağlı (R-H) direnç ölçümleri kurulan için Cryogenics firmasına ait 7T verebilen süperiletken magnet sistemi ve Yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri yapabilmek için 600A lik akımı kontrol edebilecek bilgisayar kontrollü bir yüksek akım kontrol panosu geliştirilmiştir.

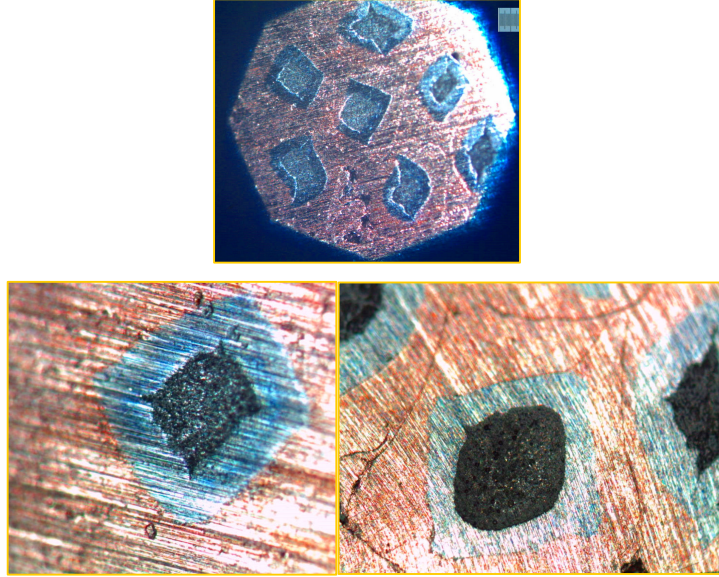


Şekil 3.2.6 Yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri sırasında.

Ayrıca deneme amaçlı Şekilde gösterilen 150 m ve 200 m uzunluğunda 2 tane 4 filamentli in-situ MgB₂ teller üretilmiştir. Yine in-situ olarak 8 filamentli Cu/Fe kılıflı MgB₂ teller üretilmiştir. Bu tellere ait kesitlerden görüntüler Şekilde gösterilmektedir.



Şekil 3.2.7 : In-situ olarak üretilmiş 4 filamentli 150m uzunluğunda Cu kılıflı MgB₂ bobinlerin görüntüleri



Şekil 3.2.8: In-situ olarak üretilmiş 8 filamentli Cu/Fe kılıflı MgB₂ tellerin kesitlerinden görüntüler

4 BULGULAR VE TARTIŞMA

Projede birinci dönemde saf bor üretimi ile ilgili Soxhlet tekniği geliştirilerek üretilen amorf bor'un saflığı %85.7 den %93.6'a çıkarılmıştır. Daha sonra kimyasal olarak saflaştırma işlemine devam edilerek saf bor üretimi Soxhlet tekniğiyle %93-95 saflıkta bor üretimi tekrarlanabilir hale getirilmiştir. Amorf Bor'un Boroksitten eldesi ve Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması ve Yapısal Karakterizasyonu başlığı altında detaylı bir şekilde verilecektir.

Projede ikinci dönemde %0, %5, %10, %15, %20, %25 Mg katkısı exsitu tekniği ile ve [%40Mg+%60B], [%50Mg+%50B], [%60Mg+%40B] oranları ise insitu yöntemi kullanılarak 900 °C ve 1000 °C de 2 saat tavlansak çelik ve Fe kılıfla üretilmiş MgB₂ teller; 4K ile 60K arasında R-T, R-H ve V-I ölçümleri yapılarak en ideal MgB₂ süperiletken üretim parametreleri araştırılmıştır. Mg katkısı, tavlama sıcaklığı gibi önemli parametrelerin kritik geçiş sıcaklık T_c, kritik manyetik alan, ve kritik akım yoğunluğu gibi performans parametrelerine olan etkileri "Çelik Kılıflı süperiletken Mg katkılı süperiletken MgB₂ tellerin üretimi ve Karakterizasyonu - Exsitu yöntemi - Mg_x+MgB₂(1-x) ve Insitu yöntemi - Mg_x+2B_(1-x)" başlıkları altında detaylı bir şekilde incelenmiştir.

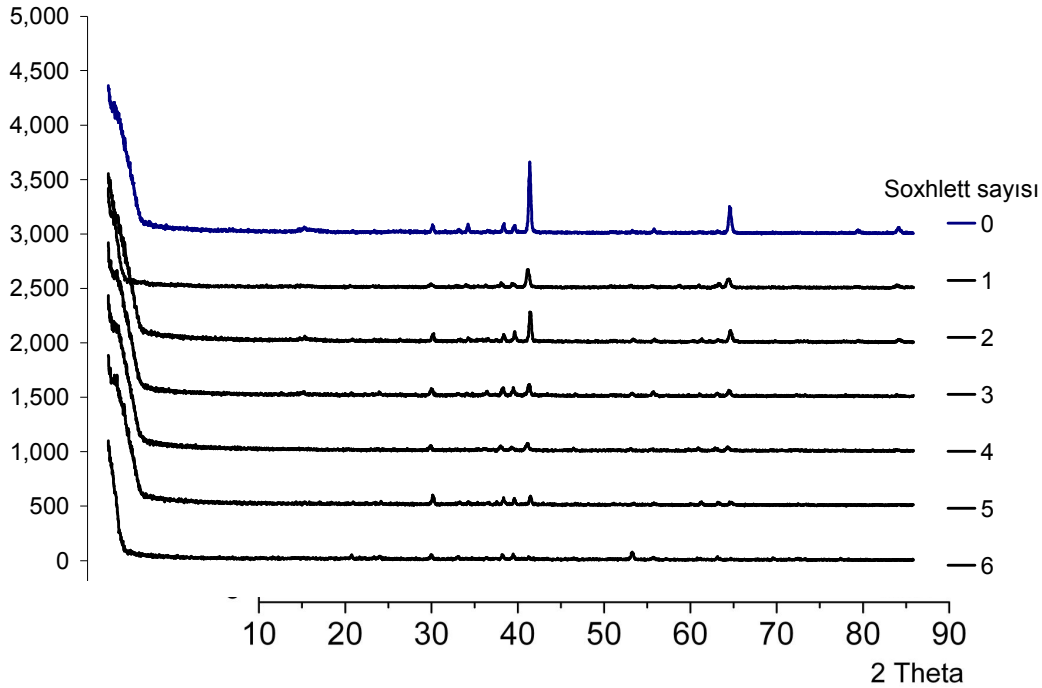
Projede 3. dönemde üretilmesi düşünülen yüksek akımlı MgB₂ üstüniletken tellerin akım yoğunluğunu (J_c) artırmaya yönelik çalışmalara odaklanılmıştır. Bu konuda literatür taraması yapılarak (karbon katkılama amaçlı) %5 ve %10 (600 mesh) SiC ve sterik asit (C₁₈H₃₆O₂) eklenerek başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Daha sonra yukarıda bahsedilen R-T, R-H ve V-I elektriksel ve manyetik karakteristikleri düşük sıcaklıklarda ölçülmüştür. Konuyla ilgili detaylı bilgiler "SiC ve Sterik asit katkılı - XRD sonuçları [in-situ SiC_x+(Mg+2B)_(1-x) ve St.Asit_x+(Mg+2B)_(1-x)] - Fe Kılıflı süperiletken MgB₂ tellerin Elektro-Manyetik Karakterizasyonu" başlıkları altında verilmiştir.

Son dönemde ise elde edilen tellerin kritik akımlarının ölçülmesine yoğunlaşmış ve datalar değerlendirilerek II. Bor Çalıştayında sunulmuştur. Kritik akım yoğunluğu (J_c) ölçülürken 1 μV kriteri de bu raporda dikkate alınarak daha hassas kritik akım değerleri elde edilmeye çalışılmış projede hedeflenen kritik akım yoğunluğuna yaklaşılmıştır. Deneysel çalışmalarla ilgili detaylı bilgiler aşağıda sırasıyla verilecektir.

4.1. Amorf Bor'un Boroksitten eldesi ve Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması ve Yapısal Karakterizasyonu.

Boroksitten üstüniletken MgB_2 'nin elde edilmesi iki basamakta gerçekleştirilmeye devam edilmiştir. İlk aşamada, B_2O_3 ile Mg belirli oranlarda karıştırıldıktan sonra 750C da 2 saat tavlama işlemi uygulanarak elemental bor MgO ile karışım halinde elde edilmektedir. İkinci aşamada, ise Soxhlet yöntemiyle saflaştırılan bor magnezyumla 800 °C, 900 °C ve 1000 °C gibi yüksek sıcaklıklarda argon akışı altında 30 dakika tepkimeye sokularak magnezyum diborür elde edilmiştir. MgB_2 'ün eldesi sırasında amorf borun yeterince saf olması bu çalışmada önemli bir basamağı oluşturmaktadır.

Bu proje kapsamında yine karışımında oluşan yan ürünlerin uzaklaştırılması için çözüldürme işleminde Soxhlet düzeneğinden yararlanılarak elde edilen bor'un saflığının artırılmasına çalışılmış, ancak %6-7 oranındaki Mg fazlalığı azaltılamamış. Fakat %93-95 civarında daha önce elde ettiğimiz sonuçların tekrarlanabilirliği sağlanmıştır. Şekil 4.1.1'de 6 defa yapılan Soxhlett yıkama işlemi sonunda MgO pikleri giderek azalarak tamamen kaybolduğu görülmektedir.



Şekil 4.1.1: Soxhlett yöntemiyle yıkama işleminin XRD sonuçları

Geride kalan ve süreklilik gösteren pikler ise Soxhlett cihazının filteresinden kazınan parçacıklara ait olduğu belirlenmiştir. Böylece ürettiğimiz B un asitle yıkama işlemiyle saflaştırılması için gereken ortalama 10 günlük süre 1 güne indirilerek aynı zamanda verim artırılarak kullanılan çözgen miktarı büyük ölçüde azalmıştır. Böylelikle zaman ve malzemenin büyük ölçüde tasarruf edilmiştir. Tablo 4.2.1 de iki ayrı zaman ve denemede elde edilen bor 'a ait EDX sonuçları verilmiştir.

Tablo 4.2.1: *Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması ve EDX sonuçları*

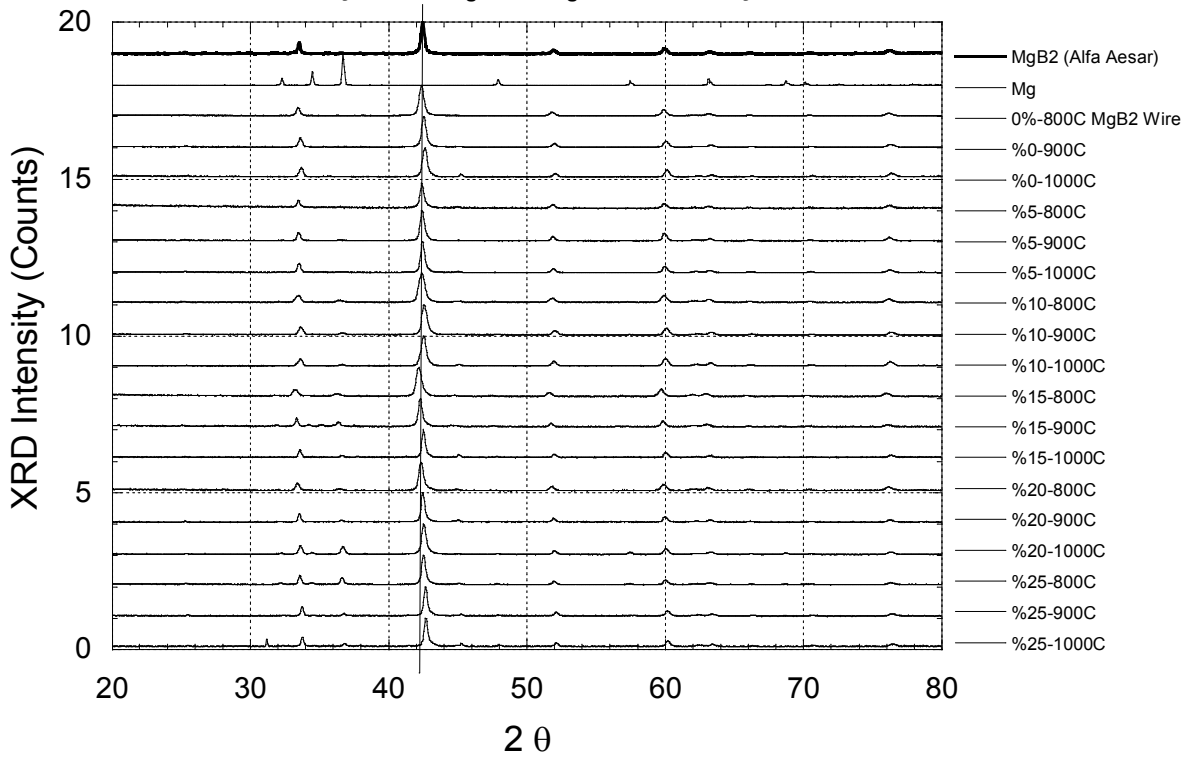
Örnek	Bor % (04.10.06)	Bor % (08.02.07)
1	95.57	95.98
2	92.48	92.05
3	91.57	94.04
4	93.24	94.71
5	94.76	91.58
6	89.95	95.25
7	95.55	89.29
ortalama	93.30	93.27

Buna göre Tablo 1 de 7 farklı örnek üzerinde elde edilen ortalama saflık %93 civarındadır. Soxhlet yıkama döngüsü 6 defa yapılmasına rağmen yine saflıkta herhangi bir değişim olmamıştır. Üründe ortaya çıkan Mg fazlalığı Mg ile bor arasında bu sıcaklıkta oluşabilecek başka fazlara ait olması ihtimali üzerinde durulmaktadır. Fakat elde edilen XRD sonuçlarında böyle piklerin gözükmemesi amorf sinyallerin alınması ise problemi daha da zor hale getirmektedir. Üründe ortaya çıkan Mg fazlalığı bir sonraki tel üretiminde göz önüne alınmış ve tavlama sonucunda elde edilen XRD ölçümleri sonucu yapılan yapısal analizde MgO pikleri olarak ortaya çıkmaktadır. Fakat MgO miktarı çok az olduğu için süperiletken malzemenin T_c kritik geçiş sıcaklığı ve B_c kritik manyetik alanı etkilememekte ancak J_c kritik akım yoğunluğu üzerinde etkili olmaktadır. Ayrıca yeni kurulma aşamasında olan Boronsan firmasının “Na Boratın indüksiyonla 900 °C e ısıtılarak elektrolizi” yöntemiyle %90 saflıkta ürettiği amorf bor’dan 200 gr kadar temin edilmiş ve deneme amaçlı olarak Cu ve Fe kılıflı teller üretilerek karakterize edilmiştir. Karakterizasyon sonuçları bu bölümün en sonunda verilecektir.

4.2. Çelik Kılıflı süperiletken Mg katkılı süperiletken MgB₂ tellerin üretimi ve Karakterizasyonu

4.2.1. Exsitu yöntemi - Mg_x+MgB₂(1-x) :

Şekil 4.2.1 de çelik kılıflı Mg katkılı ex-situ (Mg_x+MgB₂(1-x)) olarak üretilmiş MgB₂ tellerin süperiletken filament kısmına ait XRD sonuçları verilmiştir. Burada x=0, 0.5, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25 olarak seçilmiştir. Alfa Aesar dan satın alınan ticari MgB₂ ve Mg pikleri de aynı XRD siteminden alınarak en üstte karşılaştırma amaçlı gösterilmiştir. Burada özellikle 42.3 derece de MgB₂ nin en büyük pikini ortalayacak şekilde bir çizgi çizilmiştir. Bununla 43 civarındaki MgO piki ile karışmaması ve MgB₂ pikinin hareketlerini izlenebilmesi de hedeflenmiştir. Buna göre Mg oranı artırıldıkça Mg pikleri 800-1000 °C gibi çok yüksek sıcaklıkta dahi çelik kılıfla etkileşmeden kalmaktadır.



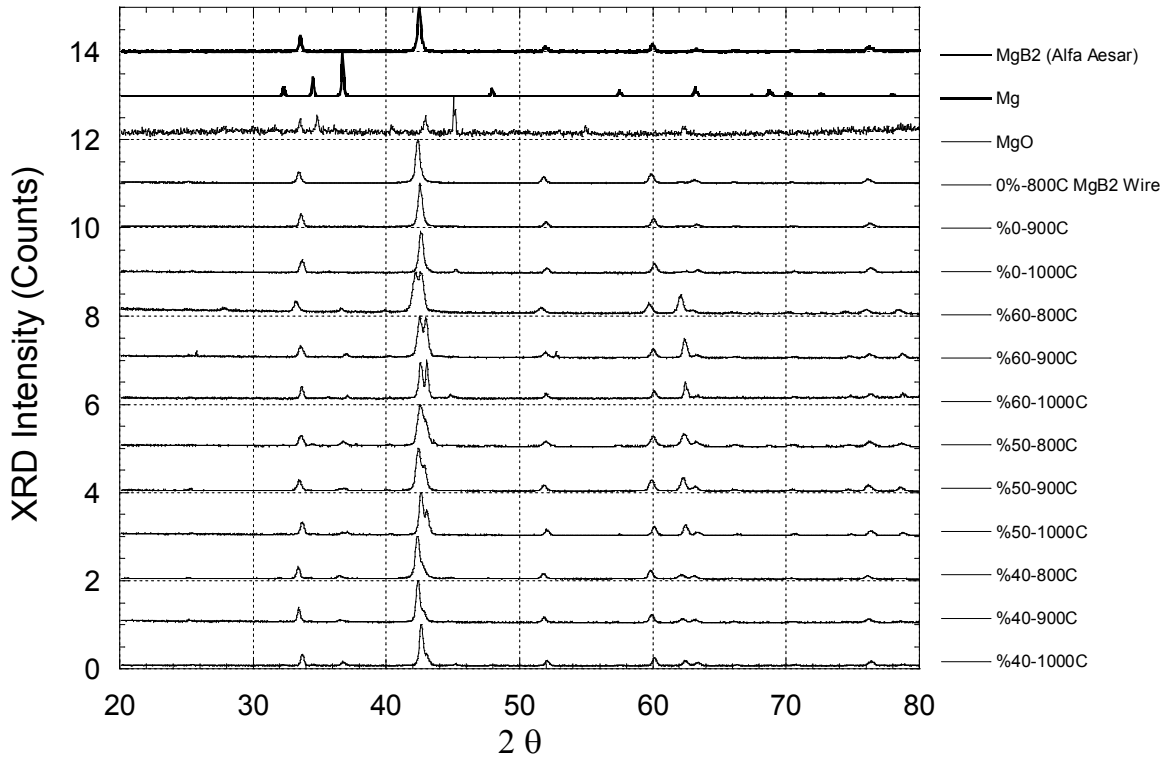
Şekil 4.2.1 : Çelik kılıflı Mg katkılı ex-situ (%x Mg+MgB₂) olarak üretilmiş MgB₂ tellerin süperiletken filament kısmına ait XRD sonuçları

Mg katkısının süperiletken filamentin daha esnek bir yapıya kavuşması ve Mg buharı oluşturularak grainler arasındaki boşlukların doldurularak hacimsel ve elektriksel bağlantıların oluşturulması amaçlanmıştır. Fakat %20 Mg oranının üzerinde ve 1000 °C de ortamdaki fazla Mg katkısı tel çekim sırasında grainler arasında sıkışmış oksijen ile birleşerek

MgO oluşturma eğilimi göstermekle birlikte süperiletkenlik özelliğini de kaybetmemiştir. Elde edilen sonuçlar ışığında MgB₂ ana pik pozisyonundaki değişim gözönüne alındığında %5 civarındaki bir Mg katkılama en ideal olarak görülmektedir.

4.2.2. Insitu yöntemi - $Mg_x+2B_{(1-x)}$:

Şekil 4.4.2 de çelik kılıflı insitu (Mg+2B) olarak 1 mm² çapında üretilmiş süperiletken MgB₂ tellerin filament kısmına ait XRD sonuçları verilmiştir. Burada x=0.4,0.5,0.6 olarak seçilmiştir. Karşılaştırma amaçlı olarak yine Alfa Aesardan ticari olarak satın alınan MgB₂ tozu, Mg ve MgO e ait XRD pikleri de gösterilmiştir.



Şekil 4.2.2 : Fe kılıflı insitu (Mg+2B) olarak üretilmiş süperiletken MgB₂ tellerin filament kısmına ait XRD sonuçları

Tamamen exsitu olarak üretilmiş saf MgB₂ pikler pozisyonu 1000 °C gibi çok yüksek sıcaklıkta dahi çok fazla değişmezken Soxhlet yöntemiyle %94 civarında saflıkla ürettiğimiz Bor ile yapılan in-situ olarak sentezlenen tellerde Mg fazlalığından dolayı 42.3 derece deki MgB₂ ana pik pozisyonu 43 derecedeki MgO pik pozisyonu doğru kaymakla birlikte her iki fazı da gösteren çift pikler oluşturmaktadır. Ayrıca reaksiyon fazlası olarak süperiletken filamentte bulunan Mg pikleri ise yine 36 derece civarında belirgin bir şekilde

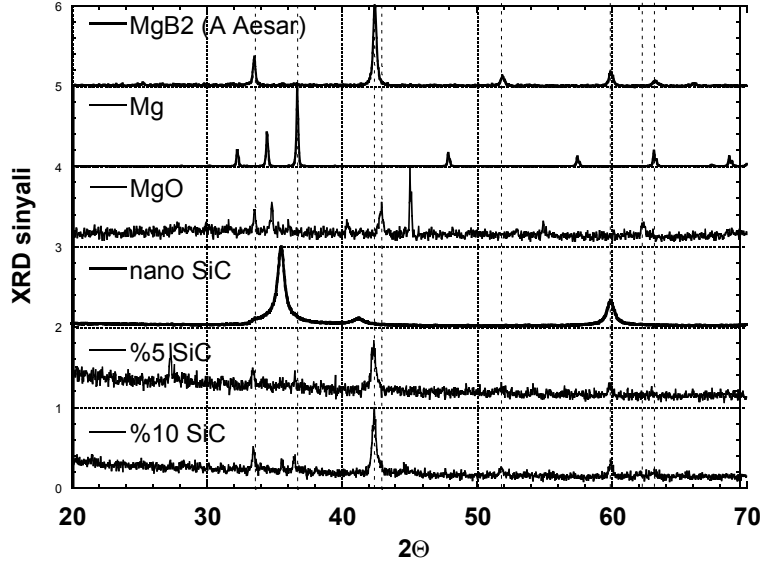
gözükmektedirler. Buna [%60 Mg + %40 Bor] da MgO pikleri çok daha fazla belirgin hale gelmiştir. Diğer taraftan grafiğin en altındaki [%40 Mg +%60 Bor] ile insitu olarak üretilen süperiletken filamentte MgO pik seviyesi daha azalmakla birlikte ticari MgB₂ye çok yakın bir yapısal karakteristik göstermektedir. Sonuç olarak Soxhlet yöntemiyle saflaştırılmış bor ile yapılan insitu MgB₂ tellerde %6 oranında safsızlık olarak ortaya çıkan Mg oranı tepkimeden önce göz önüne alınarak stihiyometrik oran hesaplanarak tellerin üretimi yapılmalıdır.

Sonuç olarak bütün insitu ve exsitu olarak üretilen tellerin filamentlerinden alınan örneklerde MgB₂ pikleri dominant pikler olarak ortaya çıkmıştır. Böylece Soxhlet yöntemi kullanılarak tamamen kendi imkanlarımızla süperiletken MgB₂ teller üretilmiş ve yapısal olarak analiz edilmiştir. Bu ise projenin en önemli hedeflerinde birisinin gerçekleşmesi anlamına gelmektedir. Bundan sonraki adım ise elde edilen tellerin elektriksel ve manyetik özelliklerinin ölçülerek değerlendirilmesi ve performansının yükseltilmesi için gerekli parametrelerin elde edilmesidir. Bir sonraki kısımda parametrelerin elde edilmesi için gerekli çalışmalar sunulmaktadır.

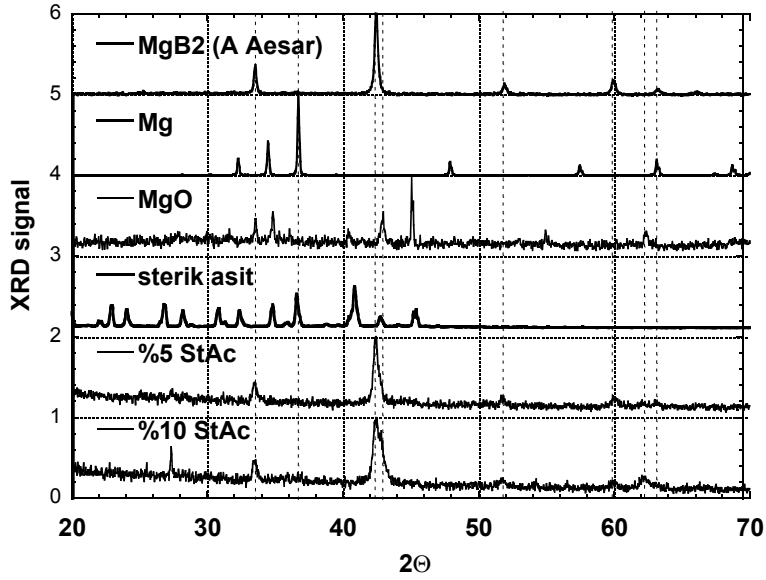
4.2.3. SiC ve Sterik asit katkılı - XRD sonuçları [in-situ SiC_x+(Mg+2B)_(1-x) ve St.Asit_x+(Mg+2B)_(1-x)]

Fe kılıf içerisinde oluşan MgB₂ kompozite filametın yapısal karakterizasyonu için XRD sonuçlarından yararlanabilmek için elektrik ve manyetik karakterizasyonu yapılmış tellerin içindeki tozlar mekanik olarak yarararak ve kazıyarak çıkarılmıştır. Fakat tellerin yarı çapının çok düşük olması ve dolayısıyla çıkarılan toz miktarının çok az olması sebebiyle Şekil 4.2.3 de görüldüğü gibi XRD grafiğinde sinyal çok düşük çıkmıştır. Yinede sonuçları karşılaştırmak ve pikleri yorumlamak mümkün olmuştur. Şekil 4.2.3 de 800 °C de tavlanmış saf (Mg+2B), %5-%10 SiC katkılı (Mg+2B), ve Şekil 4.2.4 de %5-%10 Sterik asit katkılı (Mg+2B) tellerin filament kısımlarına ait normalize olmuş XRD grafiği görülmektedir. Burada karşılaştırma amaçlı daha önce aldığımız ticari MgB₂, kullanılan Mg ve Oksitlenmesiyle elde edilen MgO, SiC ve sterik asit için XRD grafikleride verilerek kesikli çizgilerle önemli piklerin karşılaştırılması sağlanmıştır. Buna göre saf MgB₂ ile ticari MgB₂ nin pikleri birbirine uyarken 27° civarında kazıma sırasında kılıftan kaynaklanan ekstra pikler gözükmektedir. SiC piklerinin şiddeti katkı oranına paralel olarak artarken sterik asit'e (C₁₈H₃₆O₂) ait pik gözükmezken içerdiği azda olsa oksijen ile 44° ve 63° civarında MgO piklerinin oluşmasına sebep olduğu özellikle %10 sterik asit katkılı telde bariz olarak

gözükmemektedir. Buna rağmen bütün örneklerde MgB_2 nin pikleri net bir şekilde görülmektedir.



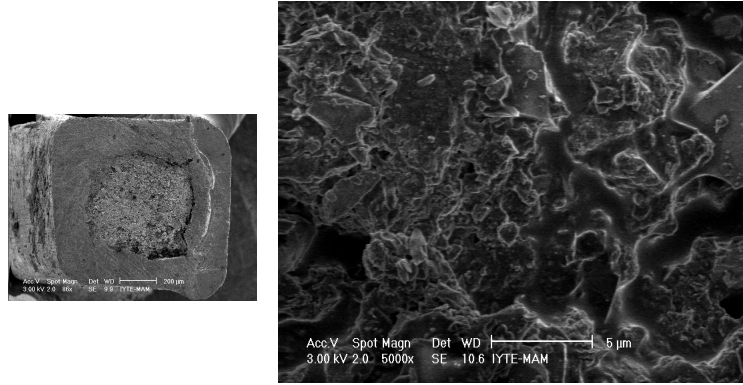
Şekil 4.2.3. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ de tavllanmış %5-%10 SiC katkılı ($Mg+2B$) tellerin filament kısımlarına ait normalize olmuş XRD grafiği



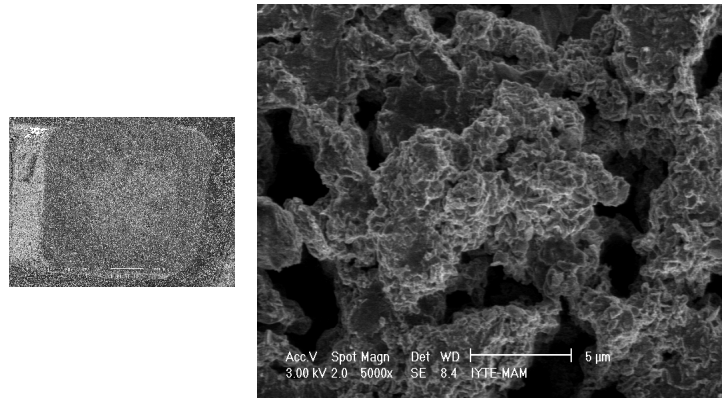
Şekil 4.2.4. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ de tavllanmış, %5-%10 Sterik asit katkılı MgB_2 tellerin filament kısımlarına ait normalize olmuş XRD grafiği

4.2.4 SiC ve sterik asit katkılı tellerin MgB₂ filament kısmına ait SEM ve EDX sonuçları

Şekil 4.2.5. de %5 SiC katkılı MgB₂ tellerine ait, Şekil 4.2.6. de de ise %5 (C₁₈H₃₆O₂) sterik asit katkılı MgB₂tellere ait SEM görüntüleri verilmektedir. Buna göre SiC katkılı filamentte parçacıklar arası bağlantı daha sıkı iken sterik asit katkılı tellerin filamentinde daha gevşek ve daha küçük parçacık boyutuna sahip MgO ince film ile kaplı bir yapı vardır. Yaklaşık 250 µm çapında süperiletken MgB₂ filament görülmektedir. Filamentin etrafında ise çelik kılıf 250 µm kalınlığında bir koruma oluşturmaktadır.



Şekil 4.2.5. %5 SiC katkılı Fe kılıflı üstüniletken MgB₂ tel ve filamentine ait SEM görüntüleri



Şekil 4.2.6. %5 C₁₈H₃₆O₂ Sterik asit katkılı Fe kılıflı üstüniletken MgB₂ tel ve filamentine ait SEM görüntüleri

Tablo 4.2.2 de %5 sterik asit ve %5 SiC katkılı tellerin MgB₂ filament kısmına ait EDX sonuçları verilmektedir. Her iki malzeme için Mg, B ve C 'un ağırlık oranları yaklaşık bir

birine benzer çıkarken, SiC katkılı tellerde Si da fark edilmektedir. Ayrıca parlatma sırasında filamentte karışmış kılıfa Fe sinyalleride farklı oranlar görülmektedir. Fakat her iki örnekte de oksijen MgO in varlığına bir delil teşkil etmektedir. Özellikle sterik asit katkılı tellerin XRD sonuçlarında MgO pikleri görülürken SiC katkılı tellerde belirgin değildir.

Tablo 4.2.2 %5 sterik asit ve SiC katkılı tellerin MgB₂ filament kısmına ait EDX sonuçları

Elem	Wt % sterik asit katkılı teller	Wt % SiC katkılı teller
B	44.30	31.92
Mg	37.40	25.78
C	6.81	7.62
O	9.72	8.71
Si	0	2.33
Fe	1.77	23.64
Total	100	100

800°C de yapılan tavlama işleminden sonra sterik asit çelik kılıfta tel boyunca yarılmalara sebep olduğu gözlenmiştir. Sterik asitteki yoğun hidrojen miktarı 800°C de su buharı veya hidrojen gazı olarak kılıfta yüksek basınç oluşturmuş ve bu basınç çelik kılıfta çatlak ve yarılmalara sebep olmuş olabilir. Bu çatlaklara rağmen bu tellerin elektriksel ve manyetik karakterizasyonları yapılmış ve yüksek akıma karşı davranışları incelenebilmiştir. Fakat bobin yapımında kullanılamamıştır. Daha sonra 400 °C da ön tavlama sıcaklığı uygulanarak hidrojen çıkışı yavaşlatılmış ve bu tellerde küçük heliks şeklinde bobin haline getirilerek gerekli R-T ve I-V ölçümleri yapılmıştır.

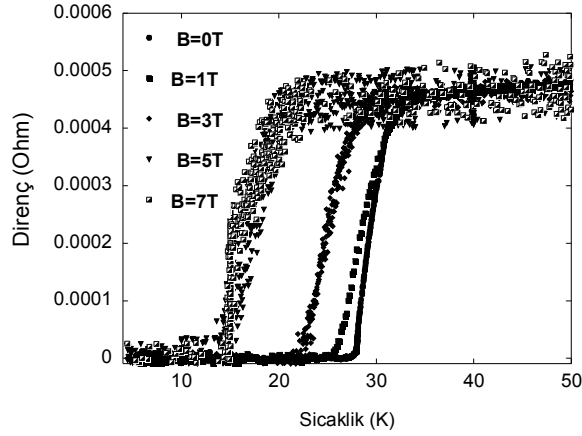
4.2.5. Çelik Kılıflı süperiletken MgB₂ tellerin Elektro-Manyetik Karakterizasyonu

4.2.5.1 Exsitu yöntemi - Mg_x+MgB_{2(1-x)} :

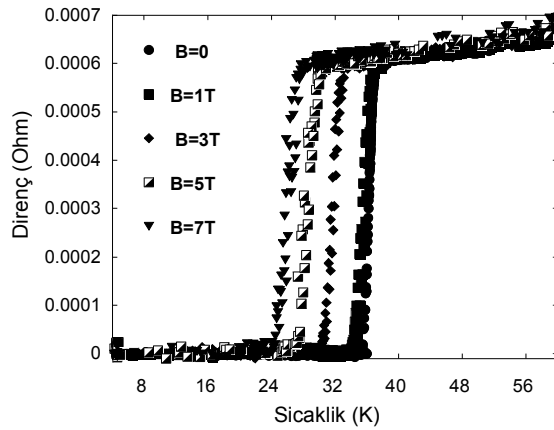
Bu kısımda çelik kılıflı Mg katkılı exsitu (Mg_x+MgB_{2(1-x)}) olarak üretilmiş MgB₂ süperiletken tellere ait deneysel sonuçları verilmiştir. Burada x=0, 0.5, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25 olarak seçilmiştir. Alfa Aesar dan satın alınan ticari %98.5 saf MgB₂ karşılaştırma amaçlı gösterilmiştir. Böylece çelik kılıflı Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş süperiletken MgB₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T), direnç-manyetik alan (R-B), Voltaj-Akım (V-I) ölçümleri verilerek, tavlama sıcaklığının performans parametreleri olan T_c kritik geçiş sıcaklığına, B_c kritik manyetik alana ve J_c kritik akım yoğunluğuna olan etkileri incelenmiştir.

Karşılaştırma amaçlı Şekil 4.2.7 de ve Şekil 4.2.8 de çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş, tavlammamış ve 900 °Cde 30 dakika tavlammış MgB₂ tellerin direnç-sıcaklık (R-T) grafiği verilmiştir. Aynı zamanda her iki malzeme için 0T, 1T, 3T, 5T ve 7T manyetik alan altında kritik geçiş sıcaklığının elde edilmesi için ölçümler yapılmıştır.

Elde edilen sonuçlardan yararlanarak B_c(0K) kritik manyetik alan hesaplamaları yapılarak tablo halinde verilecektir. Buna göre Tavlammamış saf MgB₂ tellerde T_c 31 K civarında iken 900 oC da tavlama sonucunda 37 K e çıkmıştır. Ayrıca manyetik alan artırıldığında kritik sıcaklık düşmekte 7T altında tavlammamış örnekte 18.5K iken tavlama sonucunda parçacıklar (grainler) arasındaki bağlantılar sağlanarak 27.2 e ulaşmıştır. Diğer manyetik alanlardaki T_c geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.

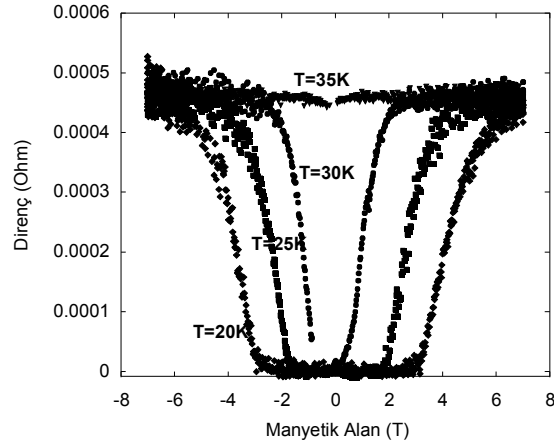


Şekil 4.2.7 : Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlammamış MgB₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği



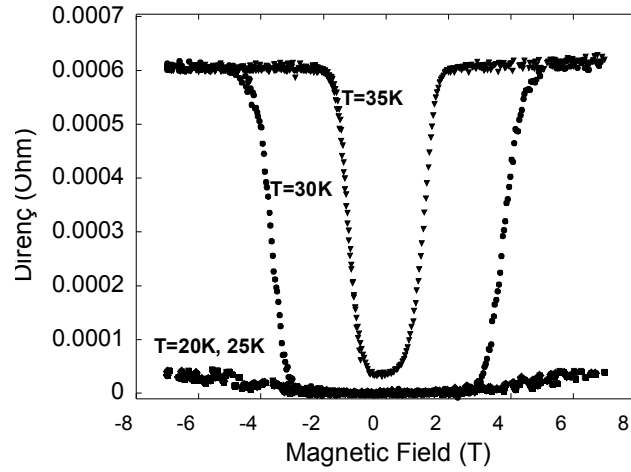
Şekil 4.2.8: Çelik kılıflı %0 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900C de tavlammış MgB₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği

Şekil 4.2.9 de ve Şekil 4.2.10 da çelik kılıflı %0 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş, tavlammamış ve 900 oC de 30 dakika tavlammamış MgB₂ tellerin direnç-manyetik alan (R-B) grafiği verilmiştir. Ayrıca her iki malzeme için süperiletken bobinlerin muhtemel kullanılma sıcaklıkları olan 20K, 25K, 30K, ve 35K gibi yüksek sıcaklıklar altında manyetik alan kritik geçişleri elde edilmiştir. Buna göre tavlammamış saf MgB₂ tellerde 35K de zaten süperiletkenlik gözlenmezken 900 oC da tavlama sonucunda 1T a kadar süperiletkenlik durumunu korumuştur. 25K de ise 7T gibi yüksek bir manyetik alandan neredeyse hiç etkilenmemiştir. Oysa tavlammamış tellerde 20K de dahi 4T civarında süperiletkenlik yok olmaya başlamıştır. Diğer sıcaklıklar altındaki manyetik alan geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.

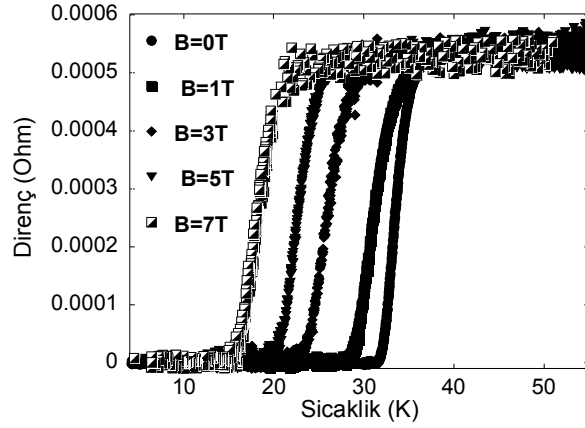


Şekil 4.2.9: Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlammamış MgB₂ tellerin , direnç-manyetik alan(R-B) grafiği

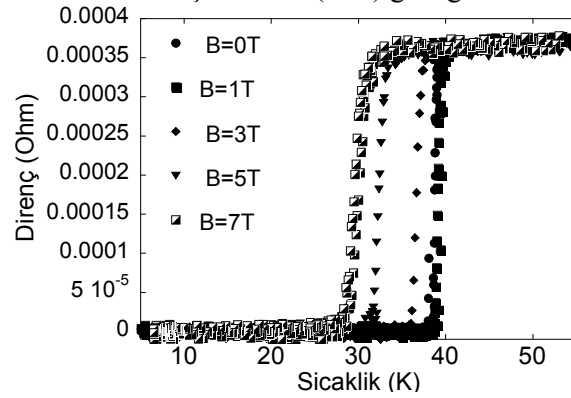
Şekil 4.2.11 de ve Şekil 4.2.12 de çelik kılıflı %5 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş, tavlammamış ve 900 de 30 dakika tavlammamış MgB₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği verilmiştir. Aynı zamanda her iki malzeme için 0T, 1T, 3T, 5T ve 7T manyetik alan altında kritik geçiş sıcaklığının elde edilmesi için ölçümler de yapılmıştır. Buna göre tavlammamış saf MgB₂ tellerde T_c 35K civarında iken 900C da tavlama sonucunda MgB₂ tellerin maximum geçiş sıcaklığı olan 39.6K e kadar çıkmıştır. Ayrıca manyetik alan artırıldığında kritik sıcaklık düşmekte 7T altında tavlammamış örnekte 21K iken tavlama sonucunda grainler arasındaki bağlantılar sağlanarak 31K 'e ulaşmıştır. Bu ise Mg katkılamanın T_c geçiş sıcaklığını artırdığını bariz bir şekilde göstermiştir. Diğer manyetik alanlar altındaki T_c geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.



Şekil 4.2.10: Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB2 tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği



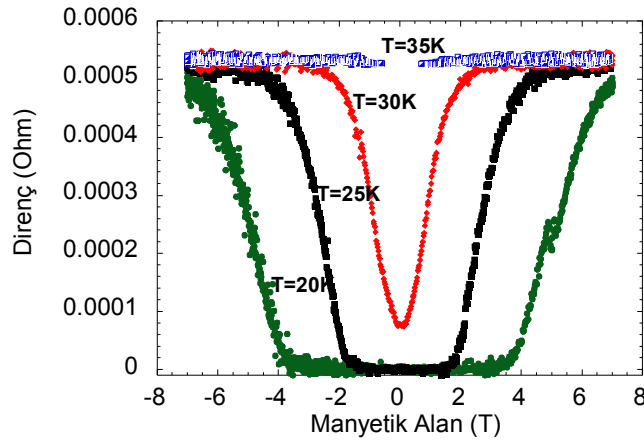
Şekil 4.2.11 : Çelik kılıflı %5Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB2 tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği



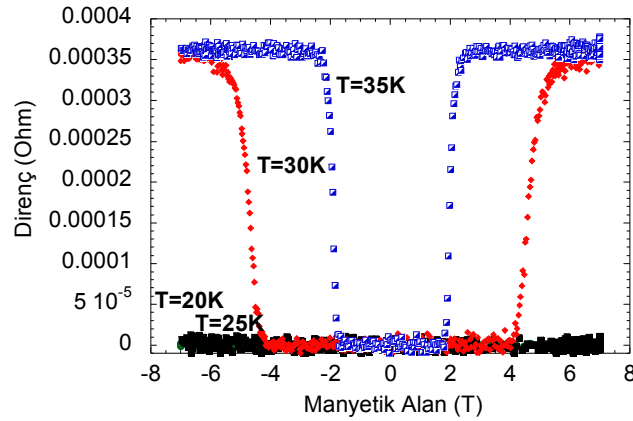
Şekil 4.2.12 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB2 tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği

Şekil 4.2.13 de ve Şekil 4.2.14 da çelik kılıflı %5 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş, tavlannmamış ve 900 °Cde 30 dakika tavlannmış MgB2 tellerin direnç-manyetik alan (R-B)

grafiği verilmiştir. Ayrıca her iki malzeme için süperiletken bobinlerin muhtemel kullanılma sıcaklıkları olan 20K, 25K, 30K, ve 35K gibi yüksek sıcaklıklar altında manyetik alan kritik geçişleri elde edilmiştir. Buna göre tavlannmamış MgB_2 tellerde 35K de zaten süperiletkenlik gözlenmezken 900 °C da tavlama sonucunda 2.2T a kadar süperiletkenli durumunu korumuştur. 30K de ise 5.7T gibi yüksek bir manyetik alana kadar hiç etkilenmemiştir. Oysa tavlannmamış tellerde 20K de dahi 5T civarında süperiletkenlik yok olmaya başlamıştır. Diğer sıcaklıklar altındaki manyetik alan geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.



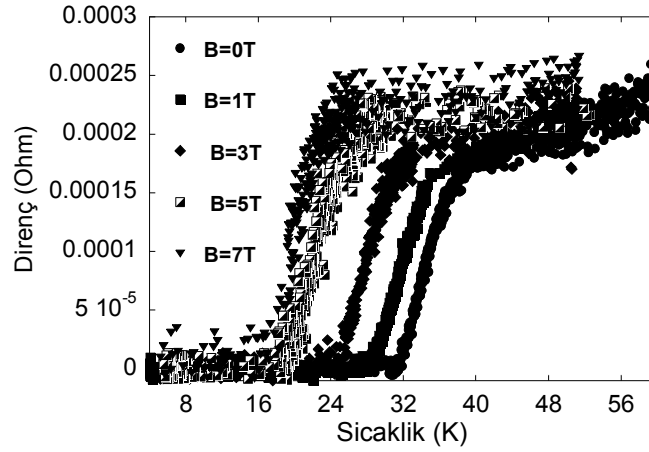
Şekil 4.2.13 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB_2 tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği



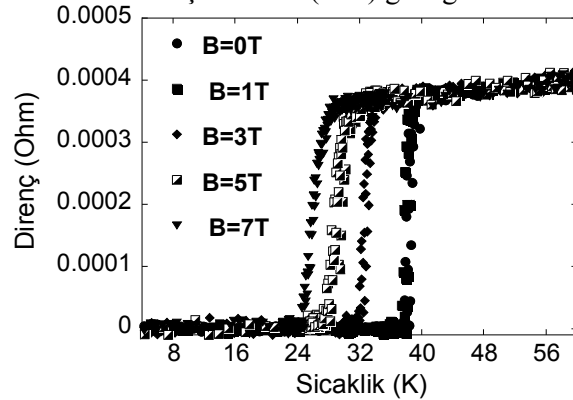
Şekil 4.2.14 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavlannmış MgB_2 tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği

Şekil 4.2.15 de ve Şekil 4.2.16 de çelik kılıflı %25 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş, tavlannmamış ve 900C de 30 dakika tavlannmış MgB_2 tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği verilmiştir. Aynı zamanda her iki malzeme için 0T, 1T, 3T, 5T ve 7T manyetik alan altında

kritik geçiş sıcaklığının elde edilmesi için ölçümler de yapılmıştır. Buna göre tavlannmamış saf MgB_2 tellerde T_c 37K civarında iken 900 °C da tavlama sonucunda MgB_2 tellerin 39 K e kadar çıkmıştır. Ayrıca manyetik alan artırıldığında kritik sıcaklık düşmekte 7T altında tavlannmamış örnekte 22.5K iken tavlama sonucunda grainler arasındaki bağlantılar sağlanarak 27.5K e ulaşmıştır. Bu ise Mg katkılamının tavlannmamış tellerde T_c geçiş sıcaklığını artırdığını, fakat 900 °C de tavlandığında %5 Mg katkılı tellere göre daha düşük bir T_c sıcaklığı vermektedir. Bunun sebebi ise tavlama sırasında fazlalık olan Mg un ortamda bulunan oksijen ile MgO oluşturma ihtimalinden kaynaklanmaktadır. Bu durumu ise XRD sonucundan görebiliyoruz. 42.3 derecede bulunması gereken ana pik MgO in piki olan 43 dereceye doğru kaymaya başlamıştır. Diğer manyetik alanlar altındaki T_c geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.

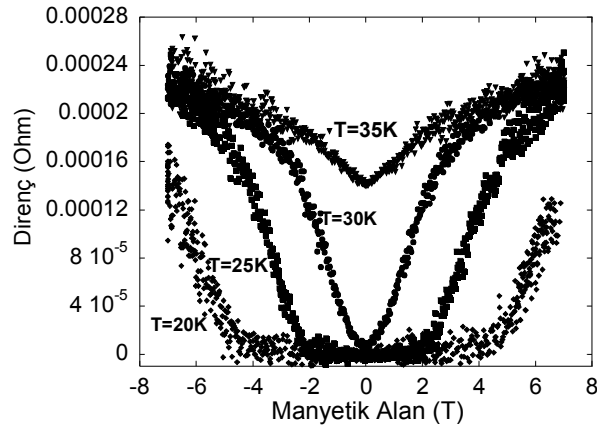


Şekil 4.2.15 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı *exsitu* olarak üretilmiş tavlannmamış MgB_2 tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği

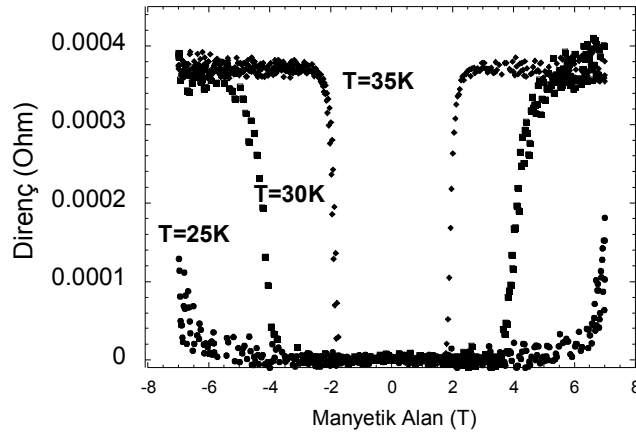


Şekil 4.2.16 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı *exsitu* olarak üretilmiş 900C de tavlannmış MgB_2 tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği

Şekil 4.2.17 de ve Şekil Şekil 4.2.18 da çelik kılıflı %25 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş, tavlannmamış ve 900 °Cde 30 dakika tavlannmış MgB₂ tellerin direnç-manyetik alan (R-B) grafiđi verilmiştir. Ayrıca her iki malzeme için süperiletken bobinlerin muhtemel kullanılma sıcaklıkları olan 20K, 25K, 30K, ve 35K gibi yüksek sıcaklıklar altında manyetik alan kritik geçişleri elde edilmiştir. Buna göre tavlannmamış MgB₂ tellerde 35K de süperiletkenlik bozulmaya başlamışken 900 °C da tavlama sonucunda 2.2T a kadar süperiletkenli durumunu korumuştur. 25K de ise 7T gibi yüksek bir manyetik alana kadar hiç etkilenmemiştir. Oysa tavlannmamış tellerde 20K de dahi 5T civarında süperiletkenlik yok olmaya başlamıştır. Diğer sıcaklıklar altındaki manyetik alan geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı birşekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.



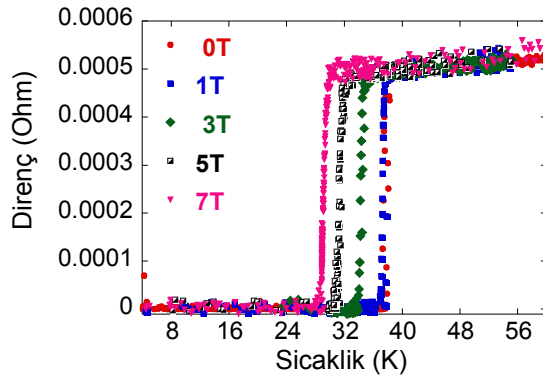
Şekil 4.2. 17 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiđi



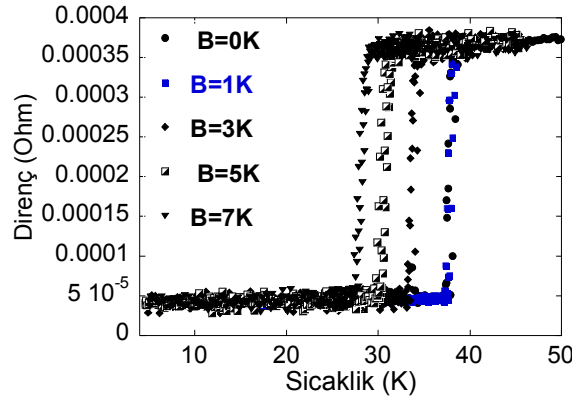
Şekil 4.2.18 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900C de tavlannmış MgB₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiđi

4.2.4.2. Insitu yöntemi - $Mg_x+2B_{(1-x)}$:

Şekil 4.2.19 de ve Şekil 4.2.20 de çelik kılıflı [%40 Mg + %60 Bor] ve [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900C de 30 dakika tavllanmış MgB_2 tellerin direnç-sıcaklık (R-T) grafiği verilmiştir. Aynı zamanda her iki malzeme için 0T, 1T, 3T, 5T ve 7T manyetik alan altında kritik geçiş sıcaklığının elde edilmesi için ölçümler de yapılmıştır. Buna göre her iki sentezleme oranlarında da süperilekenlik geçişi T_c 38.5K civarında elde edilmiştir. Ayrıca manyetik alan artırıldığında kritik sıcaklık düşmekte, 7T altında [%40 Mg + %60 Bor] olan örnekte 29.5K iken [%60 Mg + %40 Bor] olarak sentezlenen tellerde geçiş 28.5K de gerçekleşmiştir. Bu ise fazla Mg oranının T_c geçiş sıcaklığını çok az düşürdüğünü göstermiştir. Bunun sebebi ise zaten %7 civarında Mg fazlalığı olan Bor'un üzerinde %10 daha eklenmesi tavlama sırasında fazlalık olan Mg un ortamda bulunan oksijen ile MgO oluşturma ihtimalinden kaynaklanmaktadır. Bu durumu ise XRD sonucundan görebiliyoruz. Hem 42.3 derecede hemde MgO in piki olan 43 derecede 2 tane çatal şeklinde ana pik oluşmuştur. Diğer manyetik alanlar altındaki T_c geçişleri ve %50 Mg oranıyla sentezlenmiş malzemeye ait tüm detaylı bilgiler Tablo 4.2.3 de karşılaştırma amaçlı olarak verilmiştir. Fakat [%40 Mg + %60 Bor] olarak sentezlenmiş malzemede direnç 4K de 0 ohm'u gösterirken [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900C de 30 dakika tavllanmış MgB_2 tellerin direnç 4.0×10^{-5} ohm, yani tam olarak sıfırı görmemiştir. Benzer bir durum 1000C de tavllanmış [%40 Mg + %60 Bor] olarak sentezlenmiş malzemede de direnç 4K de 3.3×10^{-5} ohm olarak ölçülmüştür. Bu ise XRD sonucunda da görüldüğü gibi 1000C de MgO oluşumunun süperiletkenliği önemli ölçüde etkilediğini göstermektedir.

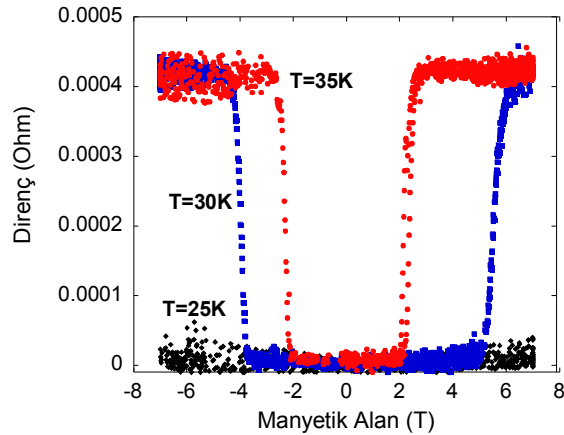


Şekil 4.2.19 : Çelik kılıflı [%40 Mg + %60 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB_2 tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği

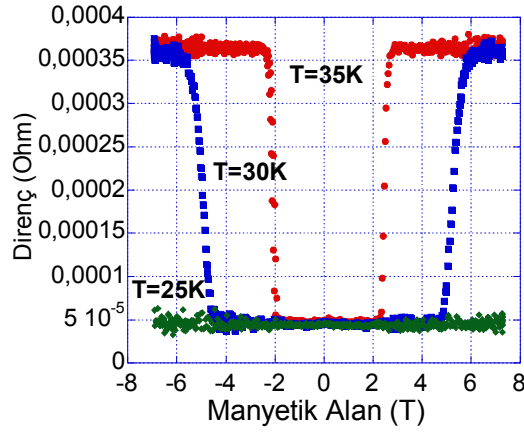


Şekil 4.2.20 : Çelik kılıflı [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB_2 tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği

Şekil 4.2.21 de ve Şekil 4.2.22 de çelik kılıflı [%40 Mg + %60] Bor ve [%60 Mg + %40] Bor insitu olarak üretilmiş 900 °C de 30 dakika tavllanmış MgB_2 tellerin direnç-manyetik alan (R-B) grafiği verilmiştir. Ayrıca her iki malzeme için süperiletken bobinlerin muhtemel kullanılma sıcaklıkları olan 20K, 25K, 30K, ve 35K gibi yüksek sıcaklıklar altında manyetik alan kritik geçişleri elde edilmiştir. Buna göre tavlınmamış her iki malzeme de benzer sonuçlar elde edilmiştir. 35K de 2.2T ve 2.4T a kadar süperiletkenlik durumunu korumaktadırlar. Her ikisinde 25K de 7T gibi yüksek bir manyetik alana kadar etkilenmemiştir. Oysa tavlınmamış exsitu tellerde 20K de dahi 5T civarında süperiletkenlik yok olmaya başlamıştır. Diğer sıcaklıklar altındaki manyetik alan geçişleri ile ilgili daha detaylı bilgi Tablo 4.2.3 de detaylı bir şekilde karşılaştırma amaçlı verilmiştir.

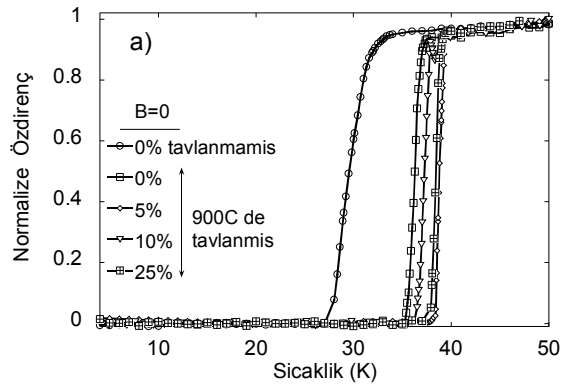


Şekil 4.2.21 : Çelik kılıflı [%40 Mg + %60 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB_2 tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği



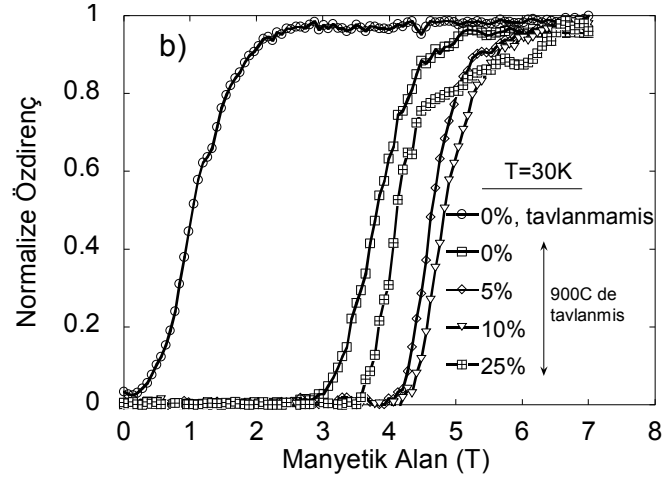
Şekil 4.2.22 : Çelik kılıflı [%60 Mg + %40] Bor insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği

Şekil 4.2.23 de tavalanmamış ve 900 °C de yarım saat tavllanmış Mg katkılı ve katkısız MgB₂ süperiletken tellere ait kritik geçiş eğrileri verilmiştir. Buna göre katkısız tellerde tavlınmamış ile tavlınmış tel arasında 7K fark oluşurken %5 Mg katkılı teller arasında 10K gibi çok büyük bir fark oluşturmaktadır. Arıca tavlınmış katkısız ile %5 Mg katkılı arasında ise 3K gibi bir iyileşme görülmektedir. Bu da tavlamanın ve Mg katkılanmanın süperiletken özelliklerini nasıl etkilediğini bariz bir şekilde ortaya koymaktadır.



Şekil 4.2.23: Tavalanmamış ve 900 °C de yarım saat tavlınmış Mg katkılı ve katkısız MgB₂ süperiletken tellere ait kritik geçiş eğrilerinin karşılaştırılması.

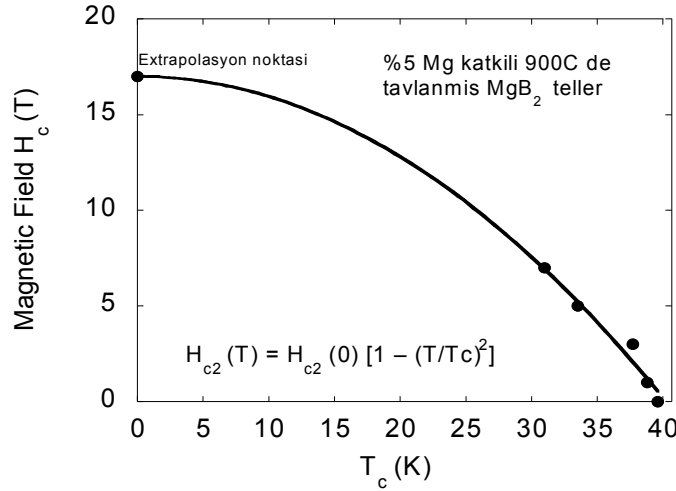
Şekil 4.2.24 de tavalanmamış ve 900 oC de yarım saat tavlınmış Mg katkılı ve katkısız MgB₂ süperiletken tellere ait 30K çalışma sıcaklığında manyetik alan kritik geçiş eğrileri verilmiştir. Buna göre katkısız tellerde tavlınmamış ile tavlınmış tel arasında 2.8T fark oluşurken %10 Mg katkılı teller arasında 3.8T gibi çok büyük bir fark oluşturmaktadır. Arıca tavlınmış katkısız ile %10 Mg katkılı arasında ise 1K gibi bir iyileşme görülmektedir.



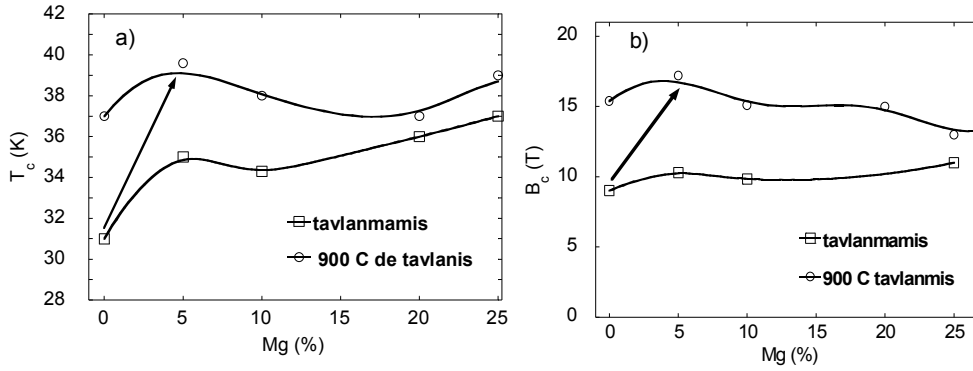
Şekil 4.2.24: Tavalanmamış ve 900 °C de yarım saat tavllanmış Mg katkılı ve katkısız MgB_2 süperiletken tellere ait 30K de kritik manyetik alan geçiş eğrilerinin karşılaştırılması.

Şekil 4.2.25 de ise 900 °C de tavllanmış %5Mg katkılı teller için üst kritik manyetik alan değerini hesaplamak için kullanılan BCS teorisi fit grafiği göstermektedir. Manyetik alan altında yapılan ölçüm sonucunda elde edilen datalar Meissner olayına karşılık gelen BCS teorisindeki kritik sıcaklık ve kritik manyetik alan geçişlerini kontrol eden fonksiyona fit yapılarak OT' ya karşılık gelen üst kritik manyetik alan değerlerinin hesaplanması için kullanılmıştır. 5 datanın kullanıldığı BCS fit sonucuna göre 17T gibi bir kritik manyetik alan hesaplanmıştır. Benzer şekilde 900 °C de tavllanmış ve tavlınmamış MgB_2 tellerde Mg katkılamanın T_c ve B_c yi nasıl değiştirdiği Şekil 4.2.26 sırayla a) ve b) şıkında gösterilmiştir. Buna göre tavlınmamış tellerde Mg katkısı arttıkça T_c kritik sıcaklık 30K de 37K e kadar armaktadır.

900 °C ve 1000 °C de tavlınmış örneklerde ise ortalama 38.5K civarında benzer sonuçlar elde edilmiştir. Insitu olarak elde edilen tellerde de yine aynı sonuçlara ulaşılmıştır. Buna göre tavlınmamış tellerde Mg katkısı arttıkça B_c kritik manyetik alan 9T dan 11T a kadar armaktadır. 900 °C ve 1000 °C de tavlınmış örneklerde ise ortalama 15T civarında 14T ile 17T arasında sonuçlar elde edilmiştir. Insitu olarak elde edilen tellerde de benzer sonuçlara ulaşılmıştır. Yine yukarıda bahsedildiği gibi T_c de 10K ve B_c de ise 8T civarında önemli bir artış elde edilmiştir. Bu da tavlamanın ve Mg katkılamanın süperiletken özelliklerini nasıl etkilediğini yine çok açık bir şekilde ortaya koymaktadır. Ayrıca Mg katkılama, tel yapımında kullanılmak üzere daha esnek ve güçlü bir yapı kazandırmaktadır.

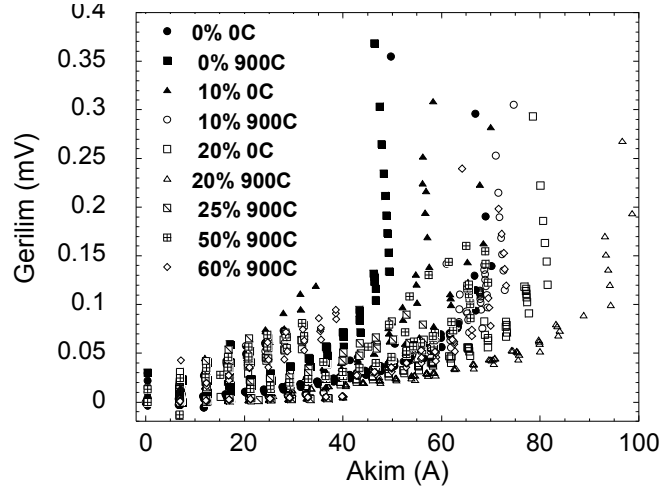


Şekil 4.2.25: 900 °C de tavlannmış %5Mg katkılı teller için üst kritik manyetik alan değerini hesaplamak için kullanılan BCS teorisi fit grafiği



Şekil 4.2.26: 900 °C de tavlannmış ve tavlannmamış MgB₂ tellerde Mg katkılanmanın T_c ve B_c ye etkisi

Şekil 4.2.27 da çelik kılıflı farklı Mg katkılı (%0, %10, %20, %25 Mg) exsitu ve farklı kimyasal oranlarda (%40, %50, %60 Mg) insitu olarak sentezlenmiş 900 °C de tavlannmış ve tavlannmamış MgB₂ tellerin 20K alınmış voltaj-akım (V-I) grafiği elde verilmiştir. Buna göre MgB₂ tellerin kopmadan veya erimeden 20K de taşıyabilecekleri akım 50A ile 94A arasında değişmektedir. En yüksek akımı, (94A) 900C tavlannmış %20 Mg katkılı MgB₂ teller taşırken en düşük akımı (50A) ise 900C de tavlannmış katkısız (saf) MgB₂ teller taşımaktadır. [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900C de tavlannmış MgB₂ teller ise 72A taşımaktadır. 2.9×10^4 A/cm² lik akım yoğunluğuna ulaşmaktadır. Burada akım yoğunluğu hesaplanırken 1mm kare tel kesiti yerine 0.5 mm² filament kesiti göz önüne alınmıştır. 94A ile en yüksek akım yoğunluğu olarak 3.8×10^4 A/cm² 900 °C tavlannmış %20 Mg katkılı MgB₂ teller taşıyabilmektedir. Diğer malzemelerin taşıyabildiği akım ve akım yoğunlukları Tablo 4.2.3 de verilmiştir.



Şekil 4.2.27: Çelik kılıflı farklı Mg katkılı exsitu ve farklı kimyasal oranlarda sentezlenmiş insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış ve tavlansız MgB₂ tellerin voltaj-kritik akım (V-I) grafiği

Tablo 4.2.3 : Çelik kılıflı farklı Mg katkılı exsitu ve farklı kimyasal oranlarda sentezlenmiş insitu olarak üretilmiş 900°C de tavllanmış ve tavlansız MgB₂ tellere deneysel parametre performans sonuçları

Mg Katkı oranı (%)	Tavlama (C)	Tc (K)					Ro(4K) (Ohm)	B0 (T)fit	Tc (T)fit	R fit	Bc (T)			Ic (A)		Jc (A/cm ²)
		0T	1T	3T	5T	7T					20K	25K	30K	35K	20K	
0.0	0.0	31,0	30,5	28,0	19,5	18,5	0.00E+00	9.0	31.6	0.987	5.0	3.5	1.7	0.4	70.0	2.8E+04
0.0	900.0	37,0	36,5	33,0	30,0	27,2	0.00E+00	15.4	37.2	0.992			4.4	1.6	50.0	2.0E+04
0.0	1000.0	39.2	37.8	35.3	31,0	29,0	3.20E-05	14.8	39.2	0.992			5.7	2.2		
5.0	0.0	35,0	33,5	28,5	25,0	20,0	0.00E+00	10.3	34.8	0.997	6.0	3.6	1.5	0.0		
5.0	900.0	39,6	38,8	37,7	33,5	31,0	0.00E+00	17.2	40.2	0.984			5.1	2.2		
10.0	0.0	34,3	32,5	27,5	23,5	18,0		9.6	34.0	0.998	2,3-2	6.5	4.8	0.5	56.0	2.2E+04
10.0	700.0	38,5	33,0	30,0	28,0	20,5	0.00E+00	10.1	35.5	0.982	5.8	5.3	2.4	1.0		
10.0	900.0	38,0	37,5	33,5	32,0	28,0	0.00E+00	15.1	38.3	0.990			5.3	2.4	72.0	2.9E+04
20.0	0.0	32,5					0.00E+00								81.0	3.2E+04
20.0	900.0	37,0					7.00E-06				8.0		4.4		94.0	3.8E+04
20.0	1000.0	38,5	37,5	34,5	30,5	29,0	0.00E+00	15.0	38.6	0.988			4.8	2.2		
25.0	0.0	37,0	35,0	31,5	26,5	22,5	0.00E+00	11.0	36.8	0.998	7.5	5.0	3.3	2.7		
25.0	900.0	39,0	38,5	33,5	30,0	27,5	0.00E+00	13.0	39.2	0.987		7.0	4.5	2.0	53.0	2.1E+04
40.0	900.0	38,2	37,5	34,5	31,5	29,5	0.00E+00	16.4	38.3	0.995		7.5	4.5	2.1		
40.0	1000.0	38.6		33.6	31,1	29,0	3.30E-05	15.9	38.2	0.990			5.8	2.5		
50.0	900.0	38,6	38,2	35,3	31,5	29,0	7.00E-05	15.2	39.1	0.994		7.0	5.8	2.4	70.0	2.8E+04
50.0	1000.0							13.8	40.6	0.965						
60.0	900.0	38,5	37,5	34,5	31,0	28,5	4.00E-05	15.0	38.6	0.997			5.4	2.4	72.0	2.9E+04

Tablo 4.2.3 de çelik kılıflı Mg katkılı exsitu ve insitu olarak üretilmiş 900 °C ve 1000 °C de tavllanmış ve tavlansız MgB₂ tellerin düşük sıcaklıklarda ve yüksek manyetik alan altında

elde edilmiş bütün deneysel sonuçları özetlenmiştir. Tablodan elde edilen sonuçlar değerlendirilerek Mg kakısının, tavlama sıcaklığını ve manyetik alan etkisinin, T_c kritik geçiş sıcaklığına ve B_c kritik manyetik alan geçişi ve J_c akım yoğunluğu hesaplanmış ve grafik olarak verilmiştir. Burada 700 °C ve 800 °C de üretilmiş telleri ölçmek için yeterli zaman ve yeterli sıvı He kalmadığı için sadece tavlammamış ve 900 °C ve 1000 °C de tavllanmış tellere ait sonuçları değerlendirilebilmiştir. Elde edilen sonuçlar literatürdeki sonuçlarla uyum içerisindedir.

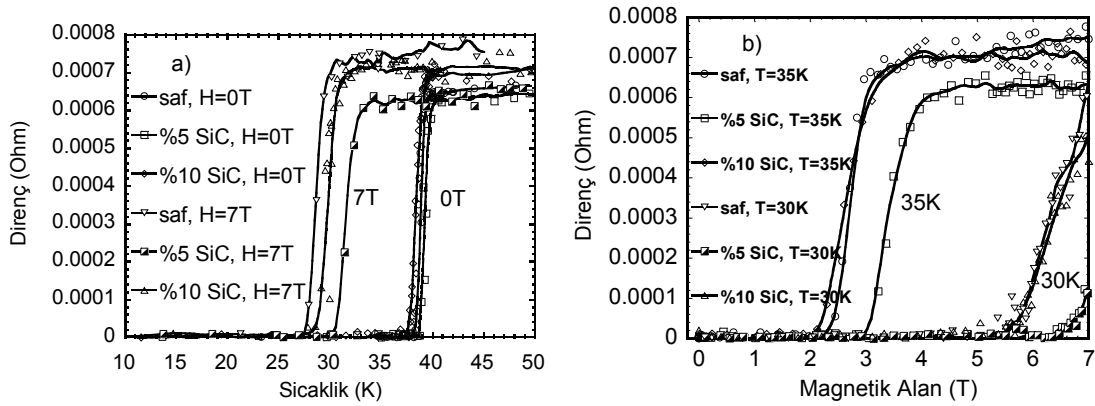
Böylece hem Mg katkısını hem de tavlama sıcaklığının hem T_c kritik geçiş sıcaklığını hem de B_c kritik manyetik alanı artırdığı belirlenmiştir. Ancak çok yüksek Mg ve yüksek tavlama sıcaklıklarında MgO oluşum nedeniyle akım yoğunluğu olumsuz olarak etkilenmektedir. Dolayısıyla exsitu olarak üretilen tellerde %20 Mg en ideal katkı ve 2 saat 900C de bekletme en ideal tavlama sıcaklığı olarak elde edilmiştir. Ancak akım yoğunluğunun artırılması için literatürde SiC katkılar kullanılmış ve manyetik alan altında çok yüksek kritik akım değerlerine ulaşılmıştır. Bu yüzden bir sonraki kısımda Mg yerine SiC ve karbon katkılama amaçlı organik sterik asit katkı malzemesi olarak kullanılıp kritik akıma olan etkisi araştırılarak prototip MgB_2 bobinde kullanılabilme olanakları araştırılmıştır.

4.2.6. Fe Kılıflı süperiletken MgB_2 tellerin Elektro-Manyetik Karakterizasyonu

4.2.6.1 SiC KATKILAMA

Önceki çalışmamızda ex-situ (hazır MgB_2) katkılama ile de in-situ katkılama ($Mg+2B$) karışımının tel içerisinde reaksiyonu) yöntemi kullanılmıştır. Bu kısımda ise karbon katkılama amaçlı olarak ağırlıkça %5 ve %10 (600 mesh) SiC kullanılmıştır.

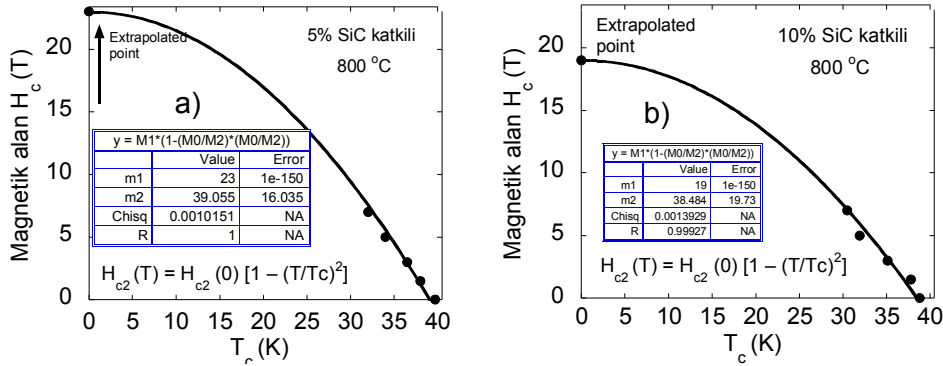
Kristal yapıyı güçlendirmek, ve kontrollü kirlilik oluşturarak manyetik girdap merkezleri oluşturmak amacıyla çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bunlardan en yaygın olanı ise doping maddesi kullanmaktır. Katkı olarak kullanılacak bileşiğin yada elementin, katkı yapılacak madde ile benzer kristal yapıya sahip olmaları gerekmektedir. Çünkü katkı olarak kullanılacak maddenin grainler arasına kolayca girebilmeli ve katkı yapılan maddeye kolayca bağlanabilmelidir. Bu amaçla bu çalışmada kullanılan SiC kristal yapısı, MgB_2 gibi hexagonal yapıdadır.



Şekil 4.2.28. *In-situ* olarak üretilmiş ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 SiC katkılı Mg+2B tellere ait a) 0T ve 7 T manyetik alan altında R-T grafiği, b) 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) grafiği.

Şekil 4.2.28 da ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 SiC katkılanmış 1mm çaplı 800 °C de tavllanmış MgB₂ tellerin (a) farklı manyetik alan altında kritik sıcaklık T_c ve (b) kritik manyetik alan H_c ölçümleri verilmiştir. 7T manyetik alan altında %5 SiC katkılı teller için T_c değeri 32K iken, %10 SiC MgB₂ teller için 30.4 K olarak ve katkısız (saf) MgB₂ de aynı manyetik alan altında 29.3K elde edilmiştir. Böylece SiC katkılamanın manyetik alan etkisini azaltarak %5 SiC katkılama optimum değere ulaştığı ve 32K e kadar süperiletkenliğini koruduğu söylenebilir. Sıfır manyetik alan altında ise %5 ve %10 SiC katkılı MgB₂ teller için süperiletkenlik kritik sıcaklık geçişi 39K civarında iken katkısız tellerde bu değer 38.5K olmuştur. Bu yarım derecelik iyileşme SiC katkılama kaynaklandığını söylemek zor. Bununla birlikte SiC katkılamanın manyetik alan olmadığı durumda T_c sıcaklığını çok fazla düşürmediği söylenebilir. Şekil 4.2.27-b de ise 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) ölçüm sonuçları verilmiştir. 30K sabit sıcaklıkta %5 SiC katkılı teller için kritik manyetik alan geçişi 6.57 T, 35 K ise bu değer 3.09 T da başlamıştır. Katkısız ve %10 SiC katkılı teller de benzer sonuçlar elde edilmiş ve 30K de kritik manyetik alan geçişi 5.6 T, 35 K ise bu değer 2.2 T da olmuştur. 25 K sabit sıcaklıkta yapılan ölçümlerde ise süperiletken faz değişimi olmamıştır. Böylece yine %5 SiC katkılama saf ve %10 SiC katkılı MgB₂ tellere göre manyetik alan karşısında daha iyi sonuç vermektedir. SiC partiküllerinin akı iğneleme merkezinde (flux pinning centre) oluşturdukları girdap akımların (vortex current) oluşturdukları, böylece yüksek manyetik alan altında geçiş değerlerinin saf olan tellere göre daha büyük olmasını sağlamaktadır. Bu ise manyetik alanı dışarlama rolü çok önemli rol oynamışlardır (Meisner etkisi). Bu ise karbon katkılamanın manyetik alan etkisini azalttığını ve %5 de optimum olduğu göstermektedir.

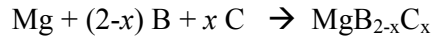
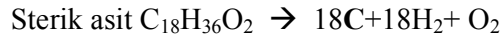
Şekil 4.2.29 da Mg katkılı tellerde olduğu gibi üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit edilmiştir. Şekil 4.2.29-a da %5 SiC katkılı teller için $T_c=39.05K$ ve $H_{c2}=23T$ iken Şekil 4.2.29-b de ise %10 SiC katkılı teller için $T_c=38.5K$ ve $H_{c2}=19T$ hesaplanmıştır. Tavlanmamış saf tellerde bu değerler $T_c=31K$ ve $H_{c2}=9T$ idi. Dolayısıyla hem tavlama hemde SiC etkisiyle T_c de 8K lik H_{c2} de ise 14T gibi büyük bir iyileşme gözlenmiştir.



Şekil 4.2.29: a) %5 SiC katkılı, b) %10 SiC katkılı teller için üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit sonuçları.

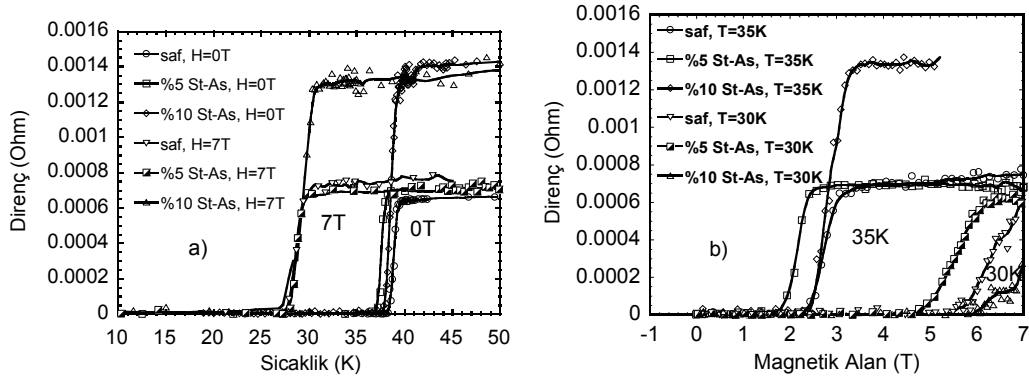
4.2.6.2 STERİK ASİT $C_{18}H_{36}O_2$ KATKILAMA

Bu çalışmada ayrıca insitu yöntemiyle üretilen tellerin içerisine karbon katkılama amacına yönelik %5 ve %10 sterik asit katkılanarak yapılmıştır. Bu durumda aşağıdaki reaksiyonun gerçekleşmesi beklenmektedir.



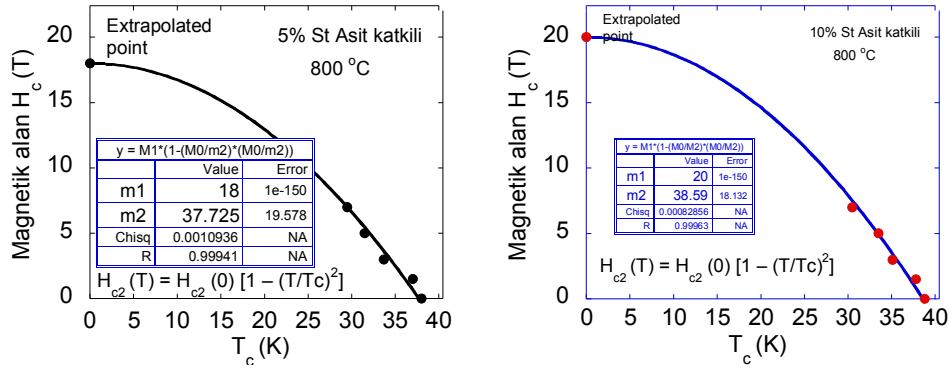
Öncelikle Sterik asit $C_{18}H_{36}O_2$ 400 °C nin üzerine çıkıldığında kimyasal bozulma söz konusu olarak reaksiyonu sonucu $18C + 18H_2 + O_2$ şeklinde 18 tane aktif karbon ve 18 tane hidrojen gazı ve oksijen ortaya çıkmaktadır. Oluşan hidrojen difozyon ile teli terkederken, oksijen MgO fazları oluşturmaktadır. Ancak en önemlisi oluşan aktif karbon tekrar Mg ve B ile reaksiyona girerek $MgB_{2-x}C_x$ şeklinde filament içerisinde manyetik akı girdap merkezleri oluşturmaktadır. Bu ise üst kritik manyetik alan geçişini olumlu yönde etkilemektedir. Sterik asit katkılama ile aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir. Buna göre, Şekil 4.2.30-a da ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 sterik asit katkılanarak, 800 °C de tavllanmış 1 mm çaplı MgB_2 tellerin farklı manyetik alan altında, kritik sıcaklık T_c ve kritik manyetik alan H_c ölçümleri verilmiştir. 7 T manyetik alan altında %5 sterik asit

katkılı teller için T_c değeri 29.1 K iken, %10 SiC MgB₂ teller için 30.2 K olarak elde edilmiştir. Sıfır manyetik alan altında ise %5 ve %10 sterik asit katkılı MgB₂ teller için süperiletkenlik kritik sıcaklık geçişi 37.7 K ve 38.5 K olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.2.30: *In-situ* olarak üretilmiş ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 Sterik asit katkılı Mg+2B tellere ait a) 0T ve 7 T manyetik alan altında R-T grafiği, b) 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) grafiği.

Şekil 5-b de ise aynı tellere ait 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) ölçüm sonuçları verilmiştir. 30K sabit sıcaklıkta %5 sterik asit katkılı teller için kritik manyetik alan geçişi 4.9 T, 35 K ise bu değer 1.8 T da başlamıştır. Katkısız ve %10 Sterik asit katkılı teller de benzer sonuçlar elde edilmiş ve 30K de kritik manyetik alan geçişi 5.9T, 35K ise bu değer 2.5T da olmuştur. 25K sabit sıcaklıkta yapılan ölçümlerde ise süperiletken faz değişimi olmamıştır. Böylece %10 sterik asit katkılama, saf ve %5 sterik asit katkılı MgB₂ tellere göre manyetik alan karşısında daha iyi sonuç vermektedir. Sterik asit 400 °C üzerinde karbonlaşarak SiC katkılama benzer şekilde davranarak manyetik alan etkisini azaltmakta ve %10 sterik asit katkılama optimum olduğu görülmektedir.

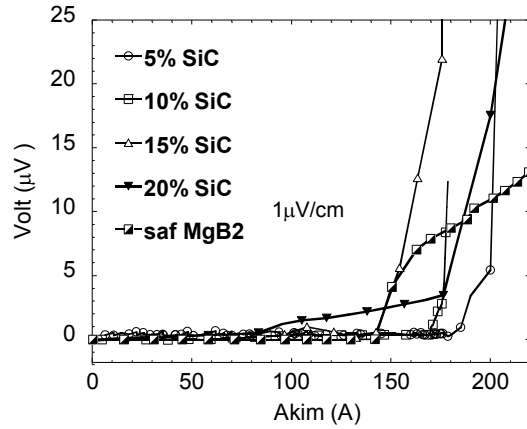


Şekil 4.2.31: a) %5 Sterik asit katkılı, b) %10 Sterik asit katkılı teller için üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit sonuçları.

Şekil 4.2.31 da Mg katkılı tellerde olduğu gibi üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit edilmiştir. Şekil 4.2.31-a da %5 Sterik asit katkılı teller için $T_c=37.7$ K ve $H_c=18$ T iken Şekil 4.2.31-b de ise %10 Sterik asit katkılı teller için $T_c=38.6$ K ve $H_c=20$ T hesaplanmıştır. Tavlanmamış saf tellerde bu değerler $T_c=31$ K ve $H_c=9$ T idi. Dolayısıyla hem tavlama hemde Sterik asit etkisiyle T_c de 7.6K lik H_c de ise 11T gibi büyük bir iyileşme gözlenmiştir.

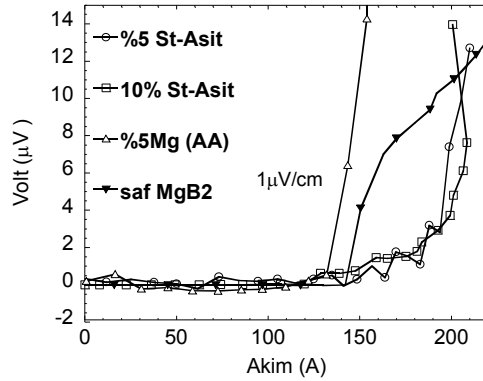
4.2.7 TRANSPORT KRİTİK AKIM ÖLÇÜM SONUÇLARI

Bu kısımda SiC ve Sterik asit katkılı Fe kılıflı süperiletken MgB2 tellere ait yüksek akım uygulamalarıyla kritik akım ve kritik akım yoğunluğu ölçüm sonuçları verilecektir. Şekil 4.2.32 insitu olarak üretilmiş katkısız (saf), %5, %10, %15 ve %20 SiC katkılı 2cm çapında heliks şeklindeki bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları karşılaştırılmıştır. Buna göre saf katkısız 1mm² lik tellerden 191A akıma karşılık filament kısmının kritik akım yoğunluğu 1.2×10^5 A/cm² ye karşılık gelmektedir. %5 SiC katkılı tellerden 201A akım geçerken, %10 SiC katkılı telden ise 178A akım geçebilmektedir. Aynı tellerin filament kısımlarındaki akım yoğunlukları 1.3×10^5 A/cm² olarak hesaplanmıştır. %15 ve %20 SiC katkılı teller ise 160A ve 187A e dayabilmiştir. Buna karşılık gelen filament akım yoğunluğu 1.0×10^5 A/cm² ve 1.0×10^5 A/cm² ve 1.1×10^5 A/cm² olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.2.32: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 SiC katkılı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.

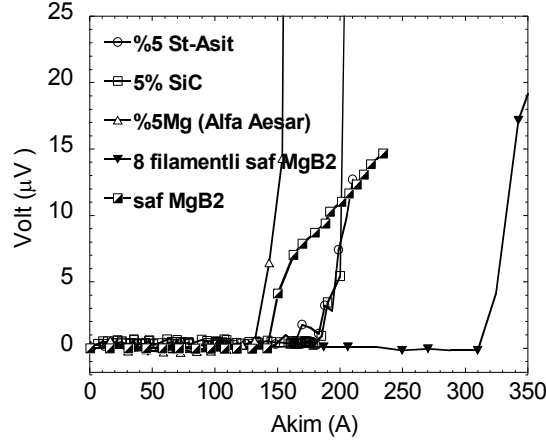
Şekil 4.2.33 de insitu olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 Sterik asit katkılı 2cm çapında heliks şeklinde sarılmış bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları karşılaştırılmıştır. Buna göre. %5 ve %10 SiC sterik asit katkılı tellerden her ikisinden da 205A akım geçerken, aynı tellerin filament kısımlarındaki akım yoğunlukları yaklaşık 1.3×10^5 A/cm² olarak hesaplanmıştır. Alfa Aesardan ticari olarak alınmış hazır MgB₂ tellere %5 Mg katkılanarak hazırlanmış ve 800C da aynı şartlarda tavlanmış tellerden ise 148A yani filament akım yoğunluğu 9.3×10^4 A/cm² olarak hesaplanmıştır. Bu ise saf insitu olarak üretilen tellerin %5 Mg katkılı exsitu tellere göre daha fazla akım taşıyabildiğini göstermektedir.



Şekil 4.2.33: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 sterik asit katkılı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.

Şekil 4.2.34 de insitu olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 SiC, %5 sterik asit ve %5 Mg katkılı exsitu MgB₂ ve en son deneme amaçlı olarak aynı şartlarda üretilen 8 filamentli içi demir dışı bakır MgB₂ tellere ait kritik akım ölçümlerinin karşılaştırılması verilmiştir. Buna göre. 8 filamentli katkısız saf MgB₂ tellerden 335A geçebilirken buna karşılık gelen akım

yoğunluğu olan 2.1×10^5 A/cm² olarak hesaplanmıştır. Böylece filament sayısı arttıkça MgB₂ çekirdek kısmı daha iyi sıkışarak parçacıklar arasındaki bağlantı iyileşmekte ve akım yoğunluğunu önemli ölçüde artırdığı ortaya çıkmaktadır.



Şekil 4.2.34: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 sterik asitkatlı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.

Tablo 4.2.4 de in-situ tekniğiyle üretilmiş sterik asit ve SiC katkılı ve katkısız Fe kılıflı MgB₂ tellere ait manyetik alan altında düşük sıcaklık elektriksel karakterizasyon sonuçları verilmiştir. Buna göre %10 sterik ve %5 SiC katkılama en iyi sonuç vermektedir.

Tablo 4.2.4: İnsitu tekniğiyle üretilmiş sterik asit ve SiC katkılı MgB₂ tellere ait manyetik alan altında düşük sıcaklık elektriksel karakterizasyon sonuçları

Malzeme ve katkı oranı (%)	Manyetik alan altında Kritik sıcaklık geçişi T _c (K)					Farklı sıcaklıklarda Kritik manyetik alan geçişi H _c (T)				J _c (A) A/cm ² 4.2K
	0T	1.5T	3T	5T	7T	30K	35K	Üst H _c (A)	I _c (A)	
Saf (Mg + 2B)	39.05	37.2	---	32.5	29.3	5.6	2.3	15.5T	191A	1.2×10^5
%5 SiC + %95 (Mg+2B)	39.05	37.5	36.8	33.3	32.3	6.4	3.1	23T	201A	1.3×10^5
%10 SiC + %90 (Mg+2B)	38.5	38.3	35.2	32.2	30.4	5.6	2.2	19T	178A	1.1×10^5
%5 Sterik Asit + %95 (Mg+2B)	37.7	37.2	33.6	31.3	29.1	4.9	1.8	18T	205A	1.3×10^5
%10 Sterik Asit + %90 (Mg+2B)	38.5	37.9	33.7	33.1	30.2	5.9	2.5	19T	205A	1.3×10^5

4.3. SONUÇ ve ÖNERİLER

Projede saf bor üretimi ile ilgili Soxhlet tekniği geliştirilerek, üretilen amorf bor'un saflığı %85.7 den %93.6'a çıkarılmıştır. Daha sonra kimyasal olarak saflaştırma işlemine devam edilerek saf bor üretimi Soxhlet tekniğiyle bor üretimi %93-95 saflıkta tekrarlanabilir hale getirilmiştir. Projede daha sonra Soxhlet tekniğiyle kimyasal olarak bor saflaştırma işlemi durdurularak % 94-97 saflık oranına sahip ticari bor kullanılmak suretiyle akım yoğunluğunu artırmaya yönelik çalışmalar yapılmıştır.

Akım yoğunluğunu artırmaya yönelik %0, %5, %10, %15, %20, %25 Mg katkısı exsitu tekniği ile ve [%40Mg+%60B], [%50Mg+%50B], [%60Mg+%40B] oranları ise insitu yöntemiyle 900 °C ve 1000 °C de 2 saat tavlanaarak çelik kılıflı olarak üretilmiştir. Üretilen MgB₂ teller 4K ile 60K arasında R-T, R-H ve V-I ölçümleri yapılmıştır. Böylece hedeflenen süperiletken bobinlerde kullanılmak üzere Mg katkısı, tavlama sıcaklığı gibi önemli parametrelerin kritik geçiş sıcaklık T_c, kritik manyetik alan, ve kritik akım yoğunluğu gibi performans parametrelerine olan etkileri detaylı bir şekilde incelenmiştir. Buna göre MgB₂ tellerin kopmadan veya erimeden 20K de taşıyabilecekleri akım 50A ile 94A arasında değişmektedir. En yüksek akımı, (94A) 900C tavllanmış %20 Mg katkılı MgB₂ teller taşırken en düşük akımı (50A) ise 900C de tavllanmış katkısız (saf) MgB₂ teller taşımaktadır. [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900C de tavllanmış MgB₂ teller ise 72A taşımaktadır. 2.9x10⁴ A/cm² lik akım yoğunluğuna ulaşmaktadır. 94A ile en yüksek akım yoğunluğu olarak 3.8x10⁴ A/cm² 900 °C tavllanmış %20 Mg katkılı MgB₂ teller taşıyabilmektedir.

Bu çalışmada yine akım yoğunluğunu artırmaya yönelik karbon katkılama amaçlı olarak %5 ve %10 SiC ve %5 ve %10 sterik asit (C₁₈H₃₆O₂) kullanılarak in-situ olarak (Mg+2B karışımının tel içerisinde reaksiyonuyla) hadde ile soğuk çekme yöntemiyle 1 mm çapında çelik kılıflı MgB₂ teller ve 2 cm çapında heliks şeklinde bobinler üretilmiştir. XRD ve SEM ile yapısal karakterizasyonu yapılarak bu tel ve bobinler, 4K-50K sıcaklık aralığında 0 T ile +7 T manyetik alan altında yapıla elektriksel karakterizasyon sonuçlarına göre %5 SiC ve %10 sterik asit katkılama optimum kritik sıcaklık ve kritik manyetik alan geçişleri elde edilmiştir. Kritik akım yoğunluğu (J_c) ölçülürken 1 μV kriteri dikkate alınarak daha hassas kritik akım değerleri elde edilmeye çalışılmış projede hedeflenen kritik akım yoğunluğuna yaklaşılmıştır.

Kritik akım yoğunluğu ölçümlerinde saf MgB_2 tellerde 191A akım geçerken $120.000 A/cm^2$ kritik akım yoğunluğu hesaplanmış ve %5 SiC katkılı MgB_2 tellerde ise 201A akım geçerken $130.000 A/cm^2$ üzerinde kritik akım yoğunluğuna ulaşılmıştır. %5 ve %10 SiC sterik asit katkılı tellerin her ikisinden de 205A akım geçerken, aynı tellerin filament kısımlarındaki akım yoğunlukları yaklaşık $1.3 \times 10^5 A/cm^2$ olarak hesaplanmıştır. Alfa Aesardan ticari olarak alınmış hazır MgB_2 ye %5 Mg katkılanarak hazırlanmış ve aynı şartlarda tavllanmış tellerden ise 148A akım geçerken, filament akım yoğunluğu $9.3 \times 10^4 A/cm^2$ olarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre saf insitu olarak üretilen tellerin %5 Mg katkılı exsitu tellere göre daha fazla akım taşıyabildiğini göstermektedir. Deneme amaçlı olarak aynı şartlarda içi demir dışı bakır kılıflı 8 filamentli MgB_2 teller üretilmiştir. Üretilen 8 filamentli katkısız saf MgB_2 tellerden ise 335A geçebilirken; buna karşılık gelen akım yoğunluğu $2.1 \times 10^5 A/cm^2$ olarak hesaplanmıştır. Böylece filament sayısı arttıkça MgB_2 çekirdek kısmı daha iyi sıkışarak parçacıklar arasındaki bağlantı iyileşmekte ve akım yoğunluğunu önemli ölçüde artırdığı ortaya çıkmaktadır.

Sonuç olarak insitü TIT tekniğiyle 205A ve 335A kritik akım taşıyabilen, $2.1 \times 10^5 A/cm^2$ akım yoğunluğu ile 23T üst kritik manyetik alana sahip, Mg, SiC ve organik sterik asit katkılı, tek filamentli, ve 8 filamentli, çelik ve demir kılıflı MgB_2 süperiletken teller ve bobinler üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Ayrıca bu projede teknolojik amaçlı MRI bobin üretiminde kullanılabilme ihtimaliyle **150m ve 200m uzunluğunda 4 filamentli Cu kılıflı (Mg +2B) bobinler** üretilmiştir.

Sonraki çalışmalarda 500m ve 1km'ye ulaşabilmek için çalışmalar devam edilebilir. Ayrıca elde edilen bu teller ve bobinler tavlansak kritik akım yoğunlukları ölçülerek karakterize edilmesi gerekir. En önemlisi süperiletkenlik kalitesini (kritik akım yoğunluğu ve üst kritik manyetik alanı) artırmaya çalışmalar yapılması hedeflenmelidir. Bu amaçla naftalin gibi oksijen içermeyen aromatik yapılar katkılanabilir.

YARARLANILAN KAYNAKLAR LİSTESİ

- BANKS A., What's the use?, J. Chem. Educ., 67, 14-1, (1990)
- BAUDİS, U., Fichte, R., Boron and boron alloys, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol. A4, Wiley Interscience, New York, (1985). Pp:28.
- BAYKAL E. D., 'Hidrotermal ve Mikrodalga Enerjiyle, Lityum İçeren Boratlı Fosfatlı Bileşiklerin Sentezlenmesi, Kristal Yapı ve Termokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi (Yüksek Lisans Tezi,) Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (2003).
- BHATIA, M., Sumption, M.D., Tomsic, M., Collings, E.W., Influence of heat treatment schedules on the transport current densities of long and short segments of superconducting MgB₂ wire, *Physica C*, 407, 153-159, (2004).
- BUDKO, S.L., Lapertot, G., Petrovic, C., Cunningham, C. E., Anderson, N., Canfield., P. C., Boron Isotope Effect in Superconducting MgB₂, *Phys. Rev. Lett.* 86, 1877-80 (2001).
- CANFIELD, P.C., Finnemore, D.K., Budko, S.L., Superconductivity in Dense MgB₂ wires, *Phys. Rev. Lett.*, 86, 2423-30, (2001).
- CİMBERLE, M.R., Novak, M., Manfrinetti, P. and Palenzona, A., Magnetic characterization of sintered MgB₂ samples: effect of substitution or 'doping' with Li, Al and Si', *Superconductor Science and Technology*, 15(1), 43-47, (2002).
- COLLINGS, E.W., Lee, E., Sumption, M.D., Tomsic, M., Dou, S.X., Continuous- and batch processed MgB₂/Fe strands—transport and magnetic properties', *Physica C*, 386, 555-559, (2003).
- CUEILLERON, J. *Ann. Chim.* 19, 459-62 (1944).
- ÇEÇEN, D., Bor Cevherleri ve Bor'un Çağımız ve Gelecekteki Önemi, *Madencilik* Cilt VIII. Sayı:1, M.M.O. Yayını, (1969),Pp:10-18.
- DOU, S. X. Soltanian, S. Horvat J., Wang X. L., Zhou S. H., M. Ionescu, H. K. Liu, P. Munroe, and M. Tomsic, "Enhancement of the critical current density and flux pinning of MgB₂ superconductor by nanoparticle SiC doping", *Appl. Phys. Lett.* 81, 3419-24 (2002).
- DUNAND, C.D., Synthesis of Superconducting Mg/MgB₂ Composites, *Applied Physics Letters*, 79, 4186-93, (2001).
- EĞİLMEZ, M., Gunel, A., Okur, S., Tanoglu, M. and Ozyuzer, L., 'Electrical and Microstructural Properties of Superconducting MgB₂/Mg Composites', *Key Engineering Materials*, 264-268, 1197-1200, (2004).
- EĞİLMEZ M., Electrical, Microstructural and Mechanical Properties of MgB₂/Mg Metal Matrix Composites, (Yüksek lisans tezi) İzmir Yüksek Teknoloji Fen Bilimleri Enstitüsü (2004)
- EVCİN A., Bor Teknolojisi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü (2007).
- FANG, H., Putman, P.T., Padmanaghan A, Transport critical current on Fe-sheathed MgB₂ coils, *Supercond. Sci. Technol.*, 17, 717-720, (2004).

FENG, Y., Zhao, Y., Sun, Y.P., Liu, F.C., Fu, B.Q., Zhou, L., Cheng, C.H., Koshizuka, N., Murakami, M., Improvement of critical current density in MgB₂ superconductors by Zr doping at ambient pressure', *Appl. Phys. Lett.*, 79, 3983-5, (2001).

FENG, Y., Yan, G., Zhao, Y., Liu, C.F., Fu, B.Q., Zhou, L., Cao, L.Z., Ruan, K.Q., Li, X.G., Shi, L. and Zhang, Y.H., Superconducting properties of MgB₂ wires and tapes with different metal sheaths, *Physica C*, 386, 598-602, (2003).

FU, B. Q., Feng, Y., Zhao, Y., Pradhan, A. K., Cheng, C. H., Ji, P., Liu, X. H., Liu, C. F., Yan, G., Zhou, L., and Yau, K. F., Microstructures and superconducting properties in Ti-doped MgB₂/Ta/Cu tape, *Physica C*, 392, 1035-9, (2003).

HASCICEK, Y.S., Aslanoglu, Z., Arda, L., Characterization of MgB₂ conductors for coil development, *Adv. Cryo. Eng.*, 50, 541-5, (2004).

HORVAT, J., Wang, X.L., Soltanian, S., Dou, S.X., Improvement of critical current in MgB₂/Fe superconducting wires by a ferromagnetic sheath, *Appl. Phys. Lett.*, 80, 829-33, (2002).

GRANT P. M., Electrical Power Application, *The American Physical Society*, **APS** March Meeting, Seattle, WA, (2001), pp: 218-9.

GENCER, A., Okur, S., Kılıç, A., Güçlü, N., Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB₂/Cu Wires, *IEEE Transaction*, 1051, 8223-7, (2005).

GOLDACKER, W., Schlacter, S.I., Zimmer, S. and Reiner, H., High transport currents in mechanically reinforced MgB₂ wires, *Superconductor Science and Technology*, 14(9), 787-793, (2001).

GRASSO, G., Malagoli, A., Ferdeghini, C., Roncallo, S., Braccini, V., Cimberle, M.R., Siri, A.S., Large transport critical currents in unsintered MgB₂ superconducting tapes, *Applied Physics Letters*, 79, 230-5, (2001).

GLOWACKI, B.A., Majoros, M., Vickers, M., Evetts, J.E., Shi, Y., Mcdougall, I., Superconductivity of powder-in-tube MgB₂ wires', *Supercond. Sci. Technol.*, 14, 193-7, (2001)

HISHINUMA, Y., Kikuchi, A. and Takeuchi, T., Superconducting properties and microstructure of MgB₂ wires synthesized with a low-temperature diffusion process' *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 1178–1183, (2007).

JIANG, J., Senkowicz, B.J., Larbalestier, D.C. and Hellstrom, E.E., Influence of boron powder purification on the connectivity of bulk MgB₂, *Superconductor Science and Technology*, Vol. 19, L33-L36, (2006).

JONES, M., and Marsh, R., The preparation and structure of magnesium boride, MgB₂' *Journal of American Chemical Society*, 76, 1434-9, (1954).

KOVÁČ, P., Hušek, I., Melišek, T., Martínez, E. and Dhalle, M., Properties of doped ex and *in situ* MgB₂ multi-filament superconductors, *Superconductor Science and Technology*, 19, 1076–1082, (2006).

KILIÇ, A., Okur, S., Güçlü, N., Kölemen, U., Uzun, O., Ozyuzer, L., Gencer, A., Structural and low-field magnetic characterization of superconducting MgB₂ wires, *Physica C*, 415, 51-56, (2004).

KILIÇ, A.M., Importance of Boron Mine for Turkey and Place in Future, Proceedings of the 2nd International Boron Symposium, Eskişehir, (2004) p:34-35.

KİM, J.H., Zhou, S., Hossain, M.S.A., Pan, A V., and Dou, S.X., Carbohydrate doping to enhance electromagnetic properties of MgB₂ superconductors, *Appl. Phys. Lett.*, 89, 142505-8, (2006).

KOVÁČ, P., Hušek, I., Melišek, T., Grovenor, C.R.M., Haigh, S. and Jones, H H. Improvement of the current carrying capability of ex situ MgB₂ wires by normal particle additions, In *Superconductor Science and Technology*. Vol. 17, 1225-1230, (2004).

MA, Y., Kumakura, H., Matsumoto, A. and Togano, K., Microstructure and high critical current density of in situ processed MgB tapes made by WSi and ZrSi doping, *Appl. Phys. Lett.*, 83, 1181-5, (2003).

MACHÍ, T., Shimura, S., Koshizuka, N., Murakami, M., Fabrication of MgB₂ superconducting wire by in situ PIT method, *Physica C*, 392–396, 1039–1042, (2003).

MATSUMOTO, A., Kumakura, H., Kitaguchi, H. and Hatakeyama, H., Effect of impurity additions on the microstructure and superconducting properties of in situ-processed MgB₂ tapes, *Supercond. Sci. Technol.*, 17, S319-21, (2004).

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

OKUR, S., Kalkanci, M., Yavas, M., Egilmez, M., Ozyuzer, L., Microstructural and electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB₂ superconducting wires, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7, 411-415, (2005).

PACHLA, W., Morawski, A., Kováč, P., Hušek, I., Mazur, A., Lada, T., Diduszko, R., Melišek, T., Strbík, V. and Kulczyk, V., Properties of hydrostatically extruded in situ MgB₂ wires doped with SiC, *Supercond. Sci. Technol.*, 19, 1-5, (2006).

RIBEIRO, R.A., Budko, S.L., Petrovic, C., Canfield, P.C., Carbon doping of superconducting magnesium diboride, *Physica C*, 384, 227–236, (2003).

SALAMA, K., Fang, H., Method of manufacturing Fe-Sheathed MgB₂ wires and solenoids, *United States Documents*, US 7, 213, 325 B2, (2007).

SERQUIS, A., Civale, L., Coulter, J.Y., Large field generation with a hot isostatically pressed powder-in-tube MgB₂ coil at 25 K, *Supercond. Sci. Technol.*, 17, L35-L37, (2004).

SUMPTION, M.D., Bhatia, M., Rindfleisch, M., Phillips, J., Tomsic, M., and Collings, E.W., MgB₂/Cu Racetrack Coil: Winding and Transport Testing, 2004 Applied Superconductivity Conference, ETATS-UNIS vol. 15 (2), no 2, Jacksonville, FL , (2004) Pp: 1457-1460

ŞENER S., Özbayoğlu G., *Society of Mining, Metallurgy, and Exploration*, Reprint 99-13, Denver, CO, (1999)Pp: 3

SHARONI, A., MILLO O., LEITUS G., REICH S., Journal of physics. Condensed matter ,13, 22, L503-L508, (2001).

SHIMURA, S., Machi, T., Murakami, M., Koshizuka, N., Mochizuki, K., Ishikawa, I., Shibata, N., Copper sheath MgB₂ wires fabricated by an in situ PIT method, *Physica C*, 412-414, 1179-1183, (2004).

SERQUIS, A., Civale, L., Hammon, D. L., Serrano, G., and Nesterenko, V. F., Optimization of Critical Currents in MgB₂ Wires and Coils, *Ieee Transactions On Applied Superconductivity*, 15, 2,-7 (2005).

SIHAI, Z., Pan, A. V., Wexler, D. and Dou, S. X., Sugar Coating of Boron Powder for Efficient Carbon Doping of MgB₂ with Enhanced Current-Carrying Performance, *Adv. Matter.*, 19, 1373-8, (2007).

SIVRIKAYA H. & Saraçbaşı A., Evaluation Boron Mine in Wood Protection Industry, Proceedings of the 2nd International Boron Symposium, Eskişehir, (2004),Pp:366-70.

SOLTANIAN, S., Wang, X. L., Horvat, J., Li, A. H., Liu, H. K. and Dou, S. X., "Improvement of critical current density in the Cu/MgB₂ and Ag/MgB₂ superconducting wires using the fast formation method", *Physica C*, 382, 187-193, (2002).

SOLTANIAN, S., Horvat, J., Wang, X. L., Tomsic, M. and Dou, S.X., Transport critical current of solenoidal MgB₂/Cu coils fabricated using a wind-reaction *in situ* technique, *Supercond. Sci. Technol.*, 16, L4-L6 (2003).

SOLTANIAN, S., Development of Superconducting Magnesium Diboride Conductors, (PhD Thesis), *University of Wollongong*, (2004.).

SUO, H.L., Beneduce, C., Dhall, M., Musolino, N., Genoud, J.Y., Flükiger, R., Hot isostatic pressing of powder in tube MgB₂ wires, *Appl. Phys. Lett.*, 79, 3116, (2001).

SUMPTION, M.D., Bhatia, M., Rindfleisch, M., Tomsic, M., Soltanian, S., Dou, S. X., and Collings, E. W., Transport and magnetic Jc of MgB₂ strands and small helical coils, *Appl. Phys. Lett.*, 86, 92507-9, (2005).

SÜMER, G., Boron Compounds" Proceedings of the 2nd International Boron Symposium, Eskişehir, (2004) Pp:157-163.

TANAKA, K., Okada, M., Kumakura, H., Kitaguchi, H., Togano, K., Fabrication and transport properties of MgB₂ wire and coil, *Physica C*, 382, 203-206, (2002).

TAKANO, K., Takeya, H., Fujii, H., Kumakura, H., Hatano, T., Togano, K., Superconducting properties of MgB₂ bulk materials prepared by high-pressure sintering, *Appl. Phys. Lett.*, 78, 2914-7, (2001).

ULLMANN's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Sixth Edition, Boron Compounds. WILEY-VCH, (2002) Pp:21

- XIANG, J.Y., Zheng, D.N., Li, J.Q., Li, S.L., Wen, H.H., Zhao, Z.X., Effects of Al doping on the superconducting and structural properties of MgB₂, *Physica C*, 386, 611-6, (2003).
- XU, H.L., Feng, Y., Xu, Z., Li, C.S., Yan, G., Mossang, E., Sulpice, A., Effect of sintering temperature on properties of MgB₂ wire sheathed by low carbon steel tube, *Physica C*, 419, 94-100, (2005).
- VINOD, K., Varghese, N., Abhilash Kumara, R.G., Syamaprasad, U., Roy, S.B., Influence of Mg particle size on the reactivity and superconducting properties of *in situ* MgB₂, *Journal of Alloys and Compounds*, 370: 1-2, (2007).
- WANG, X.L., Soltanian, S., Horvat, J., H.Li, A., Qin, M.J., Liu, H.K., Dou, S.X., "Very fast formation of superconducting MgB₂/Fe wires with high J_c ", *Physica C*, 361, 149-155, (2001).
- WANG, J., Bugoslavsky, Y., Berenov, A., Cowey, L., Caplin, A.D., Cohen L.F., Driscoll, J.L.M., Cooley, L.D., Song, X., Larbalestier D.C., High critical current density and improved irreversibility field in bulk MgB₂ made by a scaleable, nanoparticle addition route, *Applied Physics Letters*, 81 (11), 2026-33, (2002).
- WANG, X.L., Zhou, S.H., Qin, M.J., Munroe, P.R., Soltanian, S., Liu, H.K., Dou, S.X., Significant enhancement of flux pinning in MgB₂ superconductor through nano-Si addition *Physica C*, 385, 461-6, (2003).
- YAMAMOTO, Y., Osamura, A., Balamurugan, K., Nakamura, S., Hoshino, T., and Muta, I., Mechanical and superconducting properties of PIT-processed MgB₂ wire after heat treatment' *Super Cond. Sci. Technol.*, 16, 1052-7, (2003).
- YAVAŞ, M., Okur, S., Eğılmez, M., Kalkanci, M., Özyüzer, L., Fabrication of superconducting MgB₂ from boric acid (H₃BO₃) and its microstructural and electrical characterization, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7, 407-411, (2005).
- YE, L., Majoros, M., Campbell, A.M., Coombs, T., Astill, D., Harrison, S., Husband, M., Rindfleisch, M. and Tomsic, M., Experimental studies of the quench behaviour of MgB₂ superconducting wires for fault current limiter applications, *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 621-628, (2007).
- ZHAO, Y., Feng, Y., Cheng, C.H., Zhou, L., Wu, Y., Machi, T., Fudamoto, Y., Koshizuka, N., Murakami, M., High critical current density of MgB₂ bulk superconductor doped with Ti and sintered at ambient pressure, *Appl. Phys. Lett.*, 79, 1154-7, (2001).
- ZHAOSHUN, G., Ma, Y., Zhang, X., Wang, D., Yu, Z., Watanabe, K., Yang, H., Wen, H., Strongly enhanced critical current density in MgB₂/Fe tapes by stearic acid and stearate doping, *Supercond. Sci. Technol.*, 20, 485-9, (2007).

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Kodu: TUBİTAK MAG 105M368
Proje Başlığı: Üstüniletken Magnezyum Borür (MgB_2) Tellerinin Yüksek Akım ve Yüksek Manyetik Alan Uygulamaları için Geliştirilmesi
Proje Yürütücüsü ve Yardımcı Araştırmacılar: Proje Yürütücüsü: Doç Dr Salih Okur Doç Dr Lütfi Özyüzer, Doç. Dr Metin Tanoğlu, Doç. Mehtap Emirdağ, Yard. Doç Dr. Enver Tarhan, Serkan Büyükköse
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü, Gülbahçe Kampüsü, Urla, TR-35437 İzmir
Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi: TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU Tunus Cad. No: 80, 06100 Kavaklıdere/ANKARA
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 1 mart 2006 - 1 mart 2008
Öz (en çok 70 kelime) Bu çalışmada, Mg ile katıhal reaksiyonuyla B_2O_3 'ten %93' lük bir saflıkta "elemental amorf Bor" ve üstüniletken toz MgB_2 üretilmiş ve 38 K'de geçiş yaptığı gözlenmiştir. Daha sonra tüp içinde toz yöntemi kullanılarak Mg, SiC ve sterik asit katkısı yapılarak kompozit Çelik ve Fe kılıflı üstüniletken teller üretilmiş ve tavlama sıcaklığının kritik geçiş sıcaklığına olan etkileri yapısal, elektriksel ve manyetik alan özellikleri XRD, SEM, EDX ve sıcaklığa bağlı özdirenç ölçümleri ile araştırılmıştır.
Anahtar Kelimeler: Üstüniletken MgB_2 , Tüp içinde toz yöntemi, Üstüniletken teller, Üstüniletken kritik geçiş sıcaklığı, Üstüniletken kritik akım yoğunluğu

**Üstüniletken Magnezyum Borür (MgB₂) Tellerinin Yüksek Akım
ve Yüksek Manyetik Alan Uygulamaları için Geliştirilmesi**

Proje No: MAG 105M368

DOÇ.DR. SALİH OKUR
Doç Dr Lütfi Özyüzer
Doç. Dr Metin Tanođlu
Doç. Mehtap Emirdađ
Yard. Doç Dr. Enver Tarhan
Serkan Büyükköse

MAYIS 2008
İZMİR

Önsöz

Bu çalışmada ülkemiz kaynaklarından elde edilen boroksit kullanılarak Mg indirgeme yöntemiyle amorf bor elde edilerek, oluşan MgO ten kurtulmak için ilk defa Soxhlett yöntemi kullanılmış ve %93-95 oranında tekrarlanabilir hale getirilmiştir. Elde edilen saf bor tekrar Mg ile tepkimeye sokularak toz formunda üstüniletken magnezyum borür (MgB_2) üretilmiştir. Üretilen MgB_2 tozlar hem insitu hem exsitu olarak tüp içinde toz yöntemi (TİT) kullanılarak demir ve çelik kılıflı üstüniletken teller haline getirilmiştir. Daha sonra helix şeklinde kıvrılarak bobin geliştirilmeye çalışılmıştır. Ayrıca üstüniletkenlik karakteristiğini artıran Mg, SiC ve sterik asit olmak üzere 3 farklı katkı malzemesi kullanılmış ve 700-1000 °C arasında farklı sıcaklıklarda tavlansmıştır. Üretilen üstüniletken tellerin ve bobinlerin yapısal, elektriksel ve manyetik alan özellikleri incelenerek, kritik akım yoğunluğuna ve kritik manyetik alana olan katkıları incelenmiştir. Böylece bu çalışma magnezyum borür'ün tel olarak teknolojiye kazandırılmasında ve ülkemizin bor yataklarının en iyi şekilde değerlendirilmesinde önemli bir katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Bu proje Tübitak tarafından MAG 105M368 nolu olarak “**Üstüniletken Magnezyum Borür (MgB_2) Tellerinin Yüksek Akım ve Yüksek Manyetik Alan Uygulamaları için Geliştirilmesi**” proje adı altında 24 ay süreyle desteklenmiştir.

Özet

2001 de MgB_2 nin 39K' de geçiş sıcaklığının ilk açıklanmasından sonra, yoğun araştırmalar sonunda çok kısa bir sürede kilometreler uzunluğunda MgB_2 süperiletken teller üretilerek, uygulamaya çok yatkın magnet ve bobinler üretilbileceği gösterilerek ticarileştirilmeye başlamıştır. Bu projede bor oksitten başlayarak, katıhal reaksiyonu ve Soxhlett yöntemi ile toz formunda %93-95 saflıkta bor üretimi tekrarlanabilir hale getirilerek Mg ile tekrar tepkimeye sokulmak suretiyle, üstüniletken magnezyum borür teller elde edilmiştir. Üretilen tellerin üstüniletkenlik özelliklerini artırmaya yönelik Mg, SiC ve sterik asit olmak üzere üç farklı malzeme kullanılmıştır. Bunun için ağırlıkça %5, %10, ve %15 Mg, (-325 mesh) SiC (-600 mesh) ve sterik asit ($C_{18}H_{36}O_2$) eklenmiştir. Daha sonra bu karışım, tüp içinde toz yöntemi (TIT) kullanılarak 6 mm çapında bakır ve demir borulara doldurulduktan sonra, hadde ile çekilmek suretiyle veya yivli merdane ile 1 mm ye kadar çapı düşürülerek uzatılmıştır. Hem ex-situ (hazır MgB_2) katkılama hem de in-situ ($Mg+2B$ karışımının tel içerisinde reaksiyonuyla) soğuk çekme yöntemi kullanılarak üretilmiş çelik ve demir kılıflı MgB_2 teller, 2 cm çapında heliks şeklinde sarılarak küçük bir üstüniletken MgB_2 selonit haline getirilmiştir. Daha sonra 700°C ile 1000°C arasında tavlama sıcaklığının MgB_2 oluşumuna olan etkisi XRD ve SEM ile yapısal olarak araştırılmıştır. Ayrıca 0K ile 50K arasında sıcaklığa (R-T) ve OT ile 7T arasında manyetik alana bağlı (R-H) direnç ölçümleri ile birlikte yüksek akım altında performansını test etmek için 250 A'e kadar kritik akım (I-V) ölçümleri yapılmıştır. Kritik akım yoğunluğu (J_c) ölçülürken $1\mu V/cm$ kriterine uygun olarak 0.3×0.3 mm²lik bir MgB_2 üstüniletken filament alanından 205 A akım geçirilerek 1.3×10^5 A/cm²'lik kritik akım yoğunluğuna ulaşılmıştır. Ayrıca 150 m ve 200 m uzunluğunda 2 tane 4 filamentli in-situ MgB_2 teller üretilmiştir. Bunun yanı sıra 8 filamentli 5m uzunluğunda Cu/Fe/ MgB_2 üretilerek I-V ölçümlerinde 335 A akım taşıyabildiği görülmüştür.

Abstract

Kilometer long MgB₂ superconducting wires were fabricated just after announcing that the MgB₂ compound has a transition temperature at 39K at 2001. It was quickly commercialized after proving that MgB₂ is one of the most suitable material for magnet and coils applications. In this project, starting with boron oxide, 93-95 pure boron was successively fabricated in mesh form with solid state reaction and Soxhlett extraction technique. The MgB₂ wires were fabricated with Mg reduction technique and than 3 different doping material e.g. Mg, SiC and steric acid were used to improve the superconducting properties of the produced wires. For this purpose, 5-25 at wt. Mg, 5-10 at wt. (-325 mesh) SiC and 5-10 at wt. (-600 mesh) steric acid (C₁₈H₃₆O₂) were doped. Mixture of reacted MgB₂ powders and unreacted (Mg+2B) and Mg (as doping material between 0-25%) are packed inside SS tubes with a diameter of 6 mm. Then the tubes were cold drawn to smaller diameters (1 mm) to produce long superconducting wires using powder-in-tube (PIT) method. Before annealing between 700 °C-1000C, the wires than wound to helix like structure with 2 cm diameters to make coils. The effect of annealing and excess Mg, SiC and steric acid on critical temperature (T_c) and critical magnetic field (H_c) was investigated to improve structural, electronic and magnetic properties of superconducting MgB₂ wires by using XRD, SEM, EDX, resistance versus temperature (R-T) and resistance versus magnetic field (R-H) up to 7 Tesla between 4K and 50K. Critical current density (J_c) measurements have been done using 1μV/cm criteria to test the wires under hight current up to 250A with superconducting MgB₂ core of 0.3x0.3 mm². 205 A current has flown through 10 steric acid doped wires with the current density of 1.3x10⁵ A/cm². Furthermore, 2 four filament Cu/Fe/MgB₂ wires with 150 m and 200 m long have been fabricated. And also a Cu/Fe/MgB₂ wire with 8 filament has been produced. It was proven that 8 filament MgB₂ wires can handel 335 A during I-V measurement.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	I
ÖZET	II
ABSTRACT.....	III
İÇİNDEKİLER.....	VI
ŞEKİL LİSTELERİ.....	VII
TABLO LİSTELERİ.....	X
1 GİRİŞ.....	1
1.1 KONUYLA İLGİLİ ÖNCEDEDEN YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR	2
2 GENEL BİLGİLER.....	7
2.0 BOR MADENCİLİĞİNİN TARİHÇESİ	7
2.1 BOR ELEMENTİ.....	9
2.1.1 Bor'un Yapısı	9
2.1.2 Fiziksel özellikler	10
2.1.3 Kimyasal Özellikler.....	11
2.2 BOR ÜRÜNLERİ.....	13
2.2.1. Ham Bor Ürünleri.....	13
2.2.2. Rafine Bor Ürünleri.....	13
2.2.3. Özel Bor Kimyasalları.....	14
2.3 BOR ÜRÜNLERİNİN ENDÜSTRİDE KULLANILDIĞI YERLER.....	15
2.4 SÜPERİLETKENLİK	17
2.5 ÜSTÜNİLETKEN MgB_2 'ÜN ÖZELLİKLERİ	22
2.5.1 MgB_2 ' ün Kristal Yapısı.....	22
2.6 MgB_2 ÖRNEKLERİN HAZIRLANIŞI.....	23
2.6.1 MgB_2 ' ün Sentezlenişi.....	23

2.6.2 SÜPERİLETKEN MgB_2 TELLERİN HAZIRLANMASI.....	24
2.6.2.1. Tüp İçinde Toz Metodu	24
2.6.2.2. Tüp Oluşturma-Doldurma Metodu.....	25
2.6.3 KILIF MATERYALİNİN ETKİSİ.....	26
2.6.4 BAŞLANGIÇ MALZEMESİNİN ETKİSİ.....	26
2.6.4.1. In-situ Reaksiyon Tekniği	26
2.6.4.2. Ex-situ Reaksiyon Tekniği	26
2.6.5 Tavlama Sıcaklığının Etkisi.....	27
2.6.6. KİMYASAL KATKILAMANIN ETKİSİ	28
2.6.7. KRİTİK ALAN.....	29
3 GEREÇ VE YÖNTEM.....	32
3.1 AMORF BOR'UN BOROKSİT'TEN ELDESİ VE SOXHLET YÖNTEMİYLE SAFLAŞTIRILMASI.....	32
3.2 TÜP İÇİNDE TOZ (TİT) YÖNTEMİYLE MgB_2 TELLERİN ÜRETİMİ.....	34
3.3 MgB_2 TELLERİN KARAKTERİZASYONU.....	37
4 BULGULAR VE TARTIŞMA/SONUÇ.....	40
4.1 Amorf Bor'un Boroksitten eldesi ve Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması ve Yapısal Karakterizasyonu.	41
4.2 Çelik Kılıflı süperiletken Mg katkılı süperiletken MgB_2 tellerin üretimi ve Karakterizasyonu.....	43
4.2.1 Exsitu yöntemi - $Mg_x+MgB_{2(1-x)}$	43
4.2.2 Insitu yöntemi - $Mg_x+2B_{(1-x)}$	44
4.2.3 SiC ve Sterik asit katkılı - XRD sonuçları [in-situ $SiC_x+(Mg+2B)_{(1-x)}$ ve St.Asit $_x+(Mg+2B)_{(1-x)}$].....	44
4.2.4 SiC ve sterik asit katkılı tellerin MgB_2 filament kısmına ait SEM ve EDX sonuçları.....	47

4.2.5. Çelik Kılıflı süperiletken MgB ₂ tellerin Elektro-Manyetik Karakterizasyonu.....	48
4.2.5.1 Exsitu yöntemi - Mg _x +MgB _{2(1-x)} :	48
4.2.4.2. Insitu yöntemi - Mg _x +2B _(1-x)	55
4.2.6. Fe Kılıflı süperiletken MgB ₂ tellerin Elektro-Manyetik Karakterizasyonu.....	61
4.2.6.1 SiC KATKILAMA.....	61
4.2.6.2 STERİK ASİT C ₁₈ H ₃₆ O ₂ KATKILAMA.....	63
4.2.7 TRANSPORT KRİTİK AKIM ÖLÇÜM SONUÇLARI.....	65
4.3. SONUÇ ve ÖNERİLER	
YARARLANILAN KAYNAKLAR LİSTESİ.....	70
TÜBİTAK PROJE ÖZET BİLGİ FORMU.....	76

ŞEKİL LİSTELERİ

Şekil 2.1: (a) α -Rhombohedral Bor, (b) β -Rhombohedral Bor, (c) α -Tetragonal Bor.....	10
Şekil 2.2. Süperiletkenlik kritik geçiş sıcaklığında direncin sıfıra yaklaşması.....	17
Şekil 2.3 Meissner etkisi.....	18
Şekil 2.4 H_c kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi.....	18
Şekil 2.5: Tip I ve Tip II süperiletkenlerde manyetik perdeleme.....	20
Şekil 2.6 : MgB_2 ün kristal Yapısı.....	22
Şekil 2.7 : Alfa Aeaser dan alınan MgB_2 tozuna ait XRD spektrumu.....	23
Şekil 2.8 : Tüp içinde toz metodu ile tel üretimi.....	25
Şekil 2.9: Tüp oluşturma-doldurma metodu ile tel üretimi	25
Şekil 2.10:Tavlama sıcaklığının MgB_2 nin üstüniletken öz dirence etkisi.....	27
Şekil 2.11. 3 GPa altında ısıtılmış MgB_2 SEM fotoğrafları: Isıtma sıcaklıkları: a) 20 °C, b) 500 °C, and c) 950 °C.	28
Şekil 2.12 : Literatürde kullanılan katkı malzemelerinin Tc kritik geçiş sıcaklığına etkisi.....	29
Şekil 3.1: Soxhlet Ekstraksiyon Düzeneği.....	32
Şekil 3.2.1: Tüp içinde toz (TİT) metoduyla tel üretimi: a) karışımı doldurma, b) delikli hadde ile tel çekme, c) yivli merdane ile tel çekme ve 100m kangal teller.....	35
Şekil 3.2.2 : In-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 (Mg+2B) bobinlerin tavlandıktan önce, görüntüleri.....	36
Şekil 3.2.3: MgB_2 tellerin tavllanması.....	36
Şekil 3.2.4 : In-situ olarak üretilmiş %5 SiC + %95 (Mg+2B) bobinlerin görüntüleri: a) ve b) tavlandıktan sonra ve kritik akım ölçümlerinden önceki c) tavlandıktan sonra ve 150A geçirildikten sonra saf MgB_2 teller kopmuş halde, ve d) 150A geçtikten sonra SiC katkı bobinler özelliğini korumaktadır.	37
Şekil 3.2.5: 0K ile 50K arasında sıcaklığa (R-T) ve OT ile 7T arasında manyetik alana bağlı (R-H) direnç ölçümleri kurulan için Cryogenics firmasına ait 7T verebilen süperiletken magnet sistemi ve Yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri yapabilmek için 600A lik akımı kontrol edebilecek bilgisayar kontrollü bir yüksek akım kontrol panosu geliştirilmiştir.....	38
Şekil 3.2.6 Yüksek kritik akım (I-V) ölçümleri sırasında.....	38
Şekil 3.2.7 : In-situ olarak üretilmiş 4 filamentli 150m uzunluğunda Cu kılıflı MgB_2 bobinlerin görüntüleri.....	39
Şekil 3.2.8: In-situ olarak üretilmiş 8 filamentli Cu/Fe kılıflı MgB_2 tellerin kesitlerinden görüntüleri.....	39
Şekil 4.1.1: Soxhlett yöntemiyle yıkama işleminin XRD sonuçları.....	41
Şekil 4.2.1Çelik kılıflı Mg katkı ex-situ (%x Mg+ MgB_2) olarak üretilmiş MgB_2 tellerin süperiletken filament kısmına ait XRD sonuçları	43
Şekil 4.2.2: Fe kılıflı insitu (Mg+2B) olarak üretilmiş süperiletken MgB_2 tellerin filament kısmına ait XRD sonuçları.....	44
Şekil 4.2.3: 800 °C de tavllanmış %5-%10 SiC katkı (Mg+2B) tellerin filament kısımlarına ait normalize olmuş XRD grafiği	45

Şekil 4.2.4. 800 °C de tavllanmış,%5-%10 Sterik asit katkılı MgB ₂ tellerin filament kısımlarına ait normalize olmuş XRD grafiği.....	46
Şekil 4.2.5. %5 SiC katkılı Fe kılıflı üstüniletken MgB ₂ tel ve filamentine ait SEM görüntüleri.....	47
Şekil 4.2.6. %5 C ₁₈ H ₃₆ O ₂ Sterik asit katkılı Fe kılıflı üstüniletken MgB ₂ tel ve filamentine ait SEM görüntüleri.....	47
Şekil 4.2.7 : Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği.....	49
Şekil 4.2.8: Çelik kılıflı %0 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği.....	49
Şekil 4.2.9: Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin , direnç-manyetik alan(R-B) grafiği.....	50
Şekil 4.2.10: Çelik kılıflı %0Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	51
Şekil 4.2.11 : Çelik kılıflı %5Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği.....	51
Şekil 4.2.12 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği.....	51
Şekil 4.2.13 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	52
Şekil 4.2.14 : Çelik kılıflı %5 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	52
Şekil 4.2.15 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği.....	53
Şekil 4.2.16 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı exsitu olarak üretilmiş 900C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık(R-T) grafiği.....	54
Şekil 4.2. 17 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş tavlannmamış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	54
Şekil 4.2.18 : Çelik kılıflı %25 Mg katkılı (saf) exsitu olarak üretilmiş 900C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	54
Şekil 4.2.19 : Çelik kılıflı [%40 Mg + %60 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği.....	55
Şekil 4.2.20 : Çelik kılıflı [%60 Mg + %40 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- sıcaklık (R-T) grafiği.....	56
Şekil 4.2.21 : Çelik kılıflı [%40 Mg + %60 Bor] insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	57
Şekil 4.2.22 : Çelik kılıflı [%60 Mg + %40] Bor insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış MgB ₂ tellerin direnç- manyetik alan (R-B) grafiği.....	57
Şekil 4.2.23: Tavalannmamış ve 900 °C de yarım saat tavllanmış Mg katkılı ve katkısız MgB ₂ süperiletken tellere ait kritik geçiş eğrilerinin karşılaştırılması.	57
Şekil 4.2.24: Tavalannmamış ve 900 °C de yarım saat tavllanmış Mg katkılı ve katkısız MgB ₂ süperiletken tellere ait 30K de kritik manyetik alan geçiş eğrilerinin karşılaştırılması.	58
Şekil 4.2.25: 900 °C de tavllanmış %5Mg katkılı teller için üst kritik manyetik alan değerini hesaplamak için kullanılan BCS teorisi fit grafiği.....	59
Şekil 4.2.26: 900 °C de tavllanmış ve tavlannmamış MgB ₂ tellerde Mg katkılamanın T _c ve B _c ye etkisi.....	59

Şekil 4.2.27: Çelik kılıflı farklı Mg katkılı exsitu ve farklı kimyasal oranlarda sentezlenmiş insitu olarak üretilmiş 900 °C de tavllanmış ve tavlınmamış MgB ₂ tellerin voltaj-kritik akım (V-I) grafiği.....	60
Şekil 4.2.28: In-situ olarak üretilmiş ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 SiC katkılı Mg+2B tellere ait a) 0T ve 7 T manyetik alan altında R-T grafiği, b) 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) grafiği.	62
Şekil 4.2.29: a) %5 SiC katkılı, b) %10 SiC katkılı teller için üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit sonuçları.	63
Şekil 4.2.30: In-situ olarak üretilmiş ağırlıkça %0 (saf), %5 ve %10 Sterik asit katkılı Mg+2B tellere ait a) 0T ve 7 T manyetik alan altında R-T grafiği, b) 30 K ve 35 K sabit sıcaklık altında direnç-manyetik alan (R-H) grafiği.	64
Şekil 4.2.31: a) %5 Sterik asit katkılı, b) %10 Sterik asit katkılı teller için üst kritik alanı hesaplayabilmek için BCS teorisine fit sonuçları.	65
Şekil 4.2.32: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 SiC katkılı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.	66
Şekil 4.2.33: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 sterik asitkatkılı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.	66
Şekil 4.2.34: In-situ olarak üretilmiş katkısız (saf), %5 ve %10 sterik asitkatkılı bobinlere ait kritik akım ölçüm sonuçları.	67

TABLO LİSTELERİ

Tablo 1.1. Literatürde MgB_2 bobin ve teller üzerinde yapılan çalışmalar.....	2
Tablo 2.1. Dünya Bor Rezervleri ve Kaynakları (milyon ton, B_2O_3 bazında).....	8
Tablo 2.2: Türkiye Bor Rezervleri ve Eti Holding A.Ş.'ye Bağlı İşletmeler.....	8
Tablo 2.3. Bor Elementinin Fiziksel Özellikleri.....	11
Tablo 2.4. Bor Elementinin Kimyasal Özellikleri.....	12
Tablo 2.5 Ham Bor Ürünleri.....	13
Tablo 2.6 : Rafine Bor Ürünleri.....	14
Tablo 2.7 Özel Bor Kimyasalları.....	14
Tablo 2.8. Magnetik alan ile değişen kritik akım yoğunlukları.....	30
Tablo 3.1: Projede kullanılan katkılama malzemeleri, oranları ve kılıflar.....	34
Tablo 4.2.1: Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması ve EDX sonuçları.....	42
Tablo 4.2.2 %5 sterik asit ve SiC katkılı tellerin MgB_2 filament kısmına ait EDX sonuçları.....	48
Tablo 4.2.3 : Çelik kılıflı farklı Mg katkılı exsitu ve farklı kimyasal oranlarda sentezlenmiş insitu olarak üretilmiş $900^\circ C$ de tavllanmış ve tavlannmamış MgB_2 tellere deneysel parametre performans sonuçları.....	60
Tablo 4.2.4: İnsitu tekniğiyle üretilmiş sterik asit ve SiC katkılı MgB_2 tellere ait manyetik alan altında düşük sıcaklık elektriksel karakterizasyon sonuçları.....	67

**Üstüniletken Magnezyum Borür (MgB₂) Tellerinin Yüksek Akım
ve Yüksek Manyetik Alan Uygulamaları için Geliştirilmesi**

Proje No: MAG 105M368

DOÇ.DR. SALİH OKUR
Doç Dr Lütfi Özyüzer
Doç. Dr Metin Tanođlu
Doç. Mehtap Emirdađ
Yard. Doç Dr. Enver Tarhan
Serkan Büyükköse

MAYIS 2008
İZMİR

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Kodu: TUBİTAK MAG 105M368
Proje Başlığı: Üstüniletken Magnezyum Borür (MgB ₂) Tellerinin Yüksek Akım ve Yüksek Manyetik Alan Uygulamaları için Geliştirilmesi
Proje Yürütücüsü ve Yardımcı Araştırmacılar: Proje Yürütücüsü: Doç Dr Salih Okur Doç Dr Lütfi Özyüzer, Doç. Dr Metin Tanoğlu, Doç. Mehtap Emirdağ, Yard. Doç Dr. Enver Tarhan, Serkan Büyükköse
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü, Gülbahçe Kampüsü, Urla, TR-35437 İzmir
Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi: TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU Tunus Cad. No: 80, 06100 Kavaklıdere/ANKARA
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 1 mart 2006 - 1 mart 2008
Bu çalışmada, Mg ile katıhal reaksiyonuyla B ₂ O ₃ 'ten %93' lük bir saflıkta "elemental amorf Bor" ve üstüniletken toz MgB ₂ üretilmiş ve 38 K'de geçiş yaptığı gözlenmiştir. Daha sonra tüp içinde toz yöntemi kullanılarak Mg, SiC ve sterik asit katkısı yapılarak kompozit Çelik ve Fe kılıflı üstüniletken teller üretilmiş ve tavlama sıcaklığının kritik geçiş sıcaklığına olan etkileri yapısal, elektriksel ve manyetik alan özellikleri XRD, SEM, EDX ve sıcaklığa bağlı öz direnç ölçümleri ile araştırılmıştır.
Anahtar Kelimeler: Üstüniletken MgB ₂ , Tüp içinde toz yöntemi, Üstüniletken teller, Üstüniletken kritik geçiş sıcaklığı, Üstüniletken kritik akım yoğunluğu
Projeden Kaynaklanan Yayınlar: <ol style="list-style-type: none"> S. Okur, M. Kalkancı, S. Pat, N. Ekem, T. Akan, Z. Balbag, G. Musa and M. Tanoglu, "MgB₂ superconducting thin films sequentially fabricated using DC magnetron sputtering and thermionic vacuum arc method S" <i>Physica C: Superconductivity</i> 466, 1-2, 205-208, 2007 S. Ulucan, L. Ozyuzer, S. Okur, "MgB₂ superconducting thin films grown by magnetron Sputtering", <i>Journal of Optoelectronics and Advanced Materials</i> 7, 449 - 452, 2007 Bildiri: Salih Okur, Serdal Okur, Metin Tanoğlu, "SiC ve Organik Katkılı MgB₂ Üstüniletken Bobinlerin Yapısal ve Elektriksel Karakterizasyonu", II. Ulusal Bor Çalıştayı Bildiriler Kitabı 289, Ankara, Nisan 17-18, 2008 Bildiri: M. Erdoğan & T. Özgen, S. Okur, S. Okur, "Amorf Bor'un Boroksit'ten Eldesi Ve Soxhlet Yöntemiyle Saflaştırılması - Production of Amorphous Boron from Boron Oxide and Purification by Soxhlet Method", 3. Uluslararası Bor Sempozyumu Bildiriler Kitabı, sayfa 349, Ankara, 02 - 04 Kasım 2006

(TMMOB Maden Mühendisleri Odası, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü ve Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü tarafından düzenlenmiştir.) 2006

5. **Bildiri:** S. Okur, M. Kalkancı, M. Tanoğlu, N. Ekem, T. Akan, S. Pat, Z. Balbağ, G. Musa, “Plazma Yöntemi ile Bor İnce Filmlerin Üretimi ve Mg Buharında Üstüniletken MgB₂ Haline Getirilen Filmlerin Karakterizasyonu / Fabrication of Boron Thin Films and Characterization of MgB₂ Superconducting Thin Films Produced in Mg Vapor “3. Uluslararası Bor Sempozyumu Bildiriler Kitabı, sayfa 187, Ankara, 02 – 04 Kasım 2006