



**TÜRKİYE BİLİMSEL VE  
TEKNOLOJİK ARAŞTIRMA KURUMU**

**THE SCIENTIFIC AND TECHNOLOGICAL  
RESEARCH COUNCIL OF TURKEY**

**ÜSTÜNİLETKEN MgB<sub>2</sub> TELLERİN ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

70155

**PROJE NO: TBAG-2215**

**Temel Bilimler Araştırma Grubu**  
Basic Sciences Research Grant Committee

**ÜSTÜNİLETKEN MgB<sub>2</sub> TELLERİN ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

70155

**PROJE NO: TBAG-2215**

**DOÇ.DR. SALİH OKUR**

**DOÇ. DR LÜTFİ ÖZYÜZER  
PROF. DR. DOĞAN ABUKAY  
YRD DOÇ. DR. MEHTAP EMİRDAĞ  
DOÇ DR METİN TANOĞLU  
MEHMET EĞİLMEZ**

**AĞUSTOS 2005  
İZMİR**

## PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

<b>Proje Kodu:</b> TBAG 2215
<b>Proje Başlığı:</b> Üstüniletken MgB <sub>2</sub> Tellerin Üretimi ve Karakterizasyonu
<b>Proje Yürütücüsü ve Yardımcı Araştırmacılar:</b> Proje Yürütücüsü: Doç Dr Salih Okur Doç. Dr. Lütfi Özyüzer, Prof. Dr. Doğan Abukay, Yard. Doç. Dr Mehtap Emirdağ, Doç. Dr Metin Tanoğlu, Mehmet Eğilmez
<b>Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:</b> İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü, Gülbahçe Kampüsü, Urla, TR-35437 İzmir
<b>Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:</b> TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU Tunus Cad. No: 80, 06100 Kavaklıdere/ANKARA
<b>Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:</b> 1 Ağustos 2002 - 1 Ağustos 2005
<b>Öz (en çok 70 kelime)</b> Bu çalışmada, H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> 'ten başlayarak, Mg ile katihal reaksiyonuyla B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 'ten %93' lük bir saflıkta "elemental amorf Bor" ve üstüniletken toz MgB <sub>2</sub> üretilmiş ve 32 K'de geçiş yaptığı gözlenmiştir. Daha sonra tüp içinde toz yöntemi kullanılarak Mg, Ti ve C katkısı yapılarak kompozit Cu 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.
<b>Anahtar Kelimeler:</b> Üstüniletken MgB <sub>2</sub> , Tüp içinde toz yöntemi, Üstüniletken teller, Üstüniletken kritik geçiş sıcaklığı, Üstüniletken kritik akım yoğunluğu
<b>Projeden Kaynaklanan Yayınlar:</b> <ol style="list-style-type: none"><li>1. <b>S. Okur</b>, M. Kalkancı, M. Yavas, M. Eğilmez, L. Özyüzer, "Microstructural and electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB<sub>2</sub> superconducting wires", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7, 411-415, 2005</li><li>2. A. Gencer, <b>S. Okur</b>, A. Kılıç, N. Güçlü," Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB<sub>2</sub>/Cu Wires", IEEE Transaction, 1051, 8223, 2005</li><li>3. M. Yavaş, <b>S. Okur</b>, M. Eğilmez, M. Kalkancı, L. Özyüzer, "Fabrication of superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) and Its microstructural and</li></ol>

electrical characterization”, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7, 407-411, 2005

4. M. Egilmez, A. Gunel, **S. Okur**, M. Tanoglu and L. Ozyuzer, "Electrical and Microstructural Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites" Key Engineering Materials 266, 1197-1201, 2004
5. A. Kılıç, **S. Okur**, N. Güçlü, U. Kölemen, O. Uzun, L. Ozyuzer, A. Gencer, "Structural and low-field magnetic characterization of superconducting MgB<sub>2</sub> wires " Physica C vol. 415, pp. 51-56, 2004
6. **Bildiri:** M. Yavas, **S.Okur**, M. Egilmez, M. Kalkancı, L. Ozyuzer, "Üstüniletken MgB<sub>2</sub>'ün Borik Asitten (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) Üretimi ve Yapısal ve Elektriksel Karakterizasyonu", II. International Bor Sempozyum Proceeding, page 181, II. International Bor Sempozyum, September 23, 2004, Eskişehir, Turkey
7. **Bildiri:** **S. Okur**, M. Egilmez, M. Yavas, M. Tanoglu, L. Ozyuzer, "Development of Supercconducting MgB<sub>2</sub> Wires and Tapes for Electrical Power Applications", The First International Exergy, Energy and Environment Symposium (IEEES-1), 13-17 JULY 2003, IZMIR, TURKEY

#### Seminer veya Konferanslar (Sunum veya Poster)

1. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Üstüniletken Mg/MgB<sub>2</sub> nin Elektriksel ve Yapısal Özellikleri", TFD 21. Fizik Kongresi, p318, 11-14 Ekim 2002, SDÜ, Isparta
2. A.GÜNEL, M.EĞİLMEZ, S.OKUR, L.ÖZYÜZER "Magnezyum Borür Üstüniletken Tellerin Üretimi", Balıkesir Üniversitesi, Bor Sempozyumu, p15, 20-22 Haziran 2002, Balıkesir
3. S.OKUR, M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, L.ÖZYÜZER "Üstüniletken MgB<sub>2</sub>' nin Borik Asitten Üretimi ve Karakterizasyonu", Balıkesir Üniversitesi, Bor Sempozyumu, p55, 20-22 Haziran 2002, Balıkesir
4. S. OKUR, M.EĞİLMEZ, M. YAVAŞ, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Development of Supercconducting MgB<sub>2</sub> Wires and Tapes for Electrical Power Applications ", The First International Exergy, Energy and Environment Symposium (IEEES-1), 13-17 JULY 2003, IZMIR, TURKEY
5. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, 3 July 2003, Electrical and Microstructural Properties of Supercconducting MgB<sub>2</sub>:Mg Composites, Conference and Exhibition of The European Ceramic Society ECERS 8 214(B2), Istanbul, TURKEY
6. S.Okur, M.Eğilmez, L.Özyüzer, M. Yavaş, M.Tanoğlu, "Microstructure and Resistivity of Copper-Clad Ti added MgB<sub>2</sub> Superconducting Wires", Nepal, Italya, 14-18 Eylül 2003, 6th European Conference on Applied Superconductivity (EUCAS)
7. S. Okur, M. Yavaş, L. Özyüzer, M. Eğilmez, M. Tanoğlu, Bor-Bentonit-Zeolit Toplantısı, supported by Boren Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü ve Enerji ve Tabii kaynaklar bakanlığı Hilmi Güler 21 Ocak 2004, Odtü Kültür ve Kongre Merkezi-C Salonu, Ankara, TURKEY
8. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Üstüniletken Mgb<sub>2</sub>-Mg Metal Matriks Kompozitler", 14-16 Nisan 2004, Pamukkale Üniversitesi, MALZEME 2004 - 10. Denizli Malzeme Sempozyumu , Denizli
9. S. Okur, M. Yavas, M. Kalkancı, M. Egilmez, L. özyüzer.. "Microstructural and

- electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB<sub>2</sub> superconducting wires”, Ağustos 29 – Eylül 4, 2004, Varna, Bulgaristan
10. M. Yavas, S. Okur, E. Egilmez, M. Kalkanci, L. Özyüzer, “Fabrication of superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid and its microstructural characterization”, 13th INTERNATIONAL SCHOOL ON CONDENSED MATTER PHYSICS” Ağustos 29 – Eylül 4, 2004, Varna, Bulgaristan
  11. Gencer, A. Kılıç, S. Okur,, N. Güçlü,” Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB<sub>2</sub>/Cu Wires”, Applied Superconductivity Conference®, ASC 2004 October 3-8, 2004 in Jacksonville, USA
  12. Savaş Ulucan, Mehmet Egilmez, Lütfi Özyüzer, Salih Okur, ”Electrical, Structural And Mechanical Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites”, 03\_SB57:22, FİZİK KONGRESİ 14 – 17 Eylül 2004 Bodrum, TÜRKİYE
  13. Mert Yavaş, Salih Okur, Mehmet Egilmez, Mine Kalkancı Lütfi Özyüzer, “MICROSTRUCTURAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF MgB<sub>2</sub> PRODUCED FROM BORON OXIDE (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)”, 22. FİZİK KONGRESİ 14 – 17 Eylül 2004 Bodrum, TÜRKİYE
  14. S. Okur, M. Kalkancı, M. Yavaş, M. Egilmez, L. Özyüzer, ”MICROSTRUCTURAL AND ELECTRONIC CHARACTERIZATION OF TI AND MG DOPED COPPER-CLAD MGB<sub>2</sub> SUPERCONDUCTING WIRES”, II. International Bor Sempodium, SEPTEMBER 23, 2004, Eskişehir, Turkey
  15. M. Yavas, S.Okur, M. Egilmez, M. Kalkancı, L. Ozyuzer, “FABRICATION OF SUPERCONDUCTING MgB<sub>2</sub> FROM BORIC ACID (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) AND ITS MICROSTRUCTURAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION”, II. International Bor Sempodium, SEPTEMBER 23, 2004, Eskişehir, Turkey
  16. Mine Kalkancı, Salih Okur, Metin Tanoğlu,” BAKIR KILIFLI SÜPERİLETKEN MgB<sub>2</sub> TELLERİN ÜRETİMİ” ve KARAKTERİZASYONU “İzmir Fizik Günleri”, Dokuz Eylül Üniversitesi Rektörlüğü Desem Salonları, Dokuz Eylül Üniversitesi, 20-21 Mayıs 2005
  17. M. Yavas, S. Okur, E. Egilmez, M. Kalkanci, L. özyüzer, “Fabrication of superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid and its microstructural characterization”, “İzmir Fizik Günleri”, Dokuz Eylül Üniversitesi Rektörlüğü Desem Salonları, Dokuz Eylül Üniversitesi, 20-21 Mayıs 2005, İzmir
  18. A.Gencer, S.Okur, A.Kılıç, M.Kalkancı, E.Akgün, İ.Belenli and M.Yavaş ,”MgB<sub>2</sub>’nin Manyetik Karakterizasyonu: Ti ve C Katkılı MgB<sub>2</sub> Tellerine Uygulanması ve Genel Değerlendirme”, BOLU YSS SEMPOZYUMU, Bolu, 2005

**Bilim Dalı: Fen Bilimleri ve Matematik Temel Alanı/Fizik**

**Doçentlik B. Dalı Kodu: 202**

**(Yoğun Madde Fiziği ve İstatistik Fiziği)**

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	1
ÖZET .....	2
1 GİRİŞ.....	3
1.1 KONUYLA İLGİLİ ÖNCEDEN YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR .....	4
1.2 AMAÇ VE ÖNEM.....	7
1.3 KAPSAM.....	10
2 GENEL BİLGİLER.....	11
TÜRKİYE'de BOR MADENCİLİĞİNİN TARİHÇESİ .....	11
2.1 BOR ELEMENTİ.....	11
2.1.1 Atomik Yapısı.....	11
2.1.2 Kimyasal Özellikler.....	12
2.1.3 Fiziksel özellikler .....	12
2.2 BOR ÜRÜNLERİ.....	12
2.3 BOR ÜRÜNLERİNİN ENDÜSTRİDE KULLANILDIĞI YERLER.....	14
2.4 ÜSTÜNİLETKENLİK .....	16
2.5 ÜSTÜNİLETKEN $MgB_2$ 'ÜN ÖZELLİKLERİ .....	18
2.5.1 $MgB_2$ ' ün Kristal Yapısı.....	18
2.6 $MgB_2$ ÖRNEKLERİN HAZIRLANIŞI.....	22
2.6.1 $MgB_2$ ' ün Sentazlenişi.....	22
2.6.2 Tüp İçinde Toz Metodu .....	23
2.6.3 In-situ Reaksiyon Tekniği.....	24
2.6.4 Ex-situ Reaksiyon Tekniği.....	24
2.6.5 Katkılama Etkisi.....	24
2.6.6 Tavlama Sıcaklığının Etkisi.....	25

<b>3 GEREÇ VE YÖNTEM.....</b>	<b>27</b>
3.1 BORİK ASİT' TEN ELEMENTAL BOR ÜRETİMİ.....	27
3.2 MgB <sub>2</sub> SENTEZLENMESİ.....	29
3.3 TÜP İÇİNDE TOZ YÖNTEMİYLE Cu KILIFLI METAL KATKILI MgB <sub>2</sub> TELLERİN ÜRETİMİ.....	30
3.4 Mg KATKILI METAL MATRİS MgB <sub>2</sub> KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ.....	31
3.5 C KATKILI MgB <sub>2</sub> PELLETLERİN HAZIRLANIŞI.....	32
3.6 ELEKTRİK ve MANYETİK ALAN ÖLÇÜMLERİ.....	32
3.6.1 Dört Noktadan Özdirenç Ölçümü.....	33
3.6.2 Manyetik Alan Ölçümü.....	35
<b>4 BULGULAR VE TARTIŞMA/SONUÇ.....</b>	<b>36</b>
4.1 BORİK ASİTTEN SAF BOR ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	36
4.2 MgB <sub>2</sub> ÜRETİMİ, SAFLAŞTIRILMASI VE KARAKTERİZASYONU:.....	42
4.2.1 XRD sonuçları.....	42
4.2.2 SEM sonuçları.....	44
4.2.3 DC Direnç Ölçüm sonuçları.....	44
4.3 Mg KATKILI KOMPOZİT MgB <sub>2</sub> PELLETLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	45
4.3.1 XRD sonuçları.....	46
4.3.2 Yoğunluk Karşılaştırması .....	47
4.3.3 SEM Sonuçları.....	49
4.3.4 DC Direnç Ölçüm sonuçları.....	49
4.3.5 Manyetik Alan Ölçüm sonuçları.....	54
4.3.6 Mekanik Dayanım Ölçüm sonuçları.....	56
4.3.7 Sonuç .....	57
4.4 Cu KILIFLI ÜSTÜNİLETKEN MgB <sub>2</sub> TELLERİN KARAKTERİZASYONU.....	57
4.4.1 Mg KATKILI TELLERİN KARAKTERİZASYONU.....	58
4.4.1.1 XRD sonuçları.....	58
4.4.1.2 SEM ve EDX sonuçları.....	60
4.4.1.3 Özdirenç Ölçüm sonuçları.....	61

4.4.2 Ti KATKILI Cu KILIFLI TELLERİN ÜRETİMİ.....	62
4.4.2.1 XRD Sonuçları.....	62
4.4.2.2 SEM Sonuçları.....	65
4.4.2.3 DC Direnç Ölçüm Sonuçları.....	66
4.4.2.4 AC Magnetizasyon sonuçları.....	69
4.4.3 C KATKILI KOMPOZİT MgB <sub>2</sub> PELLETLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	73
4.4.3.1 DC Direnç Ölçüm sonuçları.....	73
4.4.3.2 AC Magnetizasyon sonuçları .....	75
<b>5 SONUÇ VE ÖNERİLER .....</b>	<b>77</b>
<b>YARARLANILAN KAYNAKLAR LİSTESİ.....</b>	<b>81</b>
<b>PROJE ÖZET BİLGİ FORMU.....</b>	<b>84</b>



## TABLO LİSTELERİ

Tablo 2.1: Üleksit mineralinin kimyasal ve fiziksel özellikleri.....	12
Tablo 2.2: Bor mineralleri ve ürünleri.....	13
Tablo 2.3: Borik Asit' in ( $H_3BO_3$ ) kimyasal ve fiziksel özellikleri.....	14
Tablo 2.4. Üstüniletken $MgB_2$ 'nin özellikleri.....	19
Tablo 2.5 Magnetik alan ile değişen kritik akım yoğunlukları.....	20
Tablo 2.6 : 20 K de katkı maddesinin $MgB_2$ nin $J_c$ değerlerine etkisi.....	21
Tablo 4.1.1: $B_2O_3+Mg$ 800 °C katıhal reaksiyonu sonucu elde edilen tortunun asitle yıkamadan önceki ve sonraki kimyasal kompozisyonları.....	37
Tablo 4.1.2: Hidrotermal yöntemle elde edilen ürünlerin EDX sonuçları.....	41
Tablo 4.2.1: 0.5 GPa hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin yoğunluk karşılaştırması.....	48
Tablo 4.2.2: 1 Gpa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin yoğunluk karşılaştırması.....	48
Tablo 4.3.1: 400 °C ve 0.5 Gpa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının karşılaştırması.....	50
Tablo 4.3.2: 400 °C ve 1 GPa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının karşılaştırması.....	51
Tablo 4.3.3: 500 °C 1 GPa hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının karşılaştırması.....	51
Tablo 4.3.4: 550 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının karşılaştırması.....	52
Tablo 4.3.5: 0.5 GPa hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin özdirençlerinin karşılaştırması .....	52
Tablo 4.3.6: 500 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının manyetik alan ve direnç ölçümlerinin karşılaştırması.....	54
Tablo 4.3.7: 550 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış $MgB_2/Mg$ kompozit tabletlerin $T_c$ sıcaklıklarının karşılaştırması .....	55
T ablo 4.4.1: Ti ve Mg katkılı tellerde muhtemel XRD pik pozisyonları.....	62

## ŞEKİL LİSTELERİ

Şekil 2.1: Üstüniletkenlik kritik geçiş sıcaklığında direncin sifıra yaklaşması.....	16
Şekil 2.2. Meissner olayı ve Hc kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlı değişimi.....	17
Şekil 2.3 Tip I ve Tip II üstüniletkenlerde manyetik perdeleme.....	18
Şekil 2.4 MgB <sub>2</sub> ün kristal yapısı.....	19
Şekil 2.5: Alfa Aeaser dan alınan ve bu projede kullanılan MgB <sub>2</sub> tozuna ait XRD grafiği....	19
Şekil 2.6: Tüp içinde toz metodu ile tel veya teyp üretimi.....	23
Şekil 2.7: Literatürde kullanılan katkı malzemelerinin Tc kritik geçiş sıcaklığına ekisi.....	25
Şekil 2.8: Tavlama sıcaklığının MgB <sub>2</sub> nin üstüniletken özdirençe etkisi.....	26
Şekil 2.9: 3 GPa altında ısıtılmış MgB <sub>2</sub> SEM fotoğrafları: Isıtma sıcaklıkları.....	26
Şekil 3.1.1: Kalıpla pres yöntemi ile pellet elde edilmesi.....	27
Şekil 3.1.2: Tüp fırın düzeneği.....	28
Şekil 3.1.3: MgO in uzaklaştırılarak saf bor üretimi.....	28
Şekil 3.2.1: Üstüniletken MgB <sub>2</sub> nin sentezlenmesi.....	29
Şekil 3.3.1: Tüp içinde toz metodu (ex-situ reaksiyon tekniği).....	30
Şekil 3.4.1: Metal matris kompozit malzeme hazırlama metodu.....	32
Şekil 3.6.1: Dört Noktadan Özdirenç Ölçümü.....	33
Şekil 3.6.2: Bilgisayar kontrollü kapalı devre He soğutmalı dört nokta özdirenç ölçüm düzeneği.....	34
Şekil 3.6.3: Sıcaklık-Direnç ölçümlerinde kritik geçiş sıcaklığının yorumlanması.....	34
Şekil 3.6.4: 400 °C de ve 0.5 Gpa basılmış %10 Mg katkılı MgB <sub>2</sub> kompozit malzemeye ait manyetik alanın sıcaklıkla değişimi.....	35
Şekil 4.1.1: Borik asit ve bor oksit'in XRD grafikleri .....	36
Şekil 4.1.2 a) asitle yıkamadan önce b) asitle yıkamadan sonra .....	37
Şekil 4.1.3: Elde edilen Borun saflığının asitle yıkama sayısı ile değişimi .....	38
Şekil 4.1.4: Soxhlett yöntemiyle yıkama işleminin XRD sonuçları .....	42
Şekil 4.2.1: Üretilen MgB <sub>2</sub> 'ün XRD sonuçları.....	43
Şekil 4.2.2: Üretilmiş olan MgB <sub>2</sub> 'ün a) toz halindeki b) tablet halindeki SEM fotoğrafları.....	44
Şekil 4.2.3: Üretilen MgB <sub>2</sub> 'ün sıcaklığa bağlı özdirenç ölçümü.....	45
Şekil 4.3.1: 500 °C 0.5 Gpa da hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması.....	46
Şekil 4.3.2: 550 °C 0.5 Gpa da hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması.....	46
Şekil 4.3.3: 550 °C 1 Gpa da hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması.....	47
Şekil 4.3.4: T = 500 °C, % 5 Mg katkılı tabletlerin 0.5 ve 1 GPa basınç altında bekledikten sonra oluşan SEM yüzey görüntüleri.....	49
Şekil 4.3.5: 400 °C 0.5 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin Tc sıcaklıklarının karşılaştırması.....	50
Şekil 4.3.6: 400 °C 1 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması.....	51
Şekil 4.3.7: 500 °C 1 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması.....	51

Şekil 4.3.8: 550 °C 0.5 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması.....	52
Şekil 4.3.9: 5% Mg katkılı MgB <sub>2</sub> kompozit malzemeye ait T <sub>c</sub> geçiş sıcaklığının basınca bağlılığı.....	54
Şekil 4.3.10: 5% Mg katkılı MgB <sub>2</sub> kompozit malzemeye ait T <sub>c</sub> geçiş sıcaklığının basınca bağlılığı.....	54
Şekil 4.3.11: 500 °C 0.5 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklıklarının manyetik alan ve direnç ölçümlerinin karşılaştırması.....	55
Şekil 4.3.12: 550° C 0.5 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması.....	56
Şekil 4.3.13: 400 ve 500 °C 0.5 Gpa hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T <sub>c</sub> sıcaklığının Mg katkı oranıyla değişim grafiği.....	56
Şekil 4.3.14: 400 °C ve 500 °C de hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin mekanik dayanımlarının karşılaştırması.....	57
Şekil 4.3.15: 400 °C ve 500 °C de hazırlanmış MgB <sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin elastik modüllerinin karşılaştırması.....	57
Şekil 4.4.1: 800 °C de 3 dakika tavllanmış tellere ait XRD grafikleri.....	60
Şekil 4.4.2: 400 °C da 2 saat tavllanmış XRD sonuçları: a) Cu kılıflı saf MgB <sub>2</sub> tel b) 5% Mg katkılı, c) 10% Mg katkılı Cu kılıflı üstüniletken MgB <sub>2</sub> kompozit tel.....	60
Şekil 4.4.3: 1.5 mm çapında üretilmiş %5 Mg katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken tellere ait kesit alanını gösteren bir SEM fotoğrafı.....	61
Şekil 4.4.4: 1.5 mm çapında üretilmiş, 800 °C de 3 dakika tavllanmış, %5 Mg katkılı kompozit tele ait, Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken çekirdeğin arayüzeyinde EDX sinyalinin değişimi.....	61
Şekil 4.4.5: 400 °C de 2 saat tavllanmış ve tavlınmamış Mg katkılı MgB <sub>2</sub> kompozit tellere ait öz direnç sıcaklık ölçüm grafiği.....	62
Şekil 4.4.6: Tavlınmamış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu.....	64
Şekil 4.4.7: 400 °C de bir saat tavlınmış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu.....	65
Şekil 4.4.8: 600 °C de bir saat tavlınmış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu.....	65
Şekil 4.4.9: 800 °C de bir saat tavlınmış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu.....	66
Şekil 4.4.10: 400 °C de 1 saat tavlınmış %5 Ti katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken telin SEM fotoğrafı.....	66
Şekil 4.4.11: 400 °C de 1 saat tavlınmış %20 Ti katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken telin SEM fotoğrafı .....	67
Şekil 4.4.12: Tavlınmamış değişik yüzdelerde Ti katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği .....	67
Şekil 4.4.13 da is 400 °C de bir saat tavlınmış değişik yüzdelerde Ti katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği.....	68
Şekil 4.4.14: 400 °C de 1 saat tavlınmış Ti katkılı Cu kılıflı MgB <sub>2</sub> üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği .....	68
Şekil 4.4.15: 600 °C de 5 dakika tavlınmış 10% Ti Katkılı Tellerin 20, 50 ve 100 mA akım altında elde edilmiş direnç-sıcaklık ölçümleri.....	69
Şekil 4.4.16: % 0 - % 20 Ti katkılı kompozit MgB <sub>2</sub> /Cu tellerde AC manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişimi: Uygulanan frekans f=111 Hz ve uygulanan manyetik alan ise 20 A/m.....	70
Şekil 4.4.17: %20 Ti katkılı MgB <sub>2</sub> üstüniletken tellerde 111 Hz uygulanan değişken temel değişken manyetik alınganlığın sıcaklıkla değişimi.....	72
Şekil 4.4.18: % 20 Ti katkılı kompozit MgB <sub>2</sub> /Cu katkılı teller için hesaplanan grainler içi ve grainler arası kritik akım yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi.....	73

Şekil 4.4.19: Üç farklı sıcaklık için deneysel ac kaybının $H_{ac}$ manyetik alanla değişim grafiği.....	73
Şekil 4.4.20: Tavlanmamış ve 400 °C'de tavlanmış C katkılı Cu kılıflı $MgB_2$ üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği.....	74
Şekil 4.4.21: Tavlanmamış, 400 ve 600 °C'de tavlanmış C katkılı ve katkısız Cu kılıflı $MgB_2$ üstüniletken tellerin AC manyetik alınganlık $\chi'$ sıcaklık değişim grafiği .....	75
Şekil 4.4.22: Tavlanmamış, 400 ve 600 °C'de tavlanmış C katkılı ve katkısız Cu kılıflı $MgB_2$ üstüniletken tellerin Ac manyetik alınganlık $\chi''$ sıcaklık değişim grafiği .....	76

## Önsöz

Bu çalışmada ülkemiz kaynaklarından elde edilen borik asit ve boroksit kullanılmak suretiyle boroksitten toz formunda üstüniletken magnezyum borür ( $MgB_2$ ) üretmeye ve bu tozlardan tüp içinde toz yöntemi kullanılarak bakır ve demir kılıflı üstüniletken teller geliştirilmeye çalışılmıştır. Üretilen üstüniletken tellerin yapısal, elektriksel ve manyetik alan özellikleri incelenerek kritik akım yoğunluğu konusunda bilgi elde edilmiştir. Ayrıca metal matris kompozit malzemelerden tabletler üretilerek eğilip bükülme gibi elastik özellikleri 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 TBAG 2215 nolu proje adı altında üç yıl süreyle desteklenmiştir.

## ÖZET

MgB<sub>2</sub> alařımının 39 K lik T<sub>c</sub> kritik sıcaklıđına sahip bir üstüniletken olduđunun 2001 de keřfedilmesi çok iyi üstüniletken olduđu bilinen NbTi ve Nb<sub>3</sub>Sn malzemelerinin yanısıra uygulamaya daha yakın yeni bir üstüniletken malzeme olma ümidini de artırmıřtır. O gündən bu güne MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin üretilmesi konusunda çok etkileyici bir ařama kaydedilmiřtir. Daha yüksek kritik akım yoğunluđuna ulařmak için gerekli parametrelerin arařtırılması konusunda birkaç teknik geliřtirilmiřtir. Bunların arasında 'tüp içinde toz' (TIT) adı verilen metot diđerlerine göre daha pratik ve ümit verici gözükmetedir. Bazı metal ve alařımların TIT iřleminde kılıf malzeme olarak kullanılmaya uygun bulunmuřtur. Bunlardan demir ve alařımları kısmen MgB<sub>2</sub> özelliđini bozmadıđı gibi manyetik ekranlama yaparak dıř manyetik alanların kritik akım üzerindeki yan etkilerini azaltarak daha yüksek deđerlere ulařılmıřtır. TIT yöntemi ile MgB<sub>2</sub> üretimi sırasında iki farklı teknik vardır. Birisinde reaktif MgB<sub>2</sub> tozlar kullanılırken diđerinde belli kimyasal oranlarda karıřtırılmıř reaktif olmayan Mg+2B tozları kullanılmaktadır. Daha sonra bu tozlar reaksiyon yapmayan bir tüp veya kapsül içine kapatılıp 900 ile 1000 °C civarında belirli bir süre tavlannmaktadır. Bu yöntem ile Demir kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerinden 15 K de 10<sup>5</sup> A/cm<sup>2</sup> civarında bir J<sub>c</sub> kritik akım yoğunluđuna ulařılmıřtır. Bu projede ilk adım olarak borik asitten MgB<sub>2</sub> elde edilmiř ve elde edilen MgB<sub>2</sub> in yapısını XRD ve SEM EDX mikroskobu ile karakterize edilmiřtir. Uygun bir saflıđa sahip MgB<sub>2</sub> e ulařıldıđında elektriksel ve manyetik özellikleri pellet haline getirilip incelenmiřtir. İkinci adımda ise üretilen MgB<sub>2</sub> tozlarından üstüniletken MgB<sub>2</sub> tel ve teyplerin TIT yöntemi ile üretilmiřtir ve Cu, Fe, ve paslanmaz çelik gibi MgB<sub>2</sub> ile etkileřmeyen malzemeler kılıf olarak kullanılarak üretilmeye çalıřılmıř ve bu üstüniletken MgB<sub>2</sub> tellerin özdirenç ve manyetik alana bađlı olarak kritik akım (J<sub>c</sub>) karakteristiđinin sıcaklıđa bađımlılıđı incelenmiřtir.

## 1 GİRİŞ

Dünya bor rezervlerinin %73'üne sahip olan ülkemizde bor madeni işletmeciliği 1860'lı yıllarda başlamış ve bugünkü Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü tarafından özellikle 1980'li yılların başlarından itibaren hızla kurulmaya başlanan rafine ürün tesisleri ile önemli bir üretim kapasitesine erişilmiştir. Üretmekte olduğumuz ham ve rafine bor ürünlerinin yaklaşık % 92'si ihraç edilmekte, ancak yaklaşık % 8 civarında bir kısmı cam ve cam elyafı, seramik, deterjan, kimya sanayilerinde kullanılmaktadır.

Oysa bor ürünlerinin dünya tüketimine baktığımızda, yaklaşık 250 alanda yararlanılmakta olan bor ürünlerini; izolasyon ve tekstil tipi cam elyafı, borosilikat camlar, seramik, tarım, alev geciktirici ürünler, ahşap koruma ürünleri, çeşitli inşaat malzemeleri, kimya sanayi, demir-çelik, özel bor kimyasalları ve yüksek teknoloji ürünleri gibi alanlarda kullanılmakta olduğu görülmektedir. Ülkemizde de bor ürünlerinin tüketim alanlarının yaygınlaştırılması ve yeni bor ürünlerinin üretilmesi, bu ürünlerin ve potansiyel kullanım alanlarının sanayi sektörüne tanıtılması ve bu amaçla geniş katımlı Ar-Ge çalışmalarının yapılması gerekmektedir.

20. yüzyıldan itibaren modern toplumların enerji tüketimlerinin artması ile enerji talebi de giderek artmış ve bunun üzerine bilim adamları yeni enerji kaynakları arayışına girmek zorunda kalmışlardır. Bununla birlikte üretilen elektrik enerjisini minimum kayıpla transfer edebilmenin ve en verimli şekilde kullanmanın yolları da araştırılmaktadır. Bunlardan birisi de elektriksel olarak sifıra yakın direnci olan, dolayısıyla enerji kaybı olmayan süperiletken teller ve malzemelerdir. Gelecekte süperiletken teller günümüzde kullanılmakta olan kabloların yerini alması ihtimali giderek güçlenmektedir.

MRI cihazlarında kullanılmakta olan  $Nb_3Sn$  yaklaşık 20K de süperiletken özellik göstermektedir. Bununla birlikte bir kaç yıl önce 39K de süperiletkenliği keşfedilen  $MgB_2$  yüksek kritik sıcaklığına sahip oluşu ve kolay elde edilebilir olması sebebiyle daha pahalı bir teknolojiye sahip Nb tipi üstün iletken malzemelerin yerini alması çok muhtemel olarak görülmekte ve bu konuda yoğun araştırmalar sürmektedir.

## 1.1 KONUYLA İLGİLİ ÖNCE DEN YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR

2001 yılında magnezyum borürün ( $MgB_2$ ) üstüniletken özelliklere sahip olduğunun anlaşılmasından sonra (NAGAMATSU, 2001), son bir kaç yılda yapılan yoğun çalışmalar bu malzemelerden 20 K' de santimetre kare başına bir milyon amperin üzerinde akım geçebildiği ve üstüniletkenliğin bozulmadığını göstermiştir (TAKANO, 2001).

Tüp içinde toz yöntemi (TIT) ile elde edilen ( $MgB_2$ ) tellerde benzer yüksek akım yoğunluklarına ( $J_c$ ) ulaşılmıştır (CANFIELD, 2001). Magnezyum borürün başlangıç malzemesi olarak toz formunda olması nedeni ile Fe (SUO, 2001), Cu (SOLTANIAN, 2003), ve Ag (GLOWACKI, 2001) gibi uygun bir metal kılıf kullanılmadan doğrudan tel yapımına elverişli değildir. Bu tip malzemelerin tel olarak üretimi için TIT metodu en pratik ve ekonomik üretim tekniği olarak gözükmektedir. Bahsedilen kılıf malzemelerin içerisinde Fe ekonomik olmasının yanısıra aynı zamanda dış manyetik alan etkilerine karşı manyetik perdeleme oluşturması yanında, magnezyum borür çekirdek kimyasal olarak etkileşmemektedir (HORVAT, 2002), (WANG, 2001). Bakır ise ucuz ve kolay deforme edilebilir bir malzeme olduğu için magnezyum borür üstüniletken tellerin üretiminde en uygun kılıf malzemelerden birisidir. Ancak, 700 °C' in üzerindeki yüksek sıcaklıklarda yapılan tavlamalarda bakır üstüniletken çekirdek  $MgB_2$  ile etkileştiği için kritik akım yoğunluğunu belli seviyelerde düşürmektedir (XIANG, 2003).

$MgB_2$  tel üretiminde bu malzemenin halen üstüniletken olarak kalabileceği yüksek kritik akıma ulaşabilmek önemli hedeflerden biridir. 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. Üstüniletken  $MgB_2$  toz partikülleri arasındaki fiziksel ve elektriksel bağlantı açısından diğer bir önemli parametre de toz parçacık büyüklüğüdür. Ayrıca,  $MgB_2$  ile birlikte Ti, Al (FU, 2003) gibi katkı malzemelerinin kullanılması partiküller arasındaki boşlukların doldurulmasında ve partiküllerin bir



birine bağlanması açısından en iyi yoldur. Ti heksagonal kristal yapısıyla magnezyum borüre benzediği ve daha küçük bir hacime sahip olduğu için, ayrıca yüksek ergime sıcaklığına sahip iyi bir iletken olduğundan katkı malzemesi olarak kullanılmış ve kritik akım yoğunluğunu önemli derecede artırmıştır (OKUR, 2005), (GENCER, 2005), (YAVAŞ, 2005). Mg ise yumuşak ve ergime sıcaklığı düşük olduğu için rahatlıkla  $MgB_2$  içerisine akarak partiküller arasında bağlantı oluşturmak suretiyle iyi bir iletken katkı malzemesi olarak kullanılmaktadır (EĞİLMEZ, 2004), (OKUR, 2005). Aynı zamanda katılanan fazla Mg yüksek sıcaklıklarda tavlama sırasında bakır kılıflı tellerin iç duvarlarında oluşan  $MgCu_2$  katmanının oluşumu sırasında üstüniletken çekirdeklerdeki Mg'un difüzyonu ile ortaya çıkan magnezyum borürün kimyasal oranının korunmasını sağlayarak üstüniletkenliğin bozulmasını engellemektedir (EĞİLMEZ, 2004), (SOLTANIAN, 2002). Parçacıklar arasındaki bağlantıyı artırma ve daha homojen  $MgB_2$  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 (OKUR, 2005), (KILIÇ, 2004) katkılarının akım yoğunluğunu ve geçiş sıcaklığını oldukça arttırdığını ortaya koymaktadır. Canfield ve grubu ise %5 oranında carbon 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 üstüniletken bobinler için çok önemlidir. Oysa NbSn tipi alaşımlar ancak 30 T ya kadar dayanabilmektedir.

Son zamanlarda  $MgB_2$  üstüniletken tellerin teknolojik uygulama araştırmaları hızla devam etmektedir. 18 m uzunluğunda ve 1 mm çapında bakır kılıflı magnezyum borür telden elde edilmiş bir üstüniletken manyetik bobinden 20 K' de 360 amper akım geçtiği yani  $J_c=1.8 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> lik akım yoğunluğuna ulaşıldığı açıklanmıştır (FANG, 2004). Soltanian (SOLTANIAN, 2003) in-situ Sarmal reaksiyon tekniği ile 4.2 K de 10 mm dış çapına sahip 5 sarmallı bakır kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken selonoidlerde  $J_c=1.33 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> lik akım yoğunluğuna ulaşıldığını açıklamıştır. Machi ise yine 4.2 K de 27 mm dış çapına sahip 50 sarmallı bakır kılıflı magnezyum borür üstüniletken selonoidlerden 200 amper akım geçirdiğini yani  $J_c=4.4 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup> lik akım yoğunluğuna ulaşıldığını açıklamıştır (MACHI, 2003). Amerikanın en gelişmiş malzeme laboratuvarlarından biri olan Los Alamos da en son yapılan araştırmada Serquis ve grubu 25 K ve 1 T manyetik alan altında 6-katmanlı bir selonoidten 220 amper,  $J_c= 2.8 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> ve 4 K, 1.6 T altında 350 amper, yani  $J_c= 4.5 \times 10^4$  A/cm<sup>2</sup> lik bir akım yoğunluğuna ulaştıklarını bildirmiştir. Bu değer üstüniletken transformator ve hastanelerdeki MRI cihazları için yeterli bir akım yoğunluğudur (SERQUIS, 2004).

MgB<sub>2</sub>, Nb tabanlı geleneksel üstüniletkenler ve yüksek sıcaklık üstüniletkenleri gibi kırılğan bir yapıya sahiptir, bu nedenle tel üretimine dayanan geniş skala uygulamaları için elverişli bir malzeme değildir. Kırılğan yapıli üstüniletkenlerden tel üretmenin geleneksel ve yaygın yolu tüp içinde toz metodudur. Bu metotda üstüniletken toz sünek bir metal tüp içine doldurulur ve daha sonra çeşitli uygulamalar için daha küçük çaplara mekanik yöntemlerle indirilir. 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 sünekliliğini, 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 MgB<sub>2</sub> üstüniletkeninde (SHARONI, 2001, DUNAND 2001) kullanılmıştır. Birçok araştırma grubu ticari olarak satılan B ve Mg kullanarak MgB<sub>2</sub> üretmeyi başarmışlardır (ASWALL, 2001). 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. Bu sebeple bu çalışmada umut verici bir üstüniletken olan MgB<sub>2</sub>'de kullanılacak olan B ülkemizden elde edilen H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>'ten indirgenmesi amaçlanmıştır. H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>'ten indirgenmiş olan B yine, yurdumuzdan elde edilen yüksek saflıktaki Mg ile reaksiyona sokularak üstüniletken MgB<sub>2</sub> elde edilmiştir. Üretilen MgB<sub>2</sub> metal matris kompozit yöntemi kullanılarak tablet haline getirilmiş, üstüniletkenlik ve mikroyapısal özellikleri incelenmiştir.

Bu çalışmada ülkemizde üreilmeye başlanan borik asit ve boroksit kullanılmak suretiyle toz üstüniletken magnezyum borür üretilerek, bu tozlardan tüp içinde toz yöntemi ile bakır ve demir kılıflı üstüniletken teller oluşturulmuş ve bu tellerin elektriksel ve manyetik alan özellikleri araştırılarak kritik akım yoğunluğu hesaplanmıştır. Böylece bu çalışma magnezyum borürün tel olarak teknolojiye kazandırılmasında ve ülkemizin bor yataklarının en iyi şekilde değerlendirilmesinde önemli bir katkı sağlayacaktır.

## 1.2 AMAÇ VE ÖNEM

Bu çalışmada birinci amaç, ülkemiz yeraltı kaynaklarından üretilen borik asit ve boroksit kullanılmak suretiyle toz formunda üstüniletken özellikler gösteren magnezyum borür ( $MgB_2$ ) elde etmektir. Elde edilen tozlardan tüp içinde toz yöntemi ile bakır ve demir kılıflı üstüniletken tellerin üretilmesi bir diğer amaçtır. Ayrıca üretilen bu tellerden prototip elektromagnet selonit yaparak manyetik alan ve kritik akım yoğunluğunun yanısıra geliştirilen tellerin mekanik özelliklerinin araştırılması projenin amacıdır. Bu çalışma  $MgB_2$  ün tel ürünler olarak teknolojiye kazandırılmasında ve ülkemizin bor yataklarının en iyi şekilde değerlendirilmesinde önemli bir katkı sağlayacaktır.

Günümüzde üstüniletkenlerin enerji (tel, jeneratör, motor), medikal (magnetik rezonans), ulaşım (maglev trenleri) ve elektronik (SQUIDS, Josephson Junction Devices) gibi alanlarda önemli uygulamaları mevcuttur. Bilinen üstüniletkenlerin ( $Nb_3Sn$ ,  $NbTi$ ) kritik sıcaklıklarının düşük olması bu malzemelerin bahsedilen uygulamalarda değerlendirilmesini güçleştirmektedir. Magnezyum borürün yüksek kritik sıcaklık ve akım yoğunluğuna sahip olmasına ilave olarak maliyetinin düşük olması bu malzemeleri diğer üstüniletkenler arasında uygulanabilirlik açısından oldukça avantajlı duruma getirmektedir.

Toz halinde bulunan üstüniletken magnezyum borürden tel yapabilmek için tüp içinde toz (TIT) adı verilen bir metod kullanılmaktadır. TIT yönteminde hazır  $MgB_2$  tozları veya B ve Mg tozları uygun kimyasal oranda karıştırılarak bir metalik kılıf içerisine koymak suretiyle hadde ile çekerek, ve yivli merdane ile ezerek veya tokaçlama ile uzatılarak tel haline getirilmektedir. Elde edilen tel daha sonra 750 ile 900 °C arasında belirli bir süre tavlansarak, tozlar arasındaki fiziksel ve elektriksel bağlantı oluşturulmak suretiyle süperiletken akım yoğunluğu ölçülmektedir. Şu ana kadar ölçülen en büyük değer 5 MA/cm<sup>2</sup> nin üzerindedir. Bu 0.5 kA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğuna sahip Cu çubuğa göre oldukça yüksek bir değerdir.  $MgB_2$ ' nin Tc sıcaklığının daha yüksek olması sıvı helyum yerine daha ucuz ve ekonomik soğutma sistemlerinin kullanılmasına izin vermektedir. Üstüniletken tellerde kaliteyi ortaya koyan en önemli özellik ne kadar akım taşıyabildiklerine bağlıdır. Buna kritik akım yoğunluğu denir ve bu ise 23 K geçiş sıcaklığına sahip Nb-Sn ve Nb-Ti alaşımlarının halen teknolojiye kullanılmasının en önemli sebebidir.

MgB<sub>2</sub> tel ve selonoid yapımındaki gelişmeler günümüzde hemen hemen her hastanede mevcut olan MRI cihazlarında bu malzemenin çok kısa zamanda kullanılmaya başlayacağını göstermektedir. Halen, MRI cihazlarında MgB<sub>2</sub> nin geçiş sıcaklığının yarısına sahip olan ve sadece sıvı helyumla soğutulabilen Nb-Sn alaşımli süperiletken teller kullanılmaktadır. Sıvı helyumun yüksek maliyeti ekonomik açıdan büyük dezavantaj oluşturmaktadır. Oysa MgB<sub>2</sub> sıvı helyuma göre çok daha ucuz olan sıvı hidrojen veya 20 ile 30 K arasında çalışabilen ekonomik soğutma pompaları ile kullanılabilir. Yapılan araştırmalar, MRI cihazlarının manyetik selonoidlerinde kullanılan üstüniletken tellerin maliyetinin kiloamper başına metresi 10 dolar olan malzemeler yerine MgB<sub>2</sub> nin kullanılması ile bir iki dolara kadar düşebileceğini göstermektedir. Maliyetteki ve kullanımdaki bu fiyat farkı sayesinde MRI cihazları her doktorun hatta veterinerlerin bile satın alabileceği hale gelebilecektir.

MgB<sub>2</sub>' in diğer üstüniletken malzemelere göre daha hafif, ucuz ve ekonomik olması itibariyle teknolojik olarak MRI cihazlarında, yüksek gerilim güç hatlarında ve birçok elektronik cihazlarda çok yaygın bir şekilde kullanılmasını sağlayacaktır. Böylece hacim olarak daha küçük fakat en az 10 kat daha güçlü trafo ve elektrik üreten jeneratör veya motorların üretilmesine olanak sağlayacaktır. 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<sub>2</sub> üzerine kurulan dijital kroyoelektronik teknolojisine MgB<sub>2</sub> üstüniletkeninin sağlayacağı katkı inanılmaz boyutlarda olacaktır. Üstüniletken malzemeler ince film olarak hazırlandığında, mikrodalga cihazlarda, infared ve görünür dalga boylu detektörlerde, üstüniletken kuvantum girişim aygıtları (SQUID) gibi kroyoelektronik cihazlarda çok büyük bir uygulama potansiyeline sahiptirler. MgB<sub>2</sub> üstüniletkeninin ince film olarak elektronik malzeme olarak kullanılabilmesi açısından çok kullanılan altaşlarla (MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, SrTiO<sub>3</sub>, TiN, TaN, AlN, Si) yapılan araştırmalar, bu üstüniletkenin 600 °C ye kadar reaksiyona girmediğini ortaya koymuştur. Bu da MgB<sub>2</sub> malzemesinin SQUID ince film teknolojisi açısından önemli potansiyele sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Dolayısı ile bu konularda IYTE ve Türkiye genelinde yeni çalışma imkanları sağlanabilir. Bu proje Türkiye`de MgB<sub>2</sub> tel ve teyp üretimi ve karakterizasyonu konusunda ilk defa yapılmış bir girişimdir .

"21. yüzyilin petrolü" diye tanımlanan uzay teknolojisinden, bilişim sektörüne, nükleer teknolojiden savaş sanayiine, deterjan üretiminden malzemelerin sertleştirilmesine kadar yüzlerce değişik alanda kullanılan ve teknolojik olarak vazgeçilmez bir hammadde durumuna gelen bor minerali, ülkemizin petrol ve doğalgaz kadar stratejik öneme sahip yeraltı zenginlik kaynaklarından birisidir. Fakat maalesef ham madde olarak değerinin çok altında ihraç edilip, teknoloji ve sanayi yetersizliğinden dolayı ülkemize dışarıda işlenmiş olarak 20, 25 katı bazen 100 katı fiyatlarla katma değeri yüksek ürünler olarak ithal edilmektedir.

Bu proje öncelikle, dünya rezervlerinin %73 'ünün ülkemizde bulunan, teknolojik açıdan çok öneme sahip bor madeni yataklarının en etkin bir şekilde kullanılması yolunda önemli bir adım olmuştur. Bundan sonraki projelerle hastanelerde kullanılmakta olan MRI cihazlarının bobinlerinin yapımında kullanılabilir. Türkiyede senelik 100 bin ton 'borik asit', 55 bin ton 'borax' ve 20 bin ton 'sodyum pentahidrat' olarak üretilmekte ve yurtdışına ihraç edilmektedir (ŞENER, 1999). Bunun yanısıra bor'un bir alaşımı olan üstüniletken  $MgB_2$  üretimi ülkemizde yapılmamaktadır. Ticari bir amerikan firması olan Alfa Aesar'ın bir kilogram  $MgB_2$  için belirlediği fiyat 1000 dolardır ve 25 gr lık ambalajlarda toz olarak satılan  $MgB_2$  fiyatı ise 100 dolar, yani 4000 dolar/kg dır.  $MgB_2$  nin kendi imkanlarımızla üretiminin kabaca bir maliyet hesabı şöyledir: 1 kg Mg 'un piyasa değeri yaklaşık 3 dolar, 1 kg Borik asidin piyasa değeri yaklaşık 4 dolardır. Boronun kimyasal olarak Borik asitten elde edilerek saflaştırılması için 10 dolar ve Mg ile Boron'un kimyasal reaksiyonu için 10 dolarlık bir enerji ve güç sarfiyatı olabileceğini varsayarsak, 1 kg üstüniletken  $MgB_2$  'ın üretim yaklaşık 30 dolara mal edilebilmektedir (GRANT , 2001).

Dolayısıyla 1 kg  $MgB_2$  yaklaşık (1000/30=) 33 kat fiyat farkı ile pazarlanmaktadır. Bunun tel haline getirilip selonoid olarak satabildiğindeki katma değer çok daha yüksek olacaktır.

İkinci Uluslararası Bor Sempozyumu Sonuç Bildirgesinde bildirildiği gibi "Ham bor ihracatı yerine rafine bor ve özel bor ürünlerine yatırım yapılarak bor minerallerine dayalı tesislerin ülkemizde kurulması sağlanmalıdır. Bor ürünlerinin hammadde olarak kullanıldığı sanayi alanlarının gelişmesine yönelik yatırımlar teşvik edilmelidir (BOR KONFERANSI II, 2004).

Bu kadar ekonomik ve teknolojik öneme sahip üstüniletken  $MgB_2$  nin tel olarak ülkemizde üretilmesi, teknolojiye ve sanayiye kazandırılması Türkiyenin ekonomik gelişimi açısından da çok önemlidir.

### **1.3 KAPSAM**

Bu çalışma kapsamında borik asit ve bor oksitten başlayarak, rafine saf bor üretilmesi, katıhal reaksiyonu veya uygun metodlarla ile toz formunda üstüniletken magnezyum borür elde edilmesi ve daha sonra bu tozların kullanımı ile tüp içinde toz yöntemi (TIT) değerlendirilerek bakır kılıflı üstüniletken tellerin üretilmesi ve daha sonra yapısal, elektriksel, ve manyetik özelliklerinin araştırılması söz konusudur. TIT yöntemi özellikle  $MgB_2$  tel üretimi açısından en ekonomik ve en pratik tekniklerden birisi olarak tercih edilmektedir. Bu nedenle TIT yöntemiyle Cu ve Fe gibi kılıf malzemelerinin kullanılmasına karar verilmiştir. Elde edilecek tellerin teknolojiye yüksek akım geçiren cihazlarda selenoid olarak kullanılabilmesi için kritik akım yoğunluğunun 20 K civarında  $J_c > 10^5$  A/cm<sup>2</sup> den daha büyük olması gerekir. Ayrıca elde edilen  $MgB_2$  malzemenin saflığı kritik akım yoğunluğunu etkilediği için malzemenin yapısı ve yüzey morfolojisi, X ışını kırınımı (XRD), ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) gibi malzeme karakterizasyon yöntemleri ile incelenmiştir. Kılıf olarak kullanılan malzemelerin üstüniletken ile reaksiyona girmemesi beklenmektedir. Fe ve alaşımlı kılıflar  $MgB_2$  nin kritik akım yoğunluğunu etkilemediği gibi kritik akımı etkileyebilecek dışarıdan uygulanan manyetik alan etkilerine karşı perdeleme işlevi görmektedir [HORVAT 2002, FANG 2004]. Böylece bu çalışma magnezyum borürün elde edilmesi ve tel olarak teknolojiye kazandırılmasına yönelik tekniklerin geliştirilmesi ve özelliklerin araştırılmasını kapsamaktadır.

## 2 GENEL BİLGİLER

### *TÜRKİYE'de BOR MADENCİLİĞİNİN TARİHÇESİ*

İlk borik asit üretimi 1830 da İtalya'da gerçekleştirilmiş 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. 1958 de Etibank Emet yataklarından ilk cevherin üretimi gerçekleştirilerek 1959 de Türkiye'nin ilk cevher 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 başlanmıştır. Daha sonra 1984 Kırka I. Bor türevleri tesisinin işletmeye alınmış, ve sırası 1987 de Bandırma II. Borik Asit tesisleri, 1996 da Kırka II. Boraks pentahidrat tesisi 2001 de Kırka III. Boraks pentahidrat tesisi ve en son 2004 Emet Borik Asit tesisi işletmeye alınmıştır. Yüksek teknoloji malzemesi olan dünya bor rezervlerinin %73'ü nün ülkemizde bulunduğu için bor elementinin özellikleri ve endüstrideki kullanım alanlarından da bahsedilecektir.

### 2.1 BOR ELEMENTİ

Bor, periyodik tabloda **B** simgesi ile gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10,81 g olan metalle ametal arası yarı iletken özelliğe sahip bir elementtir. Bor tabiatta hiçbir zaman serbest halde bulunmaz. Doğada yaklaşık 230 çeşit bor minerali olduğu bilinmektedir. Çeşitli 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. Borun saf elementi ilk kez 1808 yılında Fransız kimyager J.L. Gay-Lussac ve Baron L.J. Thenard ile İngiliz kimyager H. Davy tarafından elde edilmiştir.

#### 2.1.1 Atomik Yapısı

Atomik Çapı:  $1.17\text{Å}$  , Atomik Hacmi:  $4.6\text{cm}^3/\text{mol}$  , Kristal yapısı: Rhombohedral  
Elektron Konfigürasyonu:  $1s^2 2s^2 p^1$  , İyonik Çapı:  $0.23\text{Å}$  , Elektron Sayısı (yüksüz): 5  
Nötron Sayısı: 6 , Proton sayısı: 5 , Valans Elektronları:  $2s^2 p^1$

### 2.1.2 Kimyasal Özellikler :

Elektrokimyasal Eşdeğer: 0.1344g/amp-hr, Elektronegativite (Pauling): 2.04  
 Füzyon Isısı: 50.2kJ/mol , İyonizasyon potansiyeli :  
 Birinci:8.298, İkinci:25.154, Üçüncü: 37.93, Valans elektron potansiyeli: 190(-eV)

### 2.1.3 Fiziksel özellikler

Atomik Kütlesi: 10.811, Kaynama Noktası: 4275K, 4002°C, 7236°F  
 Termal Genleşme Katsayısı: 0.0000083cm/cm/°C (0°C)  
 İletkenlik: Elektriksel:1.0E<sup>-12</sup>10<sup>6</sup>/cm, Termal: 0.274 W/cm.K, Yoğunluk: 2.34g/cc  
 Görünüş: Sarı-Kahverengi ametal kristal., Elastik Modülü: , Bulk: 320/GPa  
 Atomizasyon Entalpisi: 573.2 kJ/mole @ 25°C , Füzyon Entalpisi: 22.18 kJ/mole  
 Buharlaşma Entalpisi: 480 kJ/mole, Sertlik: Mohs:9.3, Vickers: 49000 MN m<sup>-2</sup>  
 Buharlaşma Isısı: 489.7kJ/mol, Ergime Noktası: 2573K 2300°C 4172°F  
 Molar Hacmi: 4.68 cm<sup>3</sup>/mole , Fiziksel Durumu: (20°C & 1atm): Katı  
 Spesifik Isısı: 1.02J/gK , Buhar Basıncı: 0.348Pa@2300°C

## 2.2 BOR ÜRÜNLERİ

Bor mineralleri ve bunlardan elde edilen ticari ürünleri tabii boratlar, rafine boratlar ve özel bor kimyasalları olmak üç grupta toplayabiliriz:

**Tabii Boratlar** doğada konsantre bor cevheri olarak bulunan ve adlandırılan boratlardır. **Rafine Boratlar (Refined Borates)** ise; tabii boratların rafinasyonu ya da kimyasal reaksiyonu ile elde edilen boratlardır. Son olarak **Özel Bor Kimyasalları (Speciality Boron Chemicals)** ise özel kimyasal işlemler sonucunda elde edilen saf bor ürünleridir. En çok bilinen bor minerellerinden olan Üleksit mineralinin kimyasal ve fiziksel özellikleri Tablo 2.1 de verilmiştir. Diğer bor minerellerin bir kısmını Tablo 2.2 de verildiği gibi sıralayabiliriz.

Tablo 2.1: Üleksit mineralinin kimyasal ve fiziksel özellikleri

Kimyasal Özellikler:(tipik)		
	(a)	(b)
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36-38 %	24- 27 %
SiO <sub>2</sub>	4 % max	13 % max.
CaO	19 % max	18-24 %
Na <sub>2</sub> O	3-7 %	2- 4 %
Fiziksel Özellikler		
Tane Boyutu	(a) 3-125 mm (konsantre)	
	(b) 0,2-3 mm (konsantre)	



Tablo 2.2: Bor mineralleri ve ürünleri

Tabii Boratlar (Natural Borates)	Rafine Boratlar (Refined Borates)	Özel Bor Kimyasalları (Speciality Boron Chemicals)
Kernit $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	boraks pentahidrat	Elemental Bor
Tinkal $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	boraks dekahidrat	Bor karbür
Üleksit $\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	susuz boraks	İnorganik Boratlar
Kolemanit $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	borik asit	Fluoroboratlar
Meyerhofferit $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	sodyum perborat	Borik asit esterleri
İnyoit $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 13\text{H}_2\text{O}$		Bor hidridler
Pandermit $\text{Ca}_4\text{B}_{10}\text{O}_{19} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$		Organobor bileşikleri
Borasit $\text{Mg}_3\text{B}_7\text{O}_{13}\text{Cl}$		Bor-Azot bileşikleri
Sassolit (doğal borik asit) $\text{B}(\text{OH})_3$		Sodyum borhidrür
		Çinko borat
		Bortriklorür
		Bortriflorür
		Trimetilborat
		Özel sodyum boratlar
		Trimetilborat
		Fluoborikasit

Bor Oksit'in elde edilmesi aşağıdaki şema ile açıklanabilir:

TINKAL, KERNIT, ULEKSIT, KOLEMANIT, ASHARIT veya DATOLIT cevheri

□

Asit ile Reaksiyon

□

Borik Asit

□

Ergitme, Kalsinasyon

□

$\text{B}_2\text{O}_3$

Bor Oksit'ten elde edilmiş Borik Asit' in ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) kimyasal ve fiziksel özellikleri ise Tablo 2.3 verilmiştir.

Tablo 2.3: Borik Asit' in ( $H_3BO_3$ ) kimyasal ve fiziksel özellikleri

Kimyasal Özellikler: (Tipik)		
	Normal Sülfat	Düşük Sülfat
Safılık	99.90% min	99.90% min
$B_2O_3$	56.25% min	56.25% min
$SO_4$	500 ppm max	130 ppm max
Fiziksel Özellikler		
Kristal		
Molekül Ağırlığı	61,83	61,83
Özgül Ağırlık	1,435 gr/cm <sup>3</sup>	1,435 gr/cm <sup>3</sup>
Yığın Yoğunluğu	0,8 gr/cm <sup>3</sup>	0,8 gr/cm <sup>3</sup>
Tane Boyutu	+1 mm 4%max	+1 mm 4%max
	-0,060 mm 4%	-0,060 mm 5%
Toz $H_3BO_3$		
Molekül Ağırlığı	61,81	
Özgül Ağırlık	1,435 gr/cm <sup>3</sup>	
Yığın Yoğunluğu	0,7 gr/cm <sup>3</sup>	
Tane Boyutu	+1 mm 0%	
	-0,060 mm 30% min	

### 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. Bor ve ürünlerinin kullanım alanlarını aşağıdaki gibi sıralanabilir:

**Cam Sanayi:** Borosilikat Camları, İzolasyon Cam Elyafı, Tekstil Cam Elyafı, Optik Lifler, Cam Seramikleri, Şişe ve Diğer Düz Camlar

**Seramik Sanayi:** Emaye, Sır,Sırça, Porselen Boyaları

**Nükleer Sanayi:** Reaktör Kontrol Çubukları, Nükleer Kazalarda Güvenlik Amaçlı ve Nükleer Atık Depolayıcı olarak, Uzay ve Havacılık Sanayi: Sürtünmeye-Aşınmaya ve Isıya Dayanıklı Malzemeler, Roket Yakıtı katkı malzemeleri

**Askeri & Zırhlı Araçlar:** Zırh Plakalar , kompozit malzemeler.

**Elektronik-Elektrik ve Bilgisayar Sanayinde:** Bilgisayarların Mikro chiplerinde, CD-Sürücülerinde, Bilgisayar Ağlarında; Isıya-Aşınmaya Dayanıklı Fiber Optik Kablolar, Yarı İletkenler, Vakum Tüpler, Dialetrik Malzemeler, Elektrik Kondansatörleri, Gecikmeli Sigortalar.

**İletişim Araçlarında:** Cep Telefonları, Modemler, Televizyonlar.

**İnşaat-Çimento Sektöründe:** Mukavemet Artırıcı ve İzolasyon Amaçlı olarak

**Metalurji:** Paslanmaz ve Alaşımli Çelik, Sürtünmeye-Aşınmaya Karşı Dayanıklı Malzemeler, Metalurjik Flaks, Refrakterler, Briket Malzemeleri, Lehimleme, Döküm Malzemelerinde Katkı Maddesi olarak, Kesiciler, Aşındırıcılar

**Enerji Sektörü:** Hidrojen taşıyıcı, Güneş Enerjisinin Depolanması, Güneş Pillerinde Koruyucu olarak,

**Otomobil Sanayi:** Hava Yastıklarında, Hidroliklerde, Plastik Aksamda, Yağlarda ve Metal Aksamalarda, Isı ve Ses Yalıtımı Sağlamak Amacıyla, Antifrizler

**Tekstil Sektörü:** Isıya Dayanıklı Kumaşlar, Yanmayı Geciktirici ve Önleyici Selülozik Malzemeler, İzolasyon Malzemeleri, Tekstil Boyaları Deri Renkİndiricileri, Suni İpek Parlatma Malzemeleri,

**İlaç ve Kozmetik Sanayi:** Dezenfekte Ediciler, Antiseptikler, Diş Macunları,

**Tıp:** Osteoporoz Tedavilerinde, Alerjik Hastalıklarda, Psikiyatride, Kemik Gelişiminde ve Artiritte, Menopoz Tedavisinde, Beyin Kanserlerinin Tedavisinde

**Kimya Sanayi:** Bazı Kimyasalların İndirgenmesi, Elektrolitik İşlemler, Flotasyon İlaçları, Banyo Çözeltileri, Katalistler, Atık Temizleme Amaçlı olarak, Petrol Boyaları, Yanmayan ve Erimeyen Boyalar, Tekstil Boyaları

**Temizleme ve Beyazlatma Sanayi:** Toz Deterjanlar, Toz Beyazlatıcılar, Parlaticılar

**Tarım Sektörü:** Gübreler, Böcek-Bitki Öldürücüler,

**Kağıt Sanayi:** Beyazlatıcı Olarak

**Koruyucu:** Ahşap Malzemeler ve Ağaçlarda Koruyucu olarak, Boya ve Vernik kurutucularında kullanılmaktadır.

Ayrıca İnorganik bor bileşiklerinden,

**Potasyum Pentaborat** paslanmaz çelik ve çeşitli demir dışı metallerin kaynak ve lehim işlemlerinde,

**Baryum Metaborat** korozyon önleyici,

**Amonyum Biborat** üreformaldehit reçinelerinde nötralizasyon amacı ile,

**Amonyum Pentaborat** elektrolitik kapasitörlerde elektrolit olarak,

**Magnezyum Diborür** süperiletken olarak,

**Kalsiyum Borat** antifriz bileşiklerinde, metalurjik fluxlarda ve porselen üretiminde,

**Bakır Borat** mantar oluşumunu önleyici olarak,

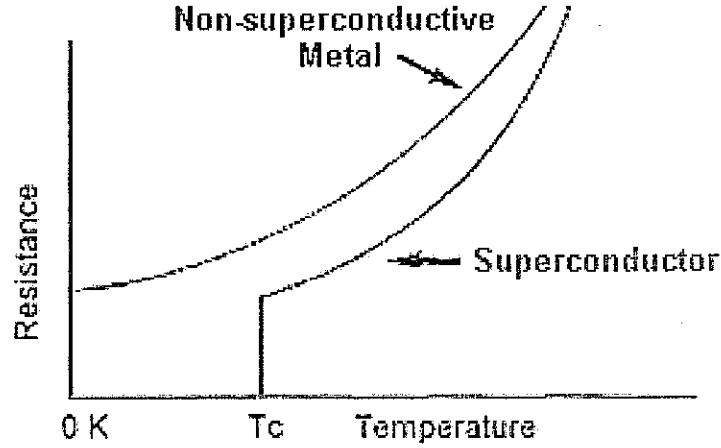
**Lityum Borat** cam ve seramik endüstrilerinde ve X-ray Spektroskopide flaks olarak,

kullanılmaktadır.

Özel bor ürünlerinin kullanıldığı alanlar; Sodyum borhidrür'ü yakıt pilleri, Nd-Fe-B mıknatısları ve Maglev teknolojisinden yararlanan hızlı trenler, Bor'un nötron tutucu özelliği ve BNCT gibi bazı yüksek teknoloji ürünleri sayılabilir. Ayrıca bu projenin konusu olan ve MRI cihazlarının manyetik bobinlerinde kullanılması düşünülen MgB2 üstüniletken tellerde en önemli kullanım alanlarından birisidir.

## 2.4 Üstüniletkenlik

1911 de Leiden'da Kammerlingh Onnes ilk defa Hg'nın 4.2 K de elektrik direncinin sıfıra gittiğini keşfetmiş ve üstüniletken olarak nitelemiştir. Daha sonra 1957 ye kadar bir çok malzemenin şekil 2.1 de olduğu gibi belli  $T_c$  sıcaklıklarda benzer davrandığı gözlenmesine rağmen yaklaşık 50 yıl bunun gerçek sebebi açıklanamamıştır. 1957 ' Bardeen, Cooper ve Schriffer BCS teorisi olarak adlandırılan bir teori ortaya atmış ve üstüniletkenliğin çoğu yönlerini açıklamıştır.



Şekil 2.1: Üstüniletkenlik kritik geçiş sıcaklığında direncin sıfıra yaklaşması

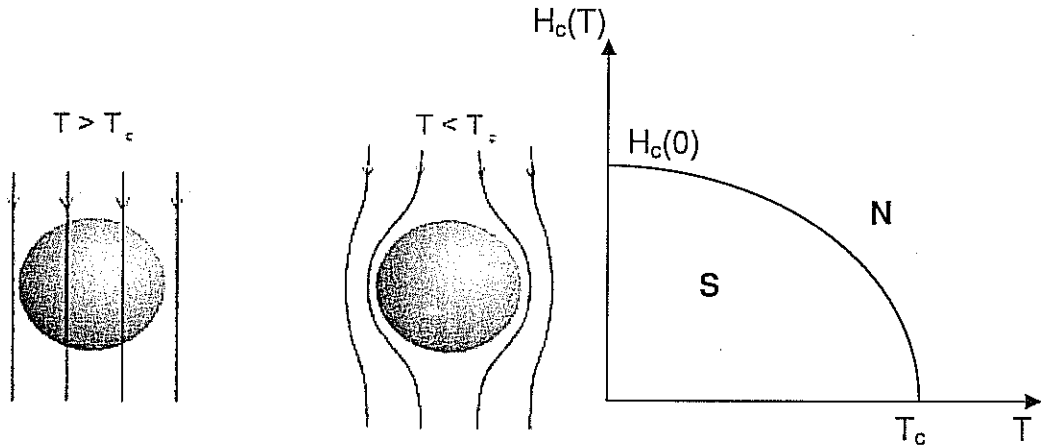
Normal metallerde serbest durumda bulunan iletkenlik elektronları kristal yapı içerisinde pozitif iyonların arasından elektrik alanı altında hareket ederken sürtünme ve çarpışma gibi bir çok olaylardan dolayı hareketi kısıtlanarak bir direnç oluşmaktadır. Bir elektron bir iyonun yanından geçerken onu 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 oluşturmaktadır. Bu ise dolaylı olarak iki elektronun birbirini çekmesi gibi düşünülebilir. Bu şekilde çiftlenmiş elektronlara Cooper çifti denir ki üstüniletkenliğin kurulmasında çok önemli rol oynarlar.

Üstüniletken malzemeler diyamanyetik malzemelerdir. Yani dışarıdan uygulanan malzemeleri hiç bir zaman içeriye almaz ve geri yansıtırlar ki bu olaya Meissner olayı denir ve ilk defa 1933 de keşfedilmiştir. Bu ise teknolojik bir çok önemli uygulamaları temel teşkil etmektedir. Eğer belirli bir  $H_c$  manyetik alanın üzerinde manyetik alan uygulanırsa üstüniletkenlik bozularak normal bir metal haline gelmektedir. Bu kritik manyetik alanın sıcaklığa bağlılığı şekil 2.2 de verilmektedir. Meissner olayını aşağıdaki formül ile ifade edilmektedir.

$$H_c(T) = H_c(0) [1 - (T/T_c)^2]$$

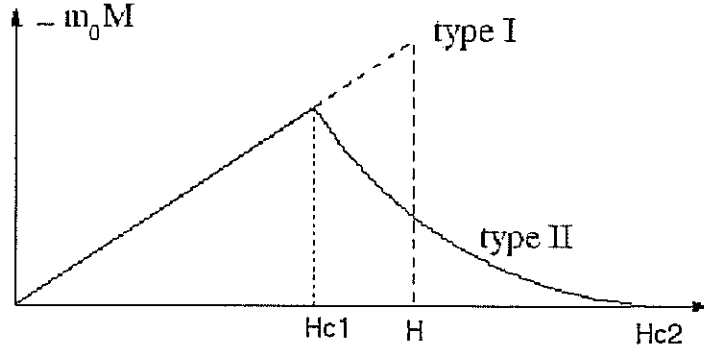
Burada  $H_c(0)$  OK de üstüniletkenliği bozmak için gerekli manyetik alandır.  $T_c$  ise normal durumdan üstüniletkenlik durumuna geçiş sıcaklığıdır.



Şekil 2.2. Meissner olayı ve  $H_c$  kritik manyetik alanının sıcaklığa bağlı değişimi.

Manyetik alan uygulanmış bir üstüniletkenden 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. Malesef çoğu üstüniletken malzemelerde  $I_c$  belirli bir kritik akım değerine kadar manyetik akımın geçişine izin veren bir çok yapı kusurları vardır. Genellikle kritik akım yerine kritik akım yoğunluğu uygulama için çok önemli bir parametredir. Tip 1 ve Tip II olmak üzere iki çeşit üstüniletken bulunmaktadır. Bunlardan Al, Hg, Sn gibi saf metalik malzemeler de, Tip I üstüniletkenlerde  $H < H_c$   $H_c$  kritik alanının altında Meissner olayından dolayı manyetik alan tamamen perdelenmiştir. Alaşım şeklinde olan Nb tabanlı üstüniletkenlerde ve yüksek sıcaklık

üstüniletkenlerde olduğu gibi Tip II üstüniletkenlerde akı çizgileri iki farklı manyetik alan farklı davranmaktadır. Şekil 2.3 de görüldüğü gibi  $H_{c1}$  kritik alana kadar perdeleme artarken  $H_{c2}$  ye kadar perdeleme azalarak tamamen kalmaktadır. Bu olaya vortex pinning denmektedir.



Şekil 2.3 Tip I ve Tip II üstüniletkenlerde manyetik perdeleme

BCS teorisi konvansiyonel üstüniletkenlerde çok başarılı olmuş ve iki iletkenlik eletronun bir birlerini kuantum mekaniksel olarak çekmesine dayanmaktadır.

Buna göre

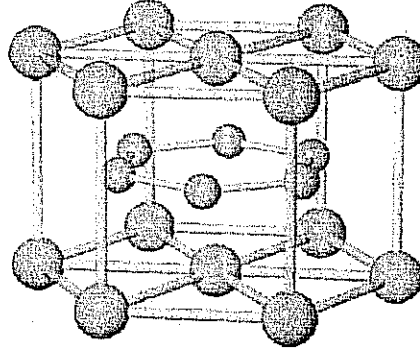
- 1 . İki elektron arasındaki çekici potansiyel Fermi düzeyinden bir yasak enerji aralığı farkı ile ayrılmış bir temel durum oluşmasına sebep olmaktadır.
- 2 . Elektron-kristal yapı-elektron etkileşmesi bu yasak enerji aralığını oluşturmaktadır. 3 . BCS teorisi manyetik sızma derinliğini ve kohorent uzunluğunu ve böylece Meissner olayını açıklayabilmektedir.
- 4 . Bir üstüniletken yüzükte oluşan manyetik akının  $2e$  yüküne bağlı olarak kuantumlandığını ispatlayarak elektronların Cooper çiftleri şeklinde bulunduğunu göstermektedir.

## 2.5 ÜSTÜNİLETKEN $MgB_2$ '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 üstüniletkenlerinden daha düşük kritik sıcaklığına sahip olmasına karşın günümüzde teknolojiye kullanılmakta olan  $Nb_3Ge$  gibi malzemelerden 2 kat daha yüksek kritik sıcaklığına sahip olmakla birlikte endüstride kullanıma en yakın üstüniletkenlerden birisidir.  $MgB_2$  basit hekzagonal  $AlB_2$  tipi yapıya sahiptir. Sıkı paketli altıgen şeklindeki Mg atomları

arasına yine hekzagonal yapıya sahip olan B atomları yerleşmiştir. Örgü sabitleri a ve b nin değerleri Mg ve B atomlarının başlangıç düzenine göre değişmektedir.

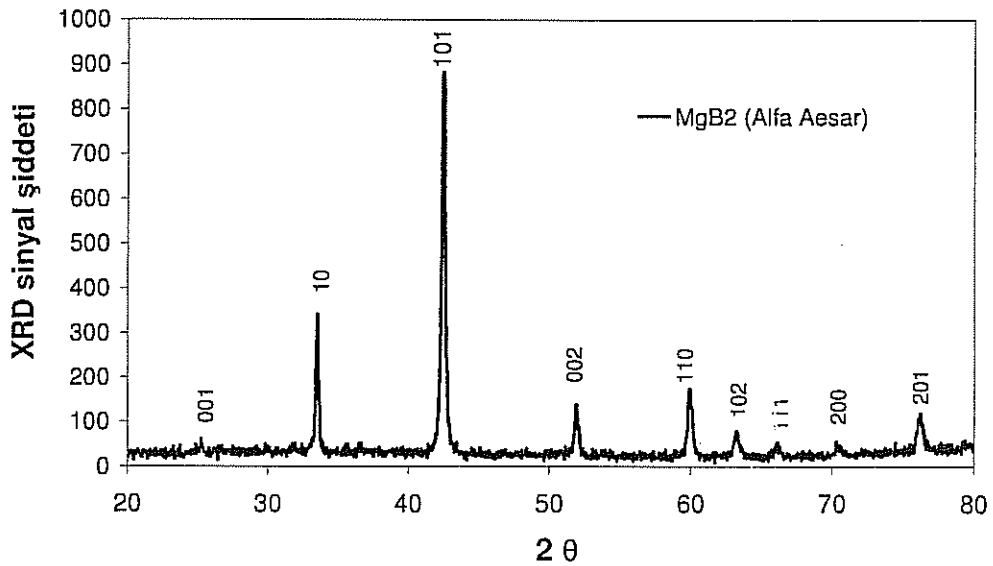


Şekil 2.4  $MgB_2$  ün kristal yapısı

Tablo 2.4. Üstüniletken  $MgB_2$  'nin özellikleri

Parametre	değeri
Kritik geçiş sıcaklığı	$T_c = 40K$
Örgü parametreleri	$a = 0.3086 \text{ nm}$ $b = 0.3524 \text{ nm}$
coherent uzunluğu	$\xi = 5.2 \text{ nm}$

Şekil 2.5'de Alfa Aesar' dan alınan ve bu projede kullanılan  $MgB_2$  tozuna ait XRD grafiğini göstermektedir.



Şekil 2.5: Alfa Aesar dan alınan ve bu projede kullanılan  $MgB_2$  tozuna ait XRD grafiği

Uygulamalar için saf  $MgB_2$  zayıf mekanik özelliklere sahip olması araştırmaları  $MgB_2$  'ün dövülebilirliğini ve yumuşaklığını arttırmak üzere yönelmiştir.  $MgB_2$  'ün bu özelliklerini arttırabilmek için metal kılıflar kullanılarak ve kompozit malzemeler üreterek tel ve teyp haline getirilebilir

$MgB_2$  ün keşfinden itibaren (2001), üstüniletkenlik özellikleri üzerine pek çok kapsamlı araştırma yapılmıştır.  $MgB_2$  ün kritik sıcaklığının 30 K' in çok üstünde olması endüstride kullanılan ve 20K civarı kritik sıcaklığa sahip süperiletkenlerin yerine geçecek potansiyele sahip olduğunu gösterir. 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  $MgB_2$  in kritik akım yoğunluğu tel, type, bulk ve ince film örneklerde farklı magnetik alanlar oluşturur. 4.2K ve 20 K ölçüm sıcaklıklarında ve 2T, 6T, ve 8T gibi farklı magnetik alan altında oluşan kritik akım yoğunlukları tablo 2.5 de özetlenmiştir.

Tablo 2.5 Magnetik alan ile değişen kritik akım yoğunlukları

Ölçme Sıcaklık : 4.2 K				
Type	Sheath Material / Substrate	$J_c$ at 8 T (A/cm <sup>2</sup> )	$J_c$ at 6 T (A/cm <sup>2</sup> )	$J_c$ at 2 T (A/cm <sup>2</sup> )
TEL	Ta, Cu			$2.10^4$
	Cu		$10^4$	$6.10^4$
	SS		$2.10^4$	$10^5$
	Fe		$2.10^4$	$10^5$
FILM	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$5.10^4$	$10^5$	$2.10^6$
	SrTiO <sub>3</sub>	$1.6.10^5$	$2.7.10^5$	$8.10^5$
	YSZ	$10^5$	$2.10^5$	$2.10^5$
BULK	-	$10^5$	$6.10^2$	$10^4$
Ölçme Sıcaklık : 20 K				
	Sheath material / Substrate	$J_c$ at 4 T (A/cm <sup>2</sup> )	$J_c$ at 2 T (A/cm <sup>2</sup> )	$J_c$ at 0 T (A/cm <sup>2</sup> )
TEL	Fe	$2.10^3$	$5.10^4$	$5.10^5$
	Ta			$2.10^5$
	SS		$10^5$	
FILM	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		$4.10^4$	$2.10^6$
	SrTiO <sub>3</sub>		$1.7.10^5$	$2.10^6$
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			$7.10^6$
BULK		$5.10^3$	$3.10^4$	$7.10^5$
		$10^3$	$7.10^3$	$8.10^4$



Giriş kısmında bahsedildiği gibi, halen teknolojiye kullanılmakta olan  $NbTi$  ve  $Nb_3Sn$  nin kritik akım yoğunlukları sıcaklık 4.2 K iken magnetik alan uygulanmadığında ve 8 Teslada sırası ile  $10^7 A/cm^2$ ,  $8.10^4 A/cm^2$  ve  $10^7 A/cm^2$ ,  $10^5 A/cm^2$  dir. Tablo 2.5 den tel ve bulk  $MgB_2$  örneklerin kritik akım yoğunluklarına baktığımızda; 4.2K deki süperiletken değerlerden daha düşük olduğu görülmektedir. Birçok grup  $MgB_2$  ün kimyası ve stokiometrik değişimi üzerinde çalışmaktadır. Li, Na, Ca, Ag, Cu, Al, Zn, Zr, Ti, Mn, Fe, Co ve C gibi değişik elementler eklendiğinde ya da kılıf olarak kullanıldığında kritik akım yoğunluğunun magnetik alana bağlılığı 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. Zhao çalışmasında [Zhao 2002]  $MgB_2$  e Ti ve Zr katkısı yapıldığında kritik akım yoğunluğunda bir artış olduğunu rapor etmiştir ve bu artış  $MgB_2$  ün tanecik sınırlarındaki nano boyuttaki kusurlardan oluştuğu şeklinde açıklanmıştır.  $MgB_2$  ikinci tip bir süperiletken olduğundan dolayı süperiletken içinde daha fazla girdap durumu yaratılması  $MgB_2$  ün kritik akım yoğunluğunu artırır. Ti eklenmesi durumunda; Ti  $MgB_2$  içinde bir atomik yer işgal etmez,  $MgB_2$  ün tanecik sınırında nano boyutta  $TiB_2$  fazı oluşturur ve girdap durumu gibi davranır. Böylece kritik akım yoğunluğunu artırır.  $MgB_2$  nün süperiletken özellikleri üzerinde bir artışa sahip katkı maddelerinin listesi özete tablo 2.6 da verilmiştir..

Tablo 2.6 : 20 K de katkı maddesinin  $MgB_2$  nin  $J_c$  değerlerine etkisi

20 K			
Additive	$J_c$ at 4T ( $A/cm^2$ )	$J_c$ at 2T ( $A/cm^2$ )	$J_c$ at 0T ( $A/cm^2$ )
	$2.10^3$	$3.10^4$	$5.10^5$
Ti	$10^4$	$10^5$	$10^6$
$Y_2O_3$	$5.10^3$	$8.10^4$	$3.5.10^5$
SiC	$3.10^4$	$2.10^5$	$6.10^5$

Jung [7] tarafından, normal halde reaksiyona girmemiş Mg un etkileri ve  $MgB_2$  ün süperiletkenlik özellikleri çalışılmıştır.  $MgB_2$  ün kritik akım yoğunluğunun ve kritik magnetik alanının reaksiyona girmemiş Mg ile arttığı bulunmuştur.

Kritik akım yoğunluğunun yanı sıra süperiletkenlerin kritik alanları (üst kritik alan ve tersinmez alan) uygulamalar üzerinde önemli parametrelerdir.  $MgB_2$  ün üst kritik alanı katmanlı yapısından dolayı az da olsa anizotropiktir. Tek kristal üzerinde üst magnetik alanın son zamanlarda yapılan ölçümleri üst magnetik alanın c eksenine paralel ve sıfır kelvinde 3-4 Tesla kadar küçük olduğunu göstermiştir. Bunun yanı sıra ab düzlemine paralel magnetik alan değeri sıfır kelvinde 15-20 Tesladır. Sonuç olarak anizotropi (ab düzleminin c düzlemine) yaklaşık olarak 4 tür.

## 2.6 $MgB_2$ ÖRNEKLERİN HAZIRLANIŞI

### 2.6.1 $MgB_2$ 'ün Sentezlenmesi

$MgB_2$ , Mg ve B atomları arasındaki katı hal reaksiyonları ile elde edilir. Belirli oranlarda karıştırılan Mg ve B ( $Mg + 2B \rightarrow MgB_2$ ) argon gazı geçişi sırasında  $900^\circ C$  de 2 saat tavllanır.

$MgB_2$  üretimi sırasında kaliteyi ve maliyeti etkileyen bir çok faktör vardır. Bunlardan biri başlangıçta kullanılan Mg ve B elementlerinin kaliteleridir. Diğer bir faktör ise  $MgB_2$  ün oluşması için tepkimeye sokulan Mg ve B hangi oranlarda karıştıktır. Hinks  $MgB_2$  katılaştırma sırasında Mg ve B un farklı stokiometrik katsayıların etkisi üzerine çalışmıştır [Hinks, 2000]. Bu çalışmada Hinks aşırı ve yetersiz Mg miktarlarını ( $Mg_xB_2$ )  $0,5 \geq x \geq 1,3$  şeklinde formülize etmiştir. Benzer bir çalışma Ribeiro tarafından yapılmıştır ve yetersiz Mg miktarının  $MgB_4$  fazının oluşmasına sebep olduğunu rapor etmiştir [Ribeiro, 2002] Hinks ve Ribeiro'nun çalışmalarında maksimum geçiş sıcaklığını  $Mg_xB_2$  için  $x=1$  olduğu zaman gözlemiştir.

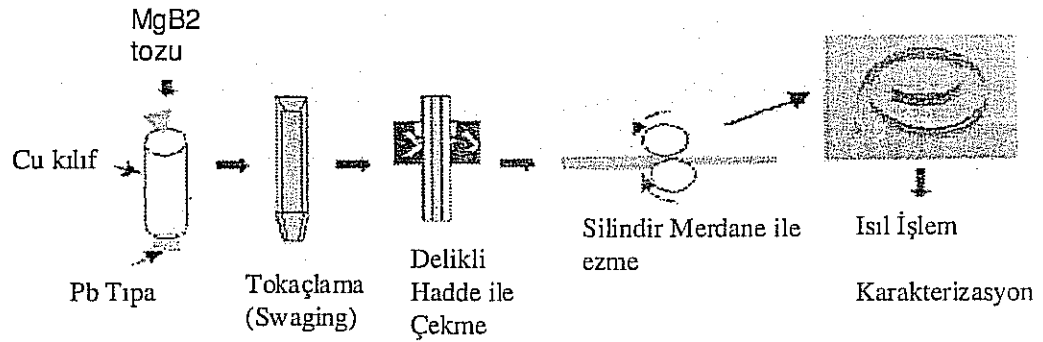
$MgB_2$  kırılma dayanıklılığı çok düşük olan bir malzemedir. Bu yüzden de yoğun hacimli  $MgB_2$  örnekler elde etmek güçtür.  $MgB_2$  nün teorik özkütlesi  $2,62 \text{ g/cm}^3$  tür. Yoğun hacimli  $MgB_2$  örnekler hazırlamanın bir çok yolu vardır. Bunlarda biri 'kızgın basma' tekniği uygulayarak yüksek özkütleli  $MgB_2$  örnekler hazırlanmıştır [Serquis, 2003]. Bu çalışmada elde edilen  $MgB_2$  örneklerinin özkütleleri  $2,3-2,62 \text{ g/cm}^3$  arasında değişiyor. Bu değerler teorik değere oldukça yakın değerlerdir.

$MgB_2$  tek başına hacimli örnekler üretmek için uygun olmadığından tel gibi malzemeler üretmek için bazı tekniklere ihtiyaç duyulmaktadır. Kırılma tozlarında tel

üretmek için kullanılan en yaygın yöntem tüp içinde toz methodudur. Tüp içinde toz methodundan farklı olarak bir başka method ise metal matris kompozit metodu vardır. Bu iki method hakkında aşağıda bilgi verilecektir.

## 2.6.2 Tüp İçinde Toz Metodu

Tüp içinde toz methodu kırılğan 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 teypler üretmek için tek yöntemdir. Bu metod ile kırılğan süperiletken tozlar yumuşak metal tüp içine doldurulur. Daha sonra Şekil X de görüldüğü gibi yivli bir silindir merdane ezilerek veya delikli hadde ile çapı küçültülerek boyu uzatılır.



Şekil 2.6 : Tüp içinde toz metodu ile tel veya teyp üretimi

TIT metodu ile ısıl 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.

Süperiletken tellerin üretimi sırasında metal kılıf ile süperiletken faz arasında doğabilecek reaksiyon önemlidir. Bu yüzden TIT metodu ile  $MgB_2$ / metal kompozit tellerin üretimi sırasında paslanmaz çelik ve Cu-Ni [Kamakura 2002], Ag ve Cu [Glowacki 2001], ve Fe [Soltanian 2001, Feng 2003] değişik metal kılıflar kullanılabilir.  $900^{\circ}C$  de tavlmasına rağmen  $MgB_2$  ün hala  $1,42 \cdot 10^5 A/cm^{-2}$  ( $4.2K$ ) gibi yüksek kritik akım yoğunluğu göstermesi Fe' in en iyi kılıflardan birisi yapmıştır [Feng 2003].

$MgB_2$  içindeki az miktardaki MgO girdap merkezleri gibi davranarak tellerin kritik akım yoğunluğunun artmasına sebep olmaktadır. Yukarıda da bahsedilen tel ve teyp hazırlama

yönteminde ex-situ reaksiyon tekniđi uygulanmıřtır. PIT metodu in-situ reaksiyon tekniđi uygulanarakta yapılabilir. Bu teknikte Mg ve B tozları bir metal kılıf iine doldurulduktan sonra  $MgB_2$  oluřma sıcaklıđı olan  $750-900\text{ }^{\circ}C$  arasında in-situ reaksiyon tekniđini kullanarak ve Ti gibi farklı elementler ekleyerek esas girdap merkezi olan MgO dan farklı yeni girdap merkezleri oluřturulabilir.

Tüp iinde toz ynteminde in-situ reaksiyon ve ex-situ reaksiyon olmak üzere iki farklı metod kullanılır.

### 2.6.3 In-situ Reaksiyon Tekniđi

İn-situ reaksiyon ynteminde reaksiyona girmemiř Mg and B tozları bir tp iine doldurulduktan sonra  $950^{\circ}C$  civarında bir ısıl iřlem sonunda  $MgB_2$  elde edilir. However, deformation and solid-liquid diffusion processes can be observed in this method. Cu kılıflı tellerde Cu-Mg alařımını engellemek iin daha dřk fırınlama sıcaklıđı ve kılıf ile ekirdek arasına etkileřmeyen Ta [Fu, 2002], veya Fe [Horvat, 2002] metalik bir tampon tercih edilir.

### 2.6.4 Ex-situ Reaksiyon Tekniđi

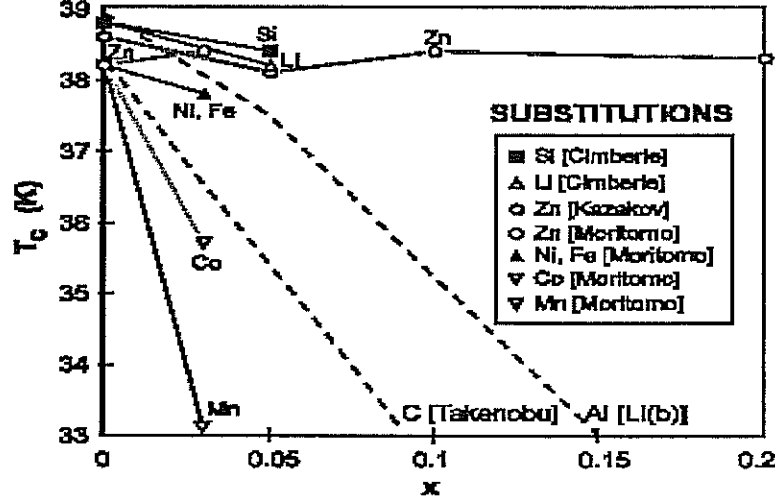
Ex-situ reaksiyon ynteminde is hazır  $MgB_2$  tozu uygun bir metal tp ierisine doldurularak hadde ile ekme veya silindir merdane ile ezme yntemiyle tel haline getirilir. Bu projede genel olarak bu yntem uygulanmıřtır.

Ex-situ reaksiyon tekniđi kk ve homojen mikro yapılar iin uygun bir tekniktir. Bu teknik katkılamaya karřı ok hassastır ve bazı katkılar iin 1% 'lik bir oran dahai stniletkenliđi bozabilir. Oysa in-situ tekniđi katkılama ve kılıf eřidine izin veren bir tekniktir.

### 2.6.5 Katkılama Etkisi

Kullanılan toz paracıklarının byklđ (grain) aralarındaki bađlantı aısından ok nemlidir. Grainler arasındaki zayıp bađlantı manyetik akının hareketini engelleyerek malzemenin ısınmasını sađlamaktadır. Bu ise stniletkenliđi kt ynde etkileyen bir faktrdr. Grainler arasındaki bađlantıyı ve iletkenliđi artırmak iin metalik katkılar ođu zaman ok etkilidir. Literatrde titanium [Zhao 2002; Fu 2002], aluminium [Xiang, 2002], Li, Si, Be, Zn, Nb, Fe, Co ve Ni olmak üzere bir ok malzeme katkı olarak stniletken mazlemelere belli oranlarda karıřtırılarak kompozit tablet veya kompozit tel olarak reterek

karakterize etmişlerdir. Şekil 2.7 de Literatürde kullanılan katkı malzemelerinin  $T_c$  kritik geçiş sıcaklığına ekisi verilmektedir. Buna göre Zn, Si ve Li çok fazla etkili olamazken Mn, Al ve C çok önemli oranda ekilemektedir.



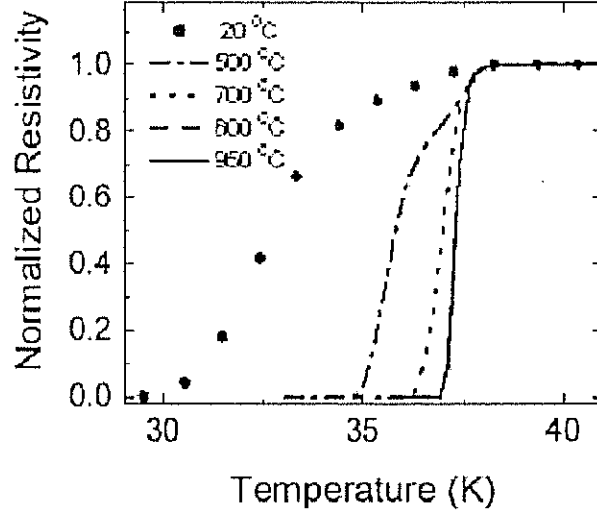
Şekil 2.7 : Literatürde kullanılan katkı malzemelerinin  $T_c$  kritik geçiş sıcaklığına ekisi

Bu proje kapsamında Mg, Ti ve C katkıları kullanılmıştır. Mg çok yumuşak bir metal olduğu için kırılabilir halindeki  $MgB_2$  parçacıklarının birbirine birleştirilmesi ve iletkenliğin artırılması ve malzemenin elastikiyetinin artırılmasında önemli rol oynamaktadır. Titanyum atomu B atomunun hacimsel özelliklerine yakın olduğu için, ayrıca  $MgB_2$  gibi hexagonal bir yapıda olduğundan literatürde süperiletken  $MgB_2$  kompozitlerin elektrik özelliklerini artırdığı vurgulanmıştır [Fu, 2003]. Bunun üzerinde Bakır kılıflı Ti katkılı kompozit süperiletken  $MgB_2$  tellerle ilgili çalışmamızda Mg yerine 0% ile %20 arasında Ti katkısında kullanılmıştır. C ise %5 civarında kullanıldığında üstüniletkenlik  $T_c$  geçiş sıcaklığını 5 C kadar düşürmekte ancak  $H_c$  kritik manyetik alanı 35 T ya kadar artırdığı literatürde bildirilmiştir [Ribeiro 2003]. Oysa NbSn tipi alaşımlar ancak 30 T ya kadar dayanabilmektedir

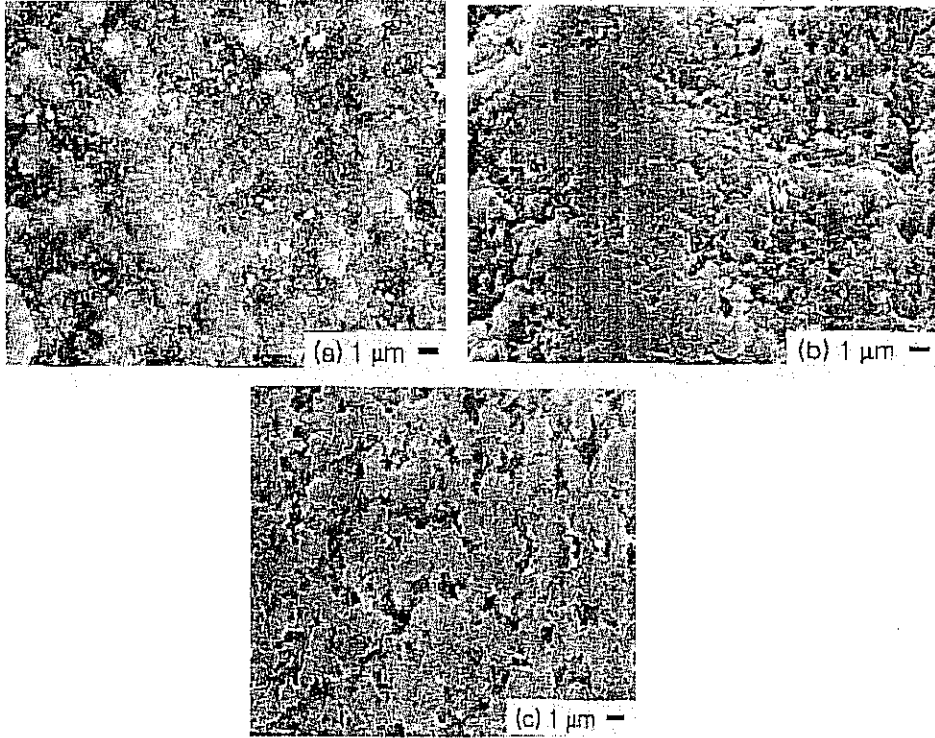
## 2.6.6 Tavlama Sıcaklığının Etkisi

Tavlamanın parçacıklar arasındaki bağlantıların artırılmasında önemli bir rolü vardır. Porositeliyi azaltıp 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 2.8 de görülebilir [Jung 2001]. Buna göre tavlama sıcaklığı arttıkça  $T_c$  kritik geçiş sıcaklığı giderek artmaktadır. Ayrıca Şekil 2.9 da verilen SEM görüntüsünde olduğu gibi tavlama sıcaklığı arttıkça gözeneklerin giderek kapandığı görülmektedir.



Şekil 2.8 : Tavlama sıcaklığının  $MgB_2$  nin üstüniletken öz dirençe etkisi



Şekil 2.9: 3 GPa altında ısıtılmış  $MgB_2$  SEM fotoğrafları: Isıtma sıcaklıkları: a) 20 °C, b) 500 °C, and c) 950 °C.

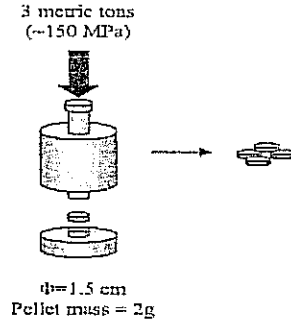
### 3. GEREÇ VE YÖNTEM

#### 3.1 BORİK ASİT' TEN ELEMENTAL BOR ÜRETİMİ

Bu proje kapsamında borik asitten ( $H_3BO_3$ ) saf elemental bor elde etme aşamasında katıhal reaksiyon yöntemi (KIRK-OTHEMER, 1967) uygulanmıştır. Bu yöntemde, öncelikle borik asit  $400\text{ }^\circ\text{C}$  de 2 saat ısıtılmak suretiyle suyu alınarak bor oksit haline dönüştürülmüş ve elde edilen bor oksit mekanik olarak iyice öğütülerek tanecik boyutu küçültülmüştür.



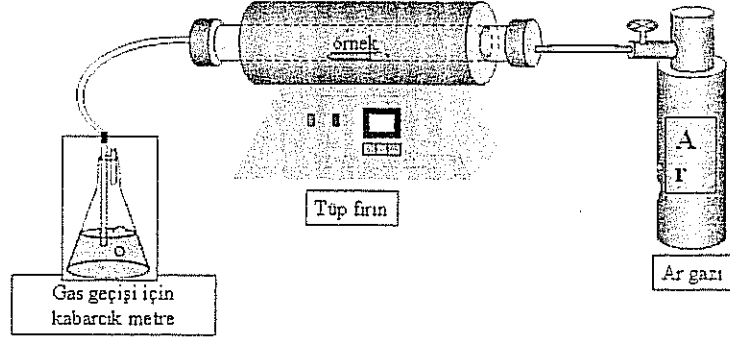
Daha sonra Mg ile yarım saat Agat havanda homojen bir yapı oluşana kadar karıştırılmıştır. Bu karışım Şekil 3.1.1 de verildiği gibi 150 MPa altında 1 cm çapında 2g lık pelletlar haline getirilerek  $800\text{ }^\circ\text{C}$  de 1 saat Şekil 3.1.2 de görülen argon gazı geçen bir tüp fırında kimyasal tepkimeye sokulmuştur.



Şekil 3.1.1: Kalıpla pres yöntemi ile pellet elde edilmesi



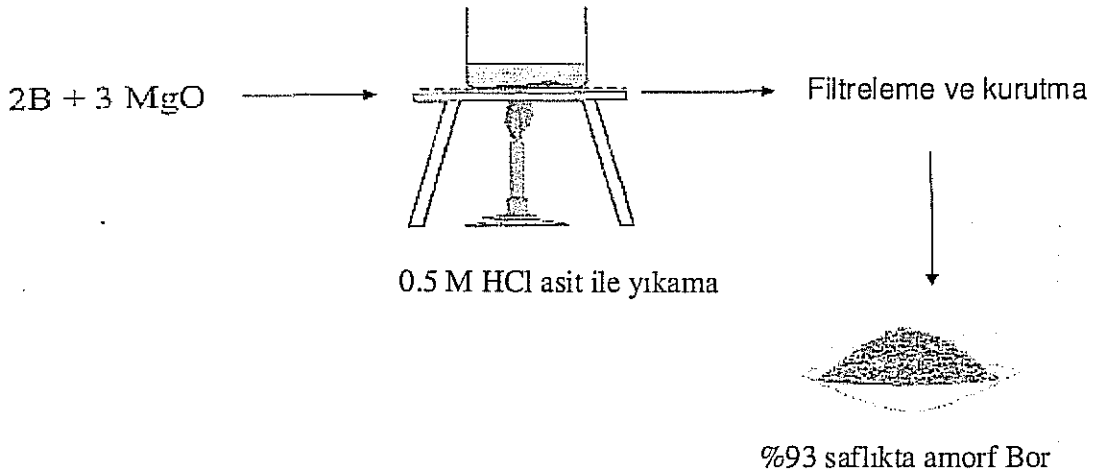
Bu tepkime sonucunda MgO ve amorf B tozları elde edilmiştir. Mg un buhar basıncı çok yüksek olduğu için çok hızlı reaksiyona girdiğinden  $600\text{ }^\circ\text{C}$  civarında yarım saat bekletilerek  $800\text{ }^\circ\text{C}$  e ulaşılmış ve bir saat tavlantısıdır. 2 pellettan fazla konulduğunda ise ani reaksiyondan dolayı patlama meydana gelmiştir. Bu çalışmada hem yukarıda bahsedilen yöntemle elde edilen  $B_2O_3$  hem de Marmara Araştırma Merkezinde su üzerinde yüzdürme tekniği ile üretilen  $B_2O_3$  kullanılmıştır. Fakat herhangi bir fark gözlenmemiştir. Elde edilen  $B_2O_3$  saflığı Eti Bor tarafından tayin edilmiş olup, % 98.5 dir. Dolayısıyla  $MgB_2$  üstüniletkeninin elde edilmesi için kullanılan elementer borun üretilmesi sırasında Eti Bor'dan temin edilen %98.5 saflıktaki  $B_2O_3$  ile Alfa Aesardan %99.99 saflıkta Mg kullanılmıştır.



Şekil 3.1.2: Tüp fırın düzeneği

Elde edilen karışım haldeki tozlar Şekil 3.1.3 de gösterildiği gibi 0.5 molar derişik HCl asit çözeltisi ile kaynatılarak 100 °C civarında karışımın MgO uzaklaştırılması sağlanmıştır.

Bu aşama ne kadar tekrar edilirse MgO 'in amorf yapıdaki saf Boron'dan uzaklaştırılarak saflığının artırılması da aynı oranda artmaktadır. Şu ana kadar bu yöntemle 11 tekrar sonunda %93 civarında saflığa ulaşılmıştır. Saflık XRD ve EDX ölçümleri ile belirlenmiş ve burada oluşan safsızlığın MgO değil de Mg olduğunu ortaya çıkmıştır.



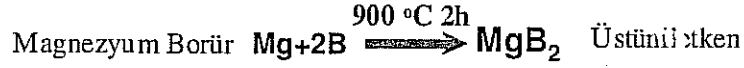
Şekil 3.1.3: MgO in uzaklaştırılarak saf bor üretimi

Bu tekniği geliştirmek ve daha saf elemental amorf bor elde etmek için elde edilen boron + Mg ürünü, Mg'un buharlaşma sıcaklığı olan 600 C 'in üzerinde belirli bir süre ısıtılması ile fazla Mg un giderilmesi mümkündür.

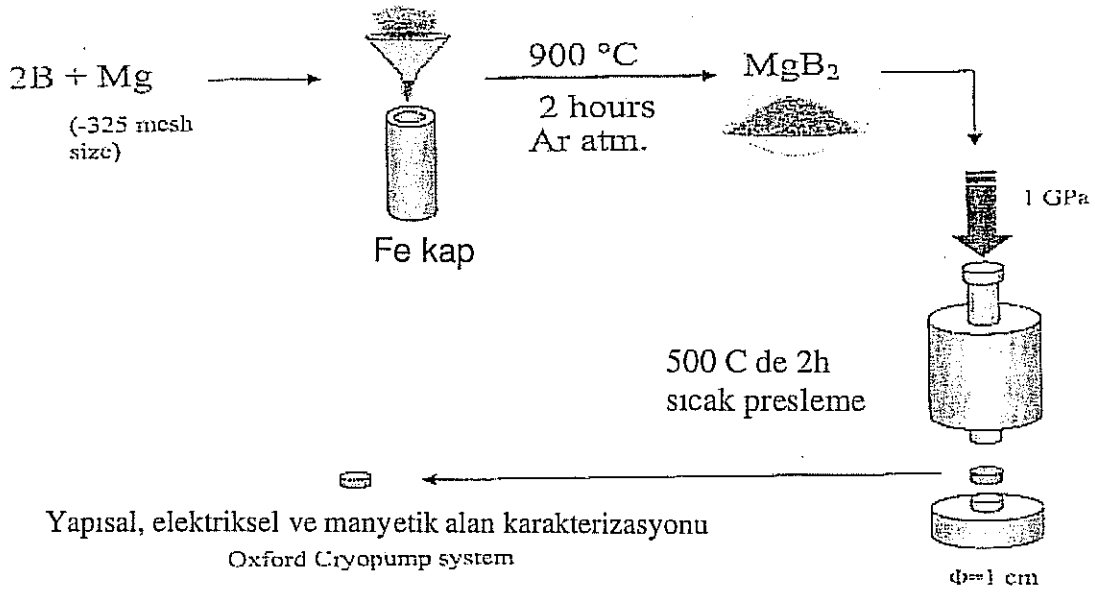


### 3.2 MgB<sub>2</sub> SENTEZLENMESİ

Öncelikle MgB<sub>2</sub> elde etme aşamasında yukarıda bahsedilen yöntemle üretilen elemental B ve Mg uygun kimyasal oranlarda karıştırıldıktan sonra Fe bir silindirik kap içine doldurularak Ar gazı geçişi sırasında 900<sup>o</sup> C de 2 saat katihal reaksiyonuna maruz kalır. Bu reaksiyon sonunda son ürün olarak MgB<sub>2</sub> elde edilmiştir.



Yapısal ve elektriksel karakterizasyon yapabilmek için oluşan MgB<sub>2</sub> tozları metal bir silindir kalıp içinde 500<sup>o</sup> C de 2 saat sıcak presleme yapılarak 1GPa lık basınç altında 1 cm çapında peletler elde edilmiştir.

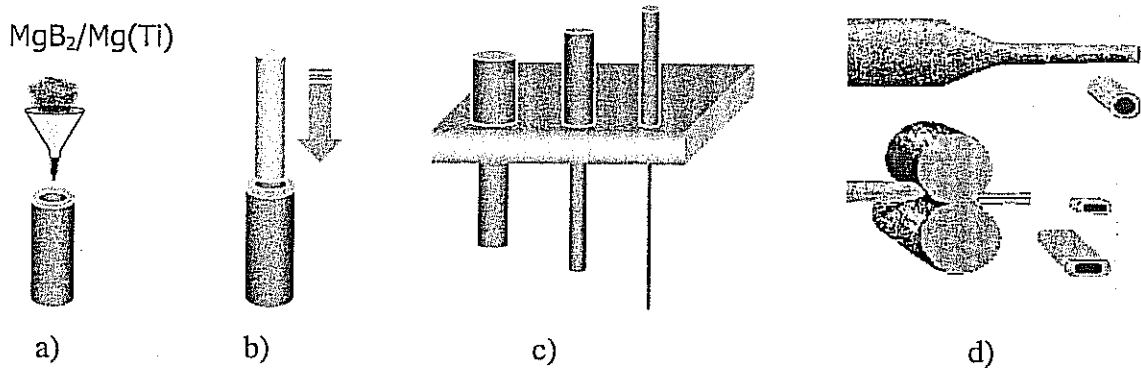


Şekil 3.2.1: Üstüniletken MgB<sub>2</sub> nin sentezlenmesi

Bu aşamada XRD ve EDX ölçümleri yapılarak elde edilen sonuçlar satın alınmış olan ticari ürün olan %99.98 saflıktaki MgB<sub>2</sub> (Alfa Aesar) ile karşılaştırılmıştır.

### 3.3 TÜP İÇİNDE TOZ YÖNTEMİYLE Cu KILIFLI METAL KATKILI $MgB_2$ TELLERİN ÜRETİMİ

Bu çalışmada, tanecik büyüklüğü 31-44 mikron ve %98.5 saflıkta Alfa Aesar'dan alınan  $MgB_2$  tozlarıyla ve yine Alfa Aesar'dan satın alınan %99.99 saflıkta -325 mesh büyüklüğünde Mg, Ti ve aktif C tozu katkı olarak kullanılmıştır. Katkılamadaki amaç, üstüniletken tellerin performansını artırmak için tanecikler arasındaki bağlantıyı sağlamak, gözenekliliği azaltmak ve daha homojen katkıli  $MgB_2$  kompozitleri teller üretmektir. 2 gramlık  $MgB_2$  tozu içerisine ağırlıkça %0, %5, %10, %15 ve %20 oranlarında bahsedilen metal tozlarından karıştırılarak Şekil 3.3.1de verildiği gibi Tüp içinde toz metodu (TIT) ex-situ reaksiyon tekniği uygulanmıştır.



Şekil 3.3.1: Tüp içinde toz metodu (ex-situ reaksiyon tekniği)

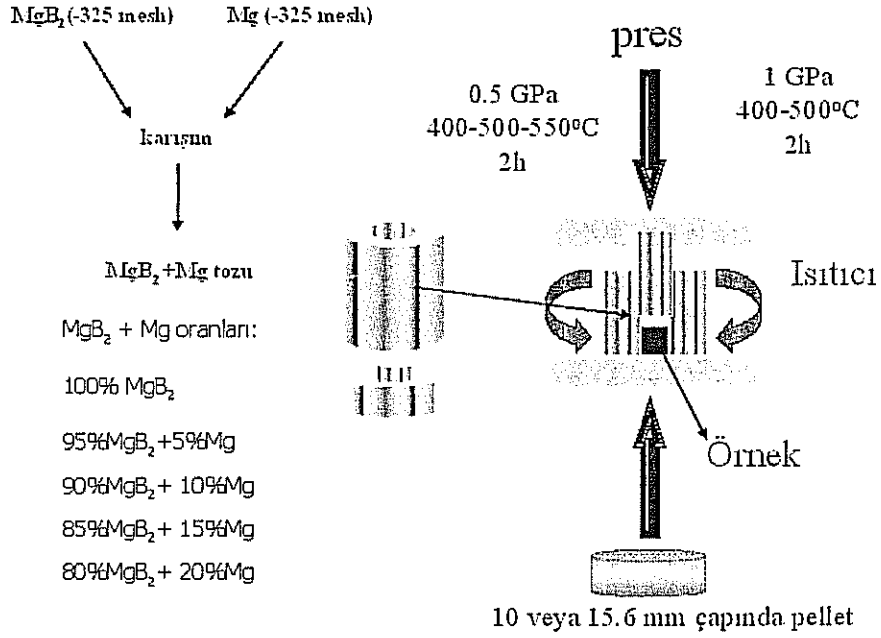
$MgB_2$  ve Ti (veya Mg/C) tozları agat havanda uzun süre karıştırıldıktan sonra dış çapı 5 mm, iç çapı 4 mm ve boyu 10 cm olan bakır kılıf içine homojen olarak doldurulmuştur. Cu tüp doldurulduktan sonra Cu kılıflı kompozit  $MgB_2$  tel üretimi iki aşamada gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada tellerin çapı 3 mm ye düşene kadar %5 adımlarla delikli hadde ile çekilmiş daha sonra kesit alanı 1 mm<sup>2</sup> olana kadar yine %5 adımlarla yivli merdane ile ezilerek uzatılmıştır. Sonuçta merdanedeki yiv şekline göre kare veya silindir şeklinde başlangıçta 10 cm alınan dolu tüp yaklaşık 2 m uzunluğunda tel haline getirilmiştir. Elde edilen teller 400, 600, 700 ve 800<sup>0</sup>C de uzun süreli tavlamalarda 1 saat, kısa süreli tavlamalarda ise 4 dakika argon gazı ortamında tavlansmıştır. Bu adımlardan sonra 25 tane farklı örnek hazırlanmış ve her bir örnekten 1.5 cm'lik parçalar kesilerek gerekli mikroyapısal özellikleri X-ışını kırınımı (XRD) (Philips Expert Plus Cu-K<sub>α</sub> modu), Taramalı Elektron

Mikroskopu (SEM - Philips XL 30S Feg ) ve Enerji yayımlı X-ışını Analizi ( EDX – EDAX Co.) yöntemiyle incelenirken üstüniletkenlik özellikleri; özdirençin sıcaklığa bağlılığını tesbit etmek için He gazıyla 300 K ile 20 K arasında çalışabilen kapalı devre Oxford model cryopump sistemi kullanılmıştır. AC manyetik alan alınganlık ölçümleri ise doğal endüktans bobinine sahip, kapalı devre soğutma sistemiyle çalışabilen Lake Share 7130-model düşük AC manyetik alınganlık ölçüm sistemi ile yapılmıştır.

### 3.4 Mg KATKILI METAL MATRİS $MgB_2$ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ

Tüp içinde toz metoduna alternatif olarak diğeri bir metod ise metal matris kompozit metotudur (MMK). MMK süperiletken  $MgB_2$  faz ile yumuşak metalik faz arasında oluşan küçük ölçekli ve izotropik karışımdan oluşur.  $MgB_2$ /Mg kompozit pelletler üretmek için ticari  $MgB_2$  tozu (Alfa Aesar) ile Mg tozu (-270 mesh ve 99.9% saflıkta) homojen bir şekilde karıştırıldıktan sonra Şekil 3.4.1de görüldüğü gibi tek eksenli olarak 0.5 GPa ve 1 GPa basınç altında metalik bir kalıp ile 400 ve 500 °C de bekletilmiştir.  $MgB_2$  nin ve Mg 'un ergime sıcaklıkları sırası ile 950 °C ve 654 °C civarındadır. Dolayısıyla  $MgB_2$  ile Mg arasında herhangi bir reaksiyon beklenmemektedir. Basma sırasında basınç ve sıcaklık iki saat boyunca sabit tutulmuş ve daha sonra kendiliğinden oda sıcaklığına ulaşması beklenmiştir. Mg 'un katkı ağırlık oranları %0, %5, %10, %15, ve 20% olarak seçilmiş ve her bir pellet için aynı işlemler tekrarlanmıştır.

Elde edilen pelletlerin kalınlığı yaklaşık 0.9 mm ve çapı ise 5.6 mm olarak ölçülmüştür. Mikroyapısal karakterizasyon aynı şekilde XRD, SEM ve EDX sistemleri ile yapılmıştır.  $15.6 \times 3.0 \times 0.9 \text{ mm}^3$  lük dikdörtgen şeklinde örnekler hazırlanarak üzerinde gümüş boya ile kontaklar atılmış ve özdirenç ölçümü yine Oxford kryopompa sistemi ile düşük sıcaklıklarda ölçülmüştür.



Şekil 3.4.1: Metal matris kompozit malzeme hazırlama metodu

### 3.5 C KATKILI MgB<sub>2</sub> PELLETLERİN HAZIRLANIŞI

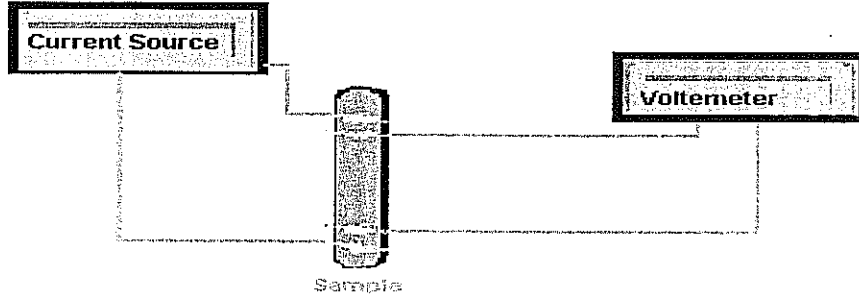
MgB<sub>2</sub>/C kompozitlerin üretiminde Alfa Aeaser'dan alınan MgB<sub>2</sub> tozu ve C tozu kullanılmıştır. Kütlece %0, %1, %2 ve %3 C katkıli örnekler benzer şekilde hazırlanarak MgB<sub>2</sub> ve C tozları homojen bir şekilde karıştırıldıktan sonra tek eksenli olarak 1 GPa lık basınç altında metalik bir kalıp içinde sıkıştırılmak suretiyle pelletler elde edilmiştir. Üretilen peletlerin kalınlığı 1.1mm ve yarıçapı 10 mm ölçülmüştür. Hazırlanan peletlerin elektriksel ve mikroyapısal olarak karakterize edilerek AC manyetik alınganlık ölçümleri yapılmıştır.

### 3.6 ELEKTRİK ve MANYETİK ALAN ÖLÇÜMLERİ

Süperiletken bir malzemenin normal durumda süperiletken duruma geçtiği kritik sıcaklıkta mükemmel bir diamagnet gibi davranırken elektriksel direnci sıfır olur. Bu çalışmada kritik geçiş sıcaklığını ve kritik akım değerini belirlemek için direnç-sıcaklık ve magnetik alınganlık ölçümleri kullanılmıştır.

### 3.6.1 Dört Noktadan Özdirenç Ölçümü

Kritik sıcaklığın belirlenmesinde en çok kullanılan metot dört noktadan ölçüm metodudur. Bu metotta bakır kılıflı teller dört noktadan kontak almak için lehimlenmiştir.



Şekil 3.6.1: Dört Noktadan Özdirenç Ölçümü

Şekil 3.6.1 de gösterilen 4 noktadan ikisi (1 ve 4 ile gösterilerilen) akım kaynağına bağlı iken diğer ikisi (2 ve 3 ile gösterilen) voltmetreye bağlanmıştır. Bu metotta dışarıdaki iki telden akım uygulanırken, içerideki iki telden voltaj değeri okunarak içerideki kontaklar sadece örneğin üzerindeki voltajı okuduğu için kontaklardan ileri gelen direnç ölçümlerini etkilemesi engellenmiş olmaktadır. Uygulanan akım ve okunan voltaj değeri sayesinde ohm yasası uygulanarak direnç belirlenmiştir. Örnek ve kryopompa'nın en soğuk yüzeyi arasındaki ısı iletkenliğini sağlamak için vakum gres yağı kullanılmıştır. Örnekler dört nokta metodu ile hazırlandıktan sonra direnç-sıcaklık ölçümleri bilgisayar kontrollü Oxford 20K soğutma sistemi ile yapılmıştır. Soğutma sistemi sayesinde oda sıcaklığından 20K'e kadar dirençteki değişim değerleri bilgisayara kaydedilmiştir.

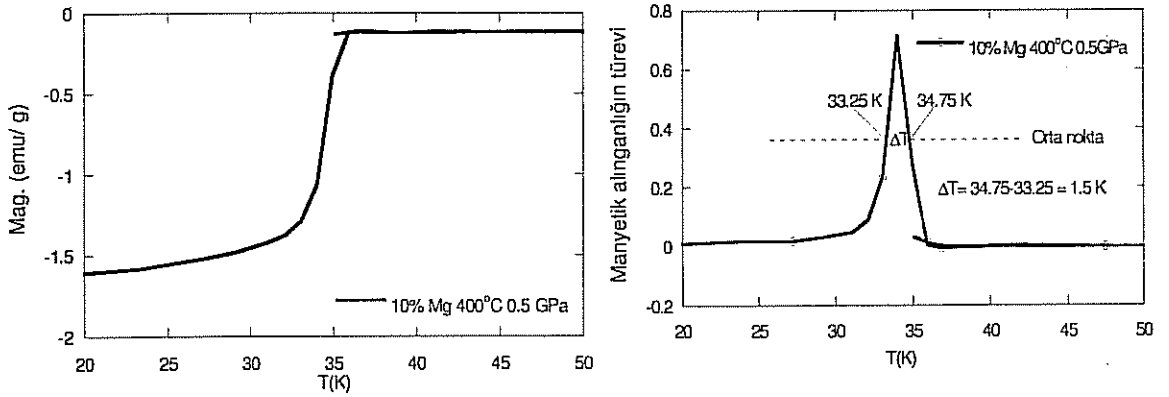
Özdirenç ölçümlerinde akım göndermek için Keithley 220 akım kaynağı ve uçlardaki voltajı ölçmek için ise Keithley 2000 dijital multimetre kullanılmıştır. Kryopompa sisteminin soğutmak için ise yine kapalı devre su kaynağı, ve sıcaklığı kontrol etmek için ise IEEE standartları ile çalışan ITC 502 bilgisayar kontrollü sıcaklık kontrol ünitesi kullanılmıştır. GPIB bağlantılı olarak deneyle eş zamanlı olarak verilerin elde edilmesi için Objectbench yazılmış akım voltaj okuma programı hazırlanmış ve deneylerde kullanılmıştır. Her bir örnek için 20 mA, 50 mA ve 100 mA lik akımlar gönderilerek bunlara karşılık gelen sıcaklık ve voltaj değerleri kaydedilerek özdirenç grafikleri çizilmiştir.



Geçiş sırasında başlangıç sıcaklığı  $T_1$ 'e karşılık gelen sıcaklık alınırken bitiş sıcaklığı ise  $T_2$ 'a karşılık gelen sıcaklık olarak tesbit edilir. Geçişin keskinliği ise bu iki sıcaklık arasındaki değerin ne kadar küçük olduğuna bağlı olarak değişmektedir.

### 3.6.2 Manyetik Alan Ölçümü

Şekil 3.6.4 de  $400\text{ }^\circ\text{C}$  de ve  $0.5\text{ GPa}$  basılmış  $\%10\text{ Mg}$  katkılı  $\text{MgB}_2$  kompozit malzemeye ait manyetik alanın sıcaklıkla değişimi ve türevi verilmektedir. Üstüniletkenlik başladığı andan itibaren diamagnet olan  $\text{MgB}_2$  kompozit malzeme uygulanan manyetik alanı içeriden dışarı atmaya başlamaktadır. Meissner olayı olarak bilinen bu durum sayesinde  $T_c$  kritik geçiş sıcaklığını tahmin etmek mümkündür. Manyetik alanın türevi alındığında ise geçiş daha net bir şekilde normal dağılıma benzer bir pik göstermektedir.



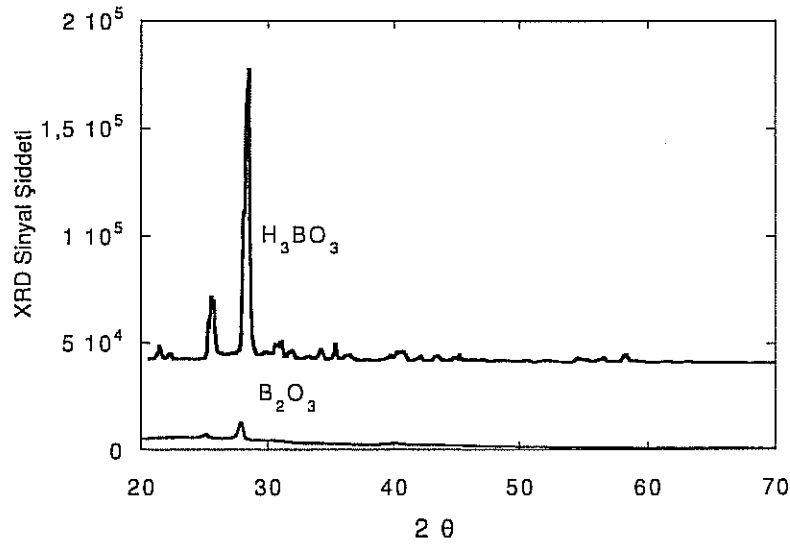
Şekil 3.6.4:  $400\text{ }^\circ\text{C}$  de ve  $0.5\text{ GPa}$  basılmış  $\%10\text{ Mg}$  katkılı  $\text{MgB}_2$  kompozit malzemeye ait manyetik alanın sıcaklıkla değişimi.

## 4 BULGULAR VE TARTIŞMA

Projenin 1. yılında gerekli makina teçizat alınarak borik asitten saf Bor elde edilmesiyle ilgili çalışmalara başlanmış ve 2. ve 3. yılında ise saflaştırma ile ilgili çalışmalar devam ederken Alfa Aesar'dan satın alınan  $MgB_2$  ile Cu kılıflı teller üretilerek karakterizasyonları yapılmaya çalışılmıştır. Bu bölümde proje kapsamında yapılan çalışmalardan elde edilen XRD, SEM, EDX, DC direnç ölçümü ve AC manyetik alınganlık  $\chi$  sonuçları tartışılacaktır.

### 4.1 BORİK ASİTTEN SAF BOR ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Öncelikle borik asit,  $H_3BO_3$  400 °C de 2 saat ısıtılmak suretiyle suyu alınarak amorf boroksit  $B_2O_3$  haline dönüştürülmüş ve elde edilen boroksit mekanik olarak iyice öğütülerek tanecik boyutu küçültülerek önceki ve sonraki ürünün XRD grafikleri alınmıştır. Şekil 4.1.1 de görüldüğü gibi borik asit pikleri bor oksite dönüştükten sonra neredeyse tamamen kaybolarak amorf boroksite dönüşmüştür.

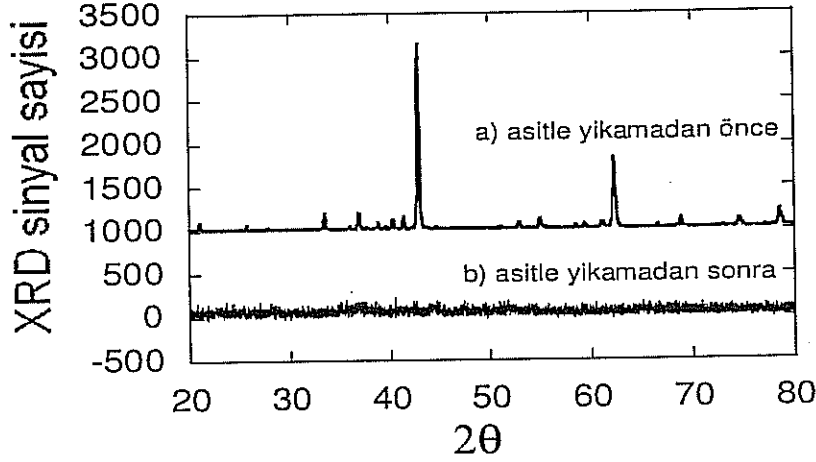


Şekil 4.1.1: Borik asit ve boroksit'in XRD grafikleri

Daha sonra  $B_2O_3$  ile Mg katıhal reaksiyonuna sokulması sonucunda Boroksit'in oksijeni Mg' a geçerek MgO oluştururken geride amorf yapıya sahip elemental bor kalmıştır. Bu işlem sonunda elde edilen malzeme asitle defalarca yıkanmıştır. Şekil 4.1.2'de oluşan tortunun, (a) asitle yıkamadan önce ve (b) asitle yıkamadan sonra elde edilmiş X-ışını



kırınım (XRD) analiz grafikleri görülmektedir. Asitle yıkamadan önceki grafikte oldukça yoğun şekilde görülen MgO kristal piklerinin asitle yıkamadan sonra, yalnızca amorf B'u gösteren gürültü şeklinde bir sinyale dönüştüğü görülmektedir. Bu durum asitle yıkamadan sonra tortudaki MgO'nun ve elemental B dışındaki diğer fazların yok olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.1.2 a) asitle yıkamadan önce b) asitle yıkamadan sonra

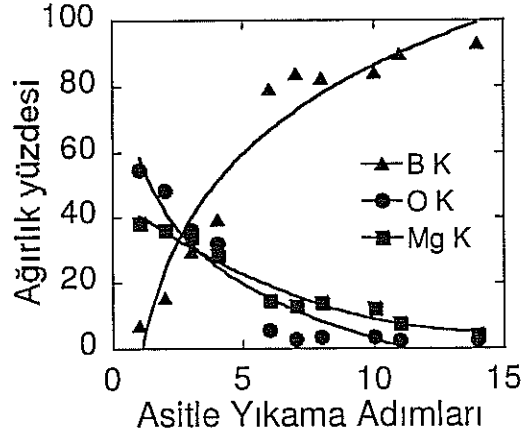
Üretilen amorf tozun içerisindeki B miktarını ve saflığını belirlenmesi amacıyla elde edilen tozlar üzerinde EDX analizleri yapılarak belirlenmiştir. Tablo 4.1.1'de elde edilen tortunun asitle yıkamadan önce ve asitle yıkamadan sonraki EDX analiz değerleri görülmektedir. Bu sonuçlara göre asitle yıkamadan önce görülmekte olan B dışındaki bileşenlerin, asitle yıkamayla yüksek miktarda giderildiği gözlenmiştir.

Tablo 4.1.1:  $B_2O_3+Mg$  800°C katıhal reaksiyonu sonucu elde edilen tortunun asitle yıkamadan önceki ve sonraki kimyasal kompozisyonları

Asitle Yıkamadan Önce		Asitle Yıkamadan Sonra	
Element	Ağırlık Yüzdesi	Element	Ağırlık Yüzdesi
B K	6.97	B K	93.05
O K	54.47	O K	2.57
MgK	38.56	MgK	4.38

Üretilen Bor tozun EDX analizlerine göre %93 saflıkta olduğu ve %7 civarında Mg safsızlığı içerdiği görülmektedir. Bu çalışmada üstüniletken  $MgB_2$ 'ün üretilen amorf elementer B tozuyla yüksek saflıkta Mg tozunun katıhal reaksiyonuna sokularak elde edilmesi planlandığından amorf B'un %7 miktarında Mg safsızlığına sahip olması önemli bir faktör

değildir. Borun içerdiği %7 Mg safsızlığı,  $MgB_2$  elde edilmesinde kullanılan katıhal reaksiyonundaki Mg miktarının %7 oranında azaltılması suretiyle giderilmiştir.



Şekil 4.1.3: Elde edilen Borun saflığının asitle yıkama sayısı ile değişimi

Ayrıca asitle yıkamadan sonra elde edilen B'un saflığı yıkama sayısına göre incelenmiş olup Şekil 4.1.3'de verilmiştir. Bu grafiğe göre asitle yıkama sayısını artırmanın B saflığı üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür. Asitle yıkamadan önce, %6.97 olan B miktarının ilk asitle yıkamadan sonra %16 ya, 6. asitle yıkamadan sonra %80'nin üzerine çıktığı görülmektedir. Ek olarak 13. asitle yıkamadan sonra %93 saflıkta elemental amorf B elde edilmiştir.

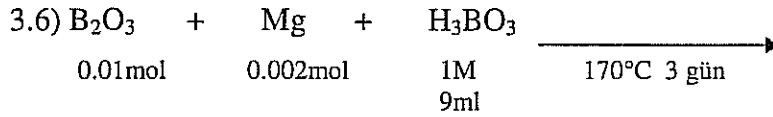
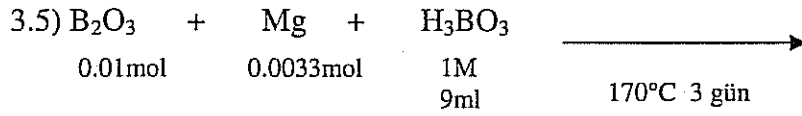
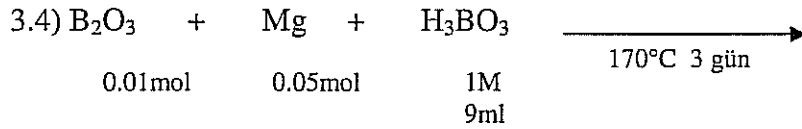
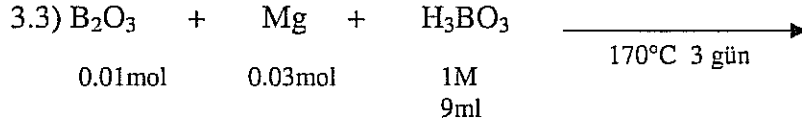
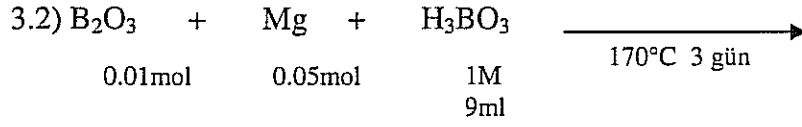
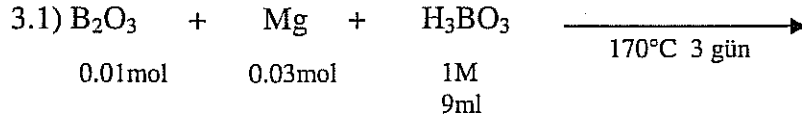
Endüstriye yönelik, üretimi artırmak için kullandığımız fırına deneme amaçlı bir pellet yerine 5 pellet koyarak Bor oksitten Mg ile etkileşme sonucunda B elde edilmesi amaçlanmıştır. Fakat bu denemede ortaya çıkan Mg buhar basıncının  $600^{\circ}C$  civarında aniden artmasından dolayı patlama olmuş ve fırınımız zarar görmüştür. Bu patlamadan sonra bu yönteme ara verilmiş ve yeni yöntem arayışına başlanmıştır.

Tüm bunların yanısıra danışmanın tavsiyesi doğrultusunda daha ekonomik yeni B üretimi ile ilgili araştırmalarımıza farklı bir yöntemle devam etmek için projenin araştırmacılarından Kimya bölümünde Yard. Doc. Dr. Mehtap Emirdağ'ın katıhal kimyası laboratuvarında "Hidrotermal sentez yöntemini" uygulanmıştır. Bu metotta bomba olarak ifade edilen haznelere farklı mol oranlarında giriş maddeleri ve çözümler konularak  $170^{\circ}C$  lik fırında 1 gün bekletilmiş ve ardından süzülerek ürünler incelenmiştir. Reaksiyon sonucunda beyaz toz maddeler ve çok düşük verimde siyah tanecikler elde edilmiş ve SEM cihazıyla ürünlerin analizi yapılmıştır. İlk denenen reaksiyonlarda Mg kaynağı olarak Mg ve

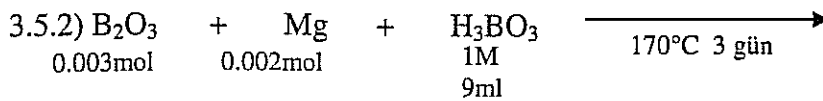
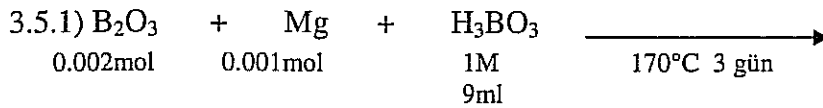
MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve B kaynağı olarak H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> ve B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kullanılmıştır. En fazla verim 3. reaksiyondan elde edildiği için daha sonraki çalışmalarda 3. reaksiyonun bazı parametreleri değiştirilerek yeni reaksiyonlar denenmiştir. Aşağıda denenmiş olan reaksiyonları sıralanmaktadır:

- 1) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + Mg  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 1M 0.033mol 170°C 1 gün  
 10ml H<sub>2</sub>O 9ml
- 2) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + Mg + HCl  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 1M 0.033mol 170°C 1 gün  
 9ml 2 damla H<sub>2</sub>O 9ml
- 3) B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Mg + H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 0.01mol 0.01mol 1M 170°C 1 gün  
 9ml H<sub>2</sub>O 9ml
- 4) B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Mg + HCl  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 0.01mol 0.01mol 2 damla 170°C 1 gün
- 5) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Mg  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 1M 0.01mol 0.01mol 170°C 1 gün  
 9ml H<sub>2</sub>O 9ml
- 6) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Mg + HCl  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 1M 0.01mol 0.01mol 2 damla 170°C 1 gün  
 9ml
- 7) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + MgCl<sub>2</sub> . 6H<sub>2</sub>O  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 1M 0.005mol 170°C 1 gün  
 9ml
- 8) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + MgCl<sub>2</sub> . 6H<sub>2</sub>O + HCl  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 5M 0.005mol 2 damla 170°C 1 gün  
 9ml
- 9) B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + MgCl<sub>2</sub> . 6H<sub>2</sub>O  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 0.0025mol 0.0025mol 170°C 1 gün  
 H<sub>2</sub>O 9ml
- 10) B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + MgCl<sub>2</sub> . 6H<sub>2</sub>O + HCl  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 0.0025mol 0.0025mol 2 damla 170°C 1 gün  
 H<sub>2</sub>O 9ml
- 11) B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Mg  $\xrightarrow{\hspace{10em}}$   
 0.01mol 0.01mol 170°C 1 gün  
 H<sub>2</sub>O 9ml

Burada belirtilen reaksiyonlardan 3 nolu olan (B ve MgB<sub>2</sub> ün renginin metalik gri ve/veya siyah olduğu düşünülerek ve bu reaksiyonda bu tür taneciklere rastlandığı için) parametreleri değiştirilerek aşağıdaki şekilde tekrarlanmıştır:



Burada denenmiş 6 reaksiyondan (3.1 – 3.6 reaksiyonları) elde edilen siyah ve beyaz tanecikler EDX analizine tabi tutulmuştur ve analiz sonucunda bol miktarda MgO 'e rastlanmış olup, bu örneklerden en çok B oranına sahip olan 3.5 nolu reaksiyon farklı oranlarda yinelenmiş (3.5.1, 3.5.2 reaksiyonları) fakat yine MgO miktarı yüksek ürünler elde edilmiştir.



Bu denemeler sonucunda elde edilen EDX sonuçları Tablo 4.1.2 de verilmiştir.

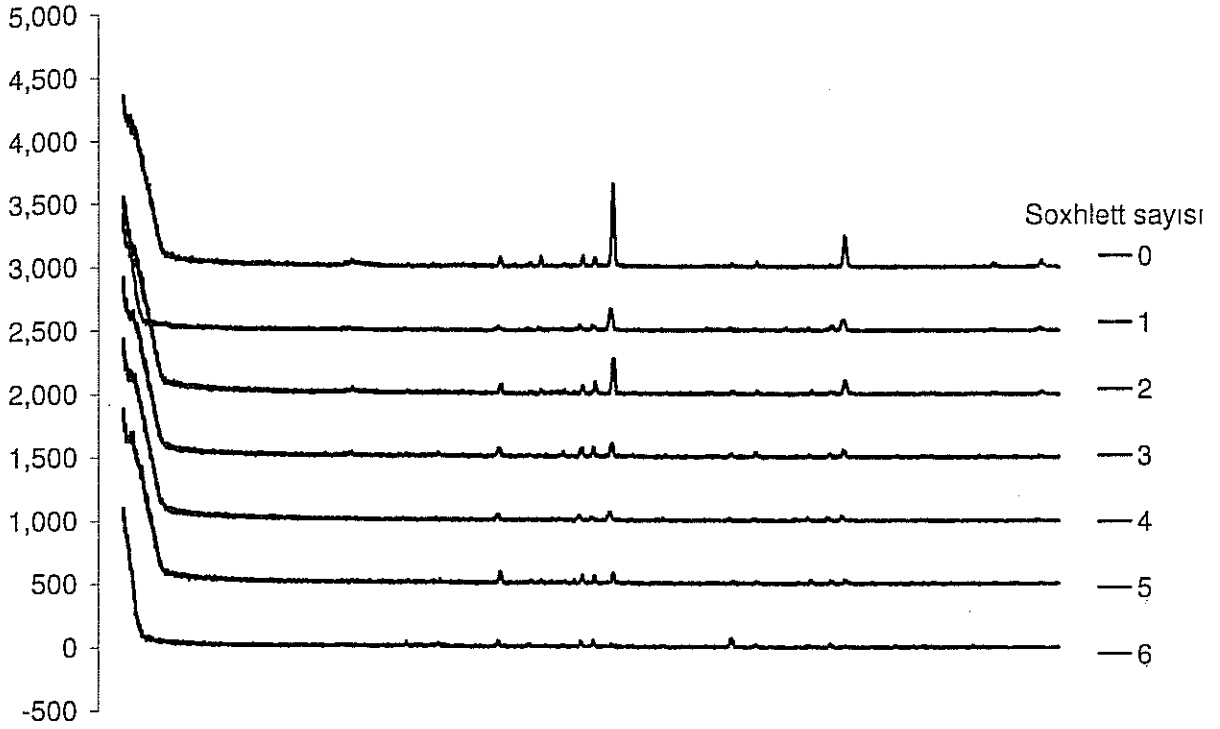
Tablo 4.1.2: Hidrotermal yöntemle elde edilen ürünlerin EDX sonuçları

		Siyah Tanecikler		Beyaz Tanecikler	
		1. tanecik	2. tanecik	1. tanecik	2. tanecik
		Ağırlık Yüzdesi	Ağırlık Yüzdesi	Ağırlık Yüzdesi	Ağırlık Yüzdesi
3.5.1	B K	0.00	0.00	0.00	0.00
	O K	60.13	63.12	65.81	65.12
	MgK	39.87	36.88	34.19	34.88
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.00	0.00	0.00	0.00
	MgO	100.00	100.00	100.00	100.00
3.5.2	B K	0.00	0.00	0.00	0.00
	O K	62.75	64.65	61.69	63.01
	MgK	37.25	35.35	38.31	36.99
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.00	0.00	0.00	0.00
	MgO	100.00	100.00	100.00	100.00

Yapılan tüm denemelerde EDX sonuçlarına göre elde ettiğimiz ürünlerin MgB<sub>2</sub> ya da elemental B değil de MgO olduğu gözlemlendi. Analiz sonuçlarından emin olmak için EDX analizi XRD analizi ile desteklemek istendi. Fakat toz XRD için yeterli miktarda örnek elde edilemedi. Elde edilen ürünün azlığı nedeniyle EDX sonuçlarının doğruluğu tartışılabilir; çünkü ürünler siyah renkte olmasına rağmen MgO sonucunu vermektedir. Bilinen MgO bileşiği beyaz renktedir. Yukarıda anlatılan tüm bu reaksiyonların sonucunda çalışmakta olduğumuz hidrotermal ortamın Bor veya MgB<sub>2</sub> sentezi için uygun bir ortam olmadığı kanısına varılmıştır. Çünkü başlangıç maddesi olarak kullanılan Mg metali su ile temas eder etmez MgO veya Mg(OH)<sub>2</sub>'e dönüşüyor. Bu maddeler çok kararlı oldukları için kullanılan 170 derecelik sıcaklık bu maddelerin MgB<sub>2</sub> vermeleri için yeterli gelmiyor olabilir. Bu metot genellikle iyi sonuç vermesine karşın kullanılan giriş maddelerinin su ile verdikleri hızlı reaksiyonlar sebebiyle iyi sonuç alınamamıştır.

Aynı yöntemle ileride yapılacak denemelerde su yerine başka çözümler kullanılarak benzer reaksiyonlar yapılabilir. Kimya laboratuvarında MgB<sub>2</sub> ya da elemental B eldesi amacıyla yeni sentez reaksiyonları geliştirilmeye çalışılıyor. Sonraki çalışmalarda Mg ve B kaynağı değiştirilerek ve farklı sıcaklık, reaksiyon süresi ve çözümler kullanılarak tasarlanan reaksiyonlarla amaca ulaşılması hedefleniyor. Ayrıca kimya bölümü ile ilgili ortaklaşa yürütmeye başladığımız Soxhlett cihazıyla B' un saflaştırılmasını amaçladığımız çalışmamız devam etmektedir. İlk sonuçlar çok ümit verici gözükmektedir. Şekil 4.1.4'de 6 defa yapılan

Soxhlett yıkama işlemi sonunda MgO pikleri giderek azalarak tamamen kaybolduğu görülmektedir.



Şekil 4.1.4: Soxhlett yöntemiyle yıkama işleminin XRD sonuçları

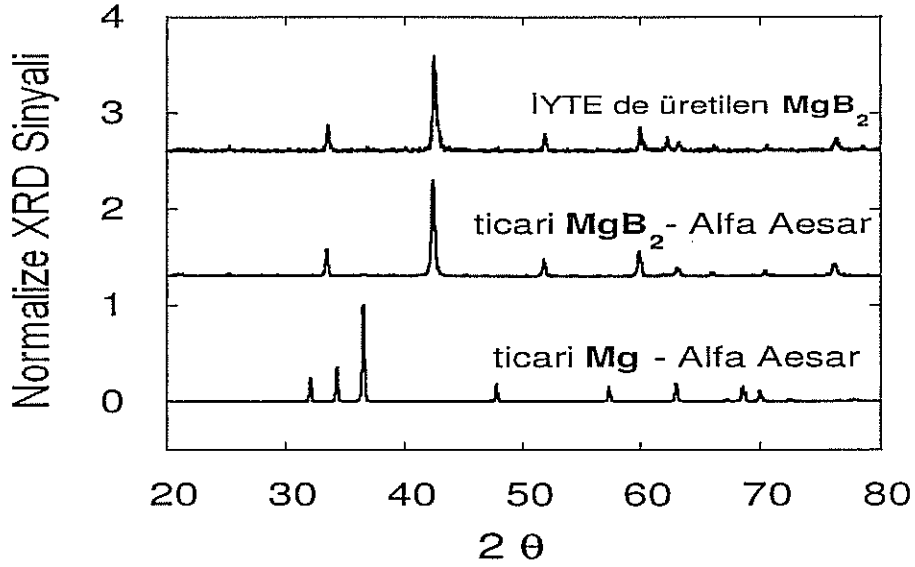
Geride kalan ve süreklilik gösteren pikler ise Soxhlett cihazının filteresinden kazınan parçacıklara ait olduğu belirlenmiştir. Böylece ürettiğimiz B un asitle yıkama işlemiyle saflaştırılması için gereken ortalama 10 günlük süre 1 güne indirilerek aynı zamanda verim artırılarak kullanılan çözen miktarı büyük ölçüde azalmıştır. Böylelikle zaman ve malzemeden büyük ölçüde tasarruf edilmiştir. Bir sonraki adımlarda XRD ve EDX ile tesbit edilemeyen saflık miktarının ICP gibi daha hassas ölçümlerle belirlenmesidir.

## 4.2 MgB<sub>2</sub> ÜRETİMİ, SAFLAŞTIRILMASI VE KARAKTERİZASYONU:

### 4.2.1 XRD sonuçları

Üstüniletken MgB<sub>2</sub> elde etmek için üretilmiş olan elemental amorf B, -44 mikron parçacık boyutunda % 99.99 saflıkta Mg ile 900°C de Ar ortamında 2 saat katihal reaksiyonuna sokulmuştur. Mg'un, üstüniletken MgB<sub>2</sub>'ün üretim sıcaklığında yüksek oranda

buharlaşmasından dolayı, reaksiyondan önce Mg ile B'un stokiometrik oranda karıştırılması, üretilen  $MgB_2$ 'de Mg miktarının az olmasına neden olmaktadır. Bu nedenle %10 fazla Mg konularak reaksiyondan sonra kimyasal oranın (stokiometrinin) korunması sağlanmıştır.



Şekil 4.2.1: Üretilen  $MgB_2$ 'ün XRD sonuçları

Üretilmiş olan elemental amorf B ile Mg'un  $900^\circ C$  de Ar ortamında katıhal reaksiyonuna sokulmasıyla elde edilen tozun XRD analiz sonuçları Şekil 4.2.1'te verilmiştir.

Elde edilen tozun XRD grafiğini ticari olarak (Alfa Aesar-USA'den) satın alınan  $MgB_2$ 'ün grafiği ile kıyaslayabilmek için grafiğe ticari  $MgB_2$ 'ün ve Mg'un XRD pikleri de eklenmiştir. Şekilden görüldüğü üzere yüksek saflıkta  $MgB_2$  elde edilmekle beraber  $2\theta = 63.6$  civarında bir Mg piki mevcuttur. Bu Mg safsızlığının, Mg'un yüksek buharlaşabilirliği nedeniyle  $2B+Mg$  katıhal reaksiyonunda Mg'un stokiometrik değerinde %10 fazla konulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 4.2.2 SEM sonuçları

Şekil 4a'da üretilmiş olan üstüniletken  $MgB_2$  toz hali, Şekil 4b de ise aynı tozdan 1 GPa basınç altında,  $500^\circ C$  de 2 saat ısıtılma tabii tutulduktan sonra elde edilmiş tablettten alınmış SEM fotoğrafları görülmektedir. Şekilden görüleceği üzere tablet haline getirilmiş olan tozda ortalama tanecik boyutu önemli oranda düşmüştür. Bu durumun basıncın etkisi ile gerçekleştiği düşünülmektedir.



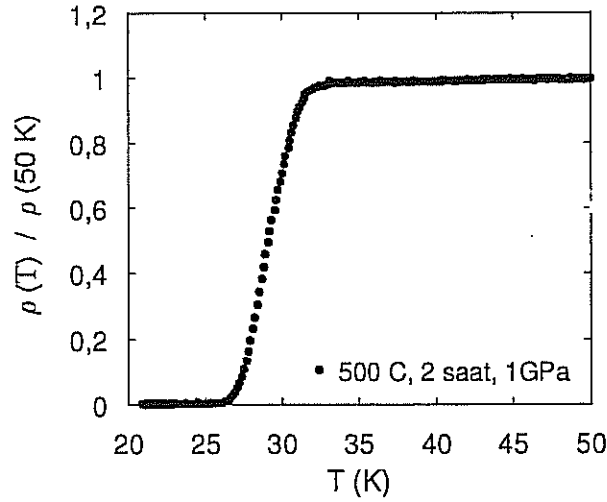
Şekil 4.2.2: Üretilmiş olan  $MgB_2$ 'ün a) toz halindeki b) tablet halindeki SEM fotoğrafları

### 4.2.3 DC Direnç Ölçüm sonuçları

Tanecik boyutunun küçülmesi ortalama tanecik sınırları alanını büyüttüğünden malzemenin üstüniletkenlik özelliklerinden birisi olan kritik akım değerini, pinning özelliklerini iyileştirmek suretiyle artırmaktadır (ZHAO, 2002). Ayrıca Şekil 4.2.2'teki SEM fotoğrafları üzerinde yapılan EDX analizleri sonucunda, toz halindeki  $MgB_2$ 'de mevcut olan %6'lık oksijen miktarının, tablet haline getirilmiş olan  $MgB_2$ 'de %9'un üstüne çıktığı görülmüştür. Bu oksijen miktarındaki artışa, tablet basma işlemi sırasında  $500^\circ C$  gibi oldukça yüksek sayılabilecek ısıtılmanın neden olduğu düşünülmektedir.

Üretilen üstüniletken toz, metal bir kalıp içine konulup, 0.5 Gpa altında 2 saat  $500^\circ C$  sıcaklıkta tutularak tablet haline getirilmiştir. Bu tabletlerden dikdörtgen prizması şeklinde örnekler kesilerek, 300 K ile 20 K arasında sıcaklığa bağlı öz direnç ölçümü yapılmıştır. Elde edilen sıcaklığa bağlı öz direnç değerleri Şekil 4.2.3'te gösterilmiştir. Grafikteki öz direnç değerleri, 50 K'deki öz direnç değerine göre normalize edilmiştir.





Şekil 4.2.3: Üretilen  $MgB_2$ 'ün sıcaklığa bağlı öz direnç ölçümü

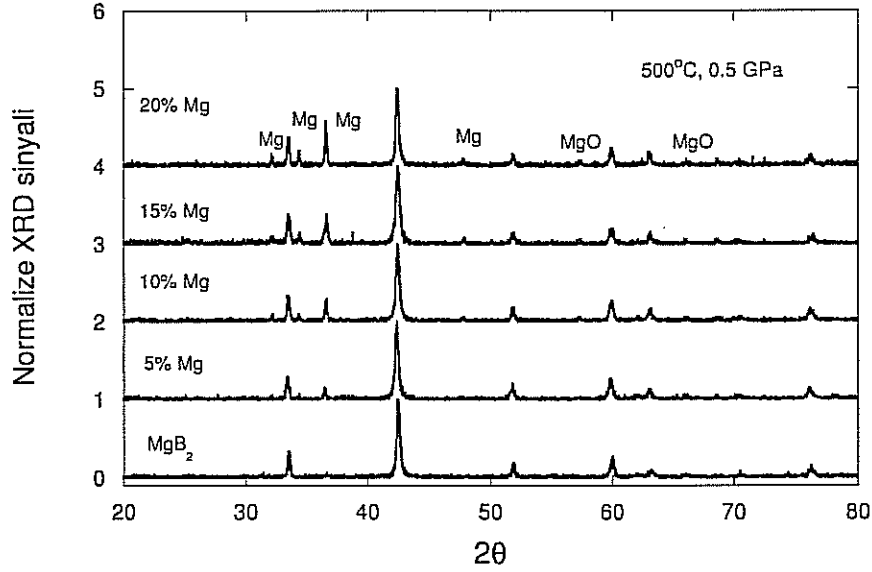
Elde edilen üstüniletken tozun 32 K'de üstüniletkenliğe geçişi yapıldığı gözlenmiştir. Üretilen üstüniletken  $MgB_2$  tabletinin yoğunluğu  $1.99 \text{ g/cm}^3$  olarak ölçülmüştür. Bu değer  $MgB_2$ 'ün teorik yoğunluğu olan  $2.62 \text{ g/cm}^3$  den oldukça küçük olması malzemede yüksek miktarda boşluk olduğunu göstermektedir. Elde edilen üstüniletken tozun geçiş sıcaklığının  $MgB_2$ 'ün geçiş sıcaklığı olan 39 K'den düşük çıkması ise, yine malzemedeki boşluk miktarına bağlanabilir. Ayrıca üstüniletken  $MgB_2$  tanecikleri arasındaki bağlantının zayıf olması, düşük geçiş sıcaklığı ve geniş geçiş aralığının nedeni olarak gösterilebilir.  $MgB_2$ 'ün oda sıcaklığında öz direnci  $6 \mu\text{Ohm-cm}$  olmakla beraber, Mg'un oda sıcaklığında öz direnci  $2.5 \mu\text{Ohm-cm}$ 'dir. XRD sonuçlarıyla ortaya çıkan Mg safsızlığı, sıcaklık-öz direnç ölçümlerinde 50 K'nin üstündeki grafiğin eğiminin daha az olması ile de anlaşılmaktadır (ROWELL, 2003, EĞİLMEZ, 2004).

### 4.3 Mg KATKILI KOMPOZİT $MgB_2$ PELLETLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

$MgB_2$  kırılgan ve toz şeklinde bir malzeme olduğu için kırılgan malzemeleri işlenebilir hale getirip tel veya teyp gibi çeşitli uygulama alanlarında kullanılmak için iki yöntem vardır. Bunlardan birincisi ya daha yumuşak bir metal kılıf kullanmak, yani Tüp içinde toz yöntemini (TIT) kullanmak, veya üstüniletken faz ile daha yumuşak bir metal fazdan oluşan bir kompozit yapmaktır yani Metal Matrix Kompozit Yöntemini kullanmak gerekir. Burada ikinci metodu kullanarak elde edilen Mg katkıli kompozit tabletlerin (pellet) yapısal, elektriksel ve manyetik alınganlık sonuçları tartışılacaktır.

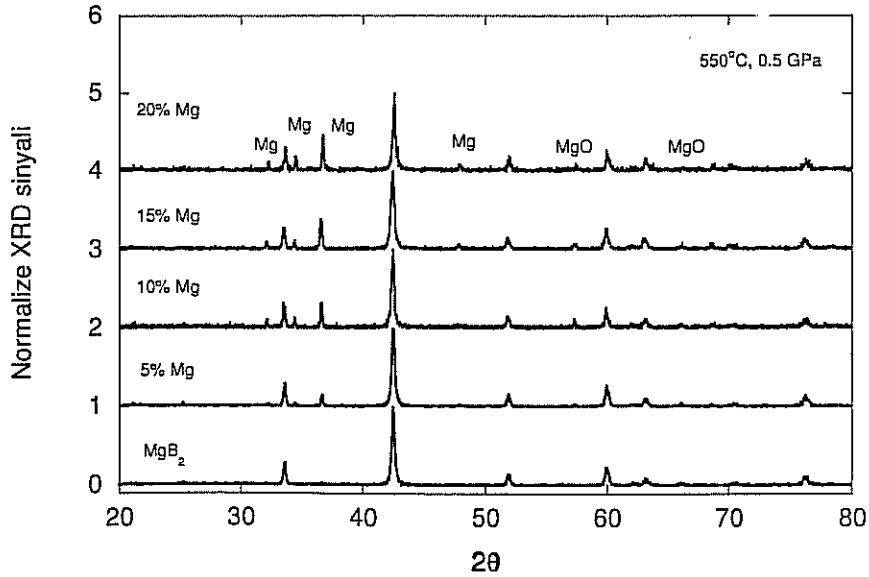
### 4.3.1 XRD sonuçları

Şekil 4.3.1'de 500° C de ve 0.5 Gpa basınç altında da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması görülmektedir.



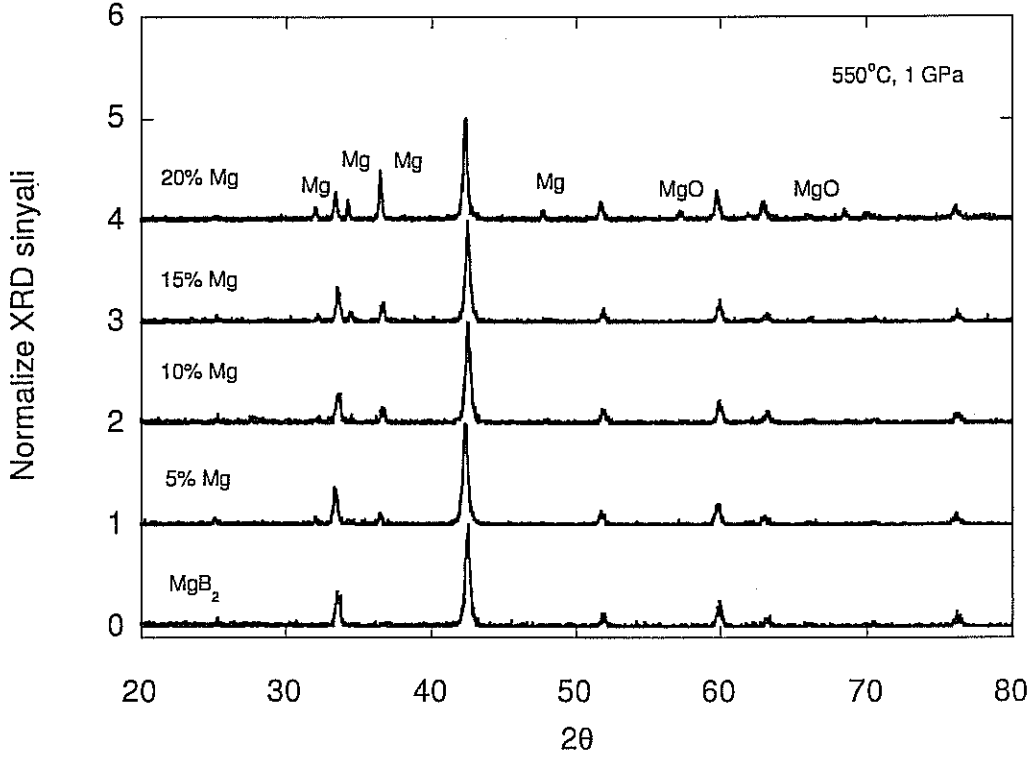
Şekil 4.3.1: 500° C 0.5 Gpa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması

Grafikteki Mg piklerinden Mg katkısının süperiletken MgB<sub>2</sub> ile etkileşmediği ve MgO dışında herhangi bir faz oluşturmadığı net bir şekilde görülmektedir. Benzer sonuçlar Şekil 4.3.2 de verildiği gibi basıncı 0.5 Gpa sabit tutup sıcaklığı 550 °C e çıkardığımızda da söz konusudur.



Şekil 4.3.2: 550 °C ve 0.5 Gpa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması

Şekil 4.3.3 de ise sıcaklığı  $550^{\circ}\text{C}$  de sabit tutulup basıncı 1 GPa a çıkartılmış ve yine aynı şekilde Mg etkileşmeden kalmış ve sadece az miktarda MgO oluşmuştur.



Şekil 4.3.3:  $550^{\circ}\text{C}$  ve 1 GPa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin XRD karşılaştırması

### 4.3.2 Yoğunluk Karşılaştırması

Tablo 4.2.1 de 0.5 GPa hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin yoğunluklarının karşılaştırması verilmiştir. Buna göre sıcaklık arttıkça örnek yoğunluğunun teorik yoğunluğa oranı giderek artarak ideal olan değere yani 1 e yaklaşması beklenirken herhangi bir korelasyon elde edilememiştir.

Tablo 4.2.2 de ise basıncı bir 1 GPa a çıkartılarak hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin yoğunluklarının karşılaştırması verilmiştir. Burada ise sıcaklık arttıkça örnek yoğunluğunun teorik yoğunluğa oranı az da olsa artmıştır.

Tablo 4.2.1: 0.5 GPa hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin yoğunluk karşılaştırması

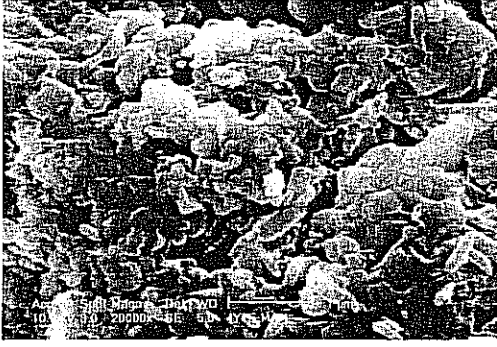
Basma sıcaklığı °C	Mg %	Örnek yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> ), d1	Teorik yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ), d2	d1/d2
400	saf	1,85	2,62	0,7047
400	5	1,84	2,56	0,7201
400	10	1,90	2,49	0,7636
400	15	1,93	2,45	0,7895
400	20	1,96	2,41	0,8132
	saf	1,85	2,62	0,7060
500	5	1,85	2,56	0,7239
500	10	1,91	2,49	0,7689
500	15	1,92	2,45	0,7842
500	20	2,01	2,41	0,8341
500	saf	1,80	2,62	0,6870
	5	1,83	2,56	0,7148
550	10	1,87	2,49	0,7510
550	15	1,89	2,45	0,7714
550	20	1,99	2,41	0,8257

Tablo 4.2.2: 1 Gpa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin yoğunluk karşılaştırması

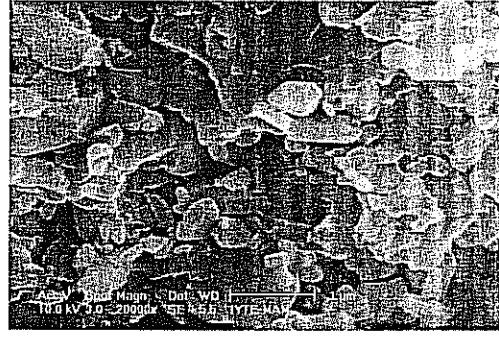
Basma Sıcaklığı C	Mg %	Örnek yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> ), d1	Teorik yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ), d2	d1/d2
400	PURE	2,10	2,62	0,8024
400	5	2,10	2,56	0,8209
400	10	2,11	2,49	0,8470
400	15	2,09	2,45	0,8528
400	20	2,12	2,41	0,8777
500	PURE	2,15	2,62	0,8204
500	5	2,17	2,56	0,8475
500	10	2,09	2,49	0,8383
500	15	2,17	2,45	0,8843
500	20	2,12	2,41	0,8810

### 4.3.3 SEM Sonuçları

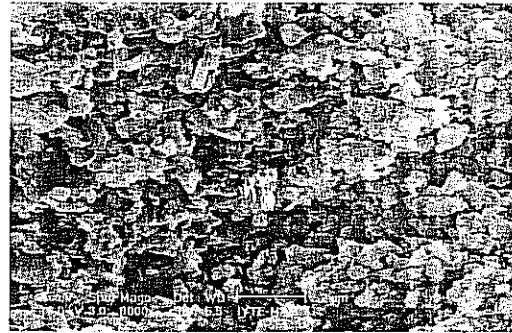
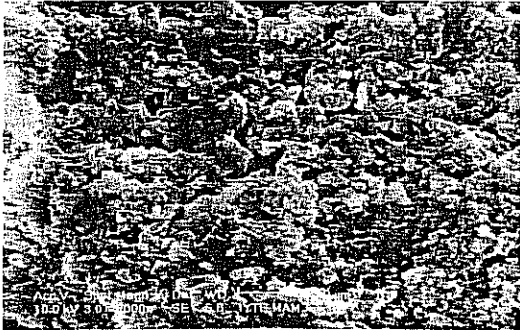
Şekil 4.3.4 de  $T = 500^{\circ}\text{C}$ , % 5 Mg katkıli tabletlerin 0.5 ve 1 GPa basınç altında bekledikten sonra oluşan SEM yüzey görüntüleri verilmiştir.  $400^{\circ}\text{C}$  de hazırlanmış örnekler için ortalama tanecik boyutu 300-500 nm civarında iken  $500^{\circ}\text{C}$  de hazırlanmış örnekler için ortalama tanecik boyutu 200-500 nm ölçülmüş ve örneklerin tümünde yüksek porozite göstermişlerdir. Ayrıca Şekil 4.3.4 de gösterildiği uygulama basıncı 0.5 GPa dan 1 GPa çıkarıldığında dahi yine tanecik boyutu küçüldüğü ve porozitenin azaldığı gözlenmiştir.



$T = 500^{\circ}\text{C}$ , Mg wt. % = 5  
Basma basıncı.= 0.5 GPa



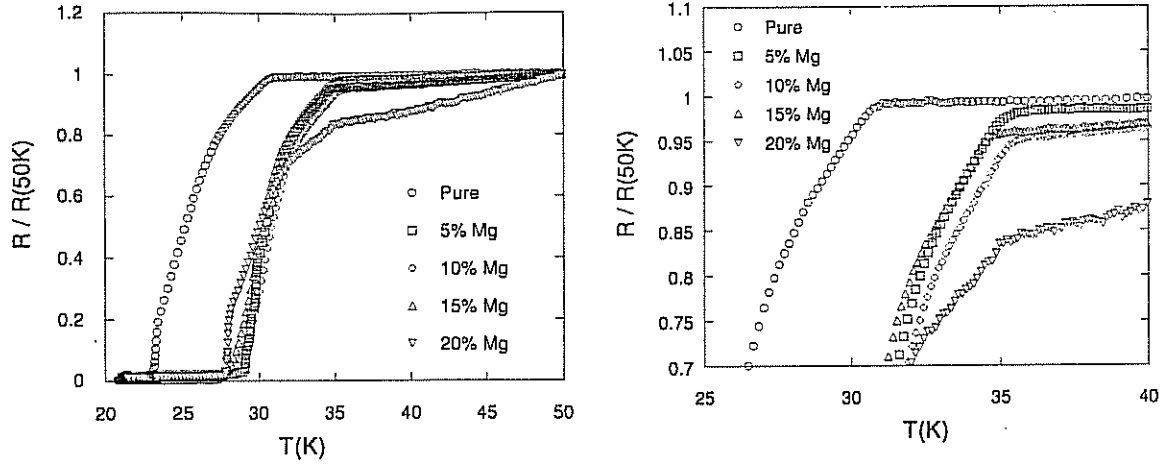
$T = 500^{\circ}\text{C}$ , Mg wt. % = 5  
Basma basıncı.= 1 GPa



Şekil 4.3.4:  $T = 500^{\circ}\text{C}$ , % 5 Mg katkıli tabletlerin 0.5 ve 1 GPa basınç altında bekledikten sonra oluşan SEM yüzey görüntüleri.

### 4.3.4 DC Direnç Ölçüm Sonuçları

Şekil 4.3.5 de  $400^{\circ}\text{C}$  de 0.5 Gpa basınç altında hazırlanmış  $\text{MgB}_2/\text{Mg}$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması verilmiştir. Buna göre basınç ve sıcaklığın etkisi ile taneciklerin arası mesafe yakınlaştığı için  $T_c$  geçiş sıcaklığı yükselmektedir. Tablo 4.3.1 de ise bu grafiğe ait  $T_c$  sıcaklığının Mg katkı oranıyla ve sıcaklıkla nasıl değiştiğini vermektedir.

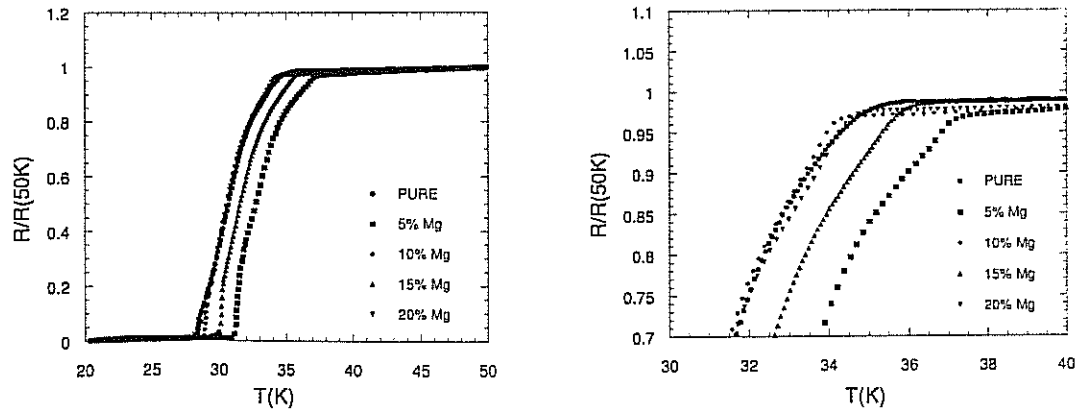


Şekil 4.3.5: 400 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Tablo 4.3.1: 400 °C ve 0.5 Gpa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması.

Basma Sıcaklığı, C	Mg %	$T_c$ 90%(K)	$T_c$ 10%(K)	$T_c$ ONSET(K)	$T_c$ ZERO(K)	$\Delta T$ (K)	$T_c$ Mid(K)
400	PURE	29.43	23.2	30.9	23.5	6.23	25.25
400	5	33.9	29.33	35.4	29.13	4.57	30.4
400	10	33.8	28.7	35.6	28.06	5.1	30.88
400	15	33.12	28.36	34.68	27.87	4.76	30.11
400	20	32.7	27.8	35.16	27.48	4.9	29.62

Şekil 4.3.6 de ise sıcaklık 400 °C de sabit tutulmak üzere basınç 1GPa 'a artırıldığında Mg katkılı malzemelerle birlikte saf malzemenin  $T_c$  sıcaklığının arttığı gözlenmiştir. Tablo 4.3.2 de ise bu grafiğe ait  $T_c$  sıcaklığının Mg katkısıyla ve sıcaklıkla nasıl değiştiğini sayısal olarak vermektedir.

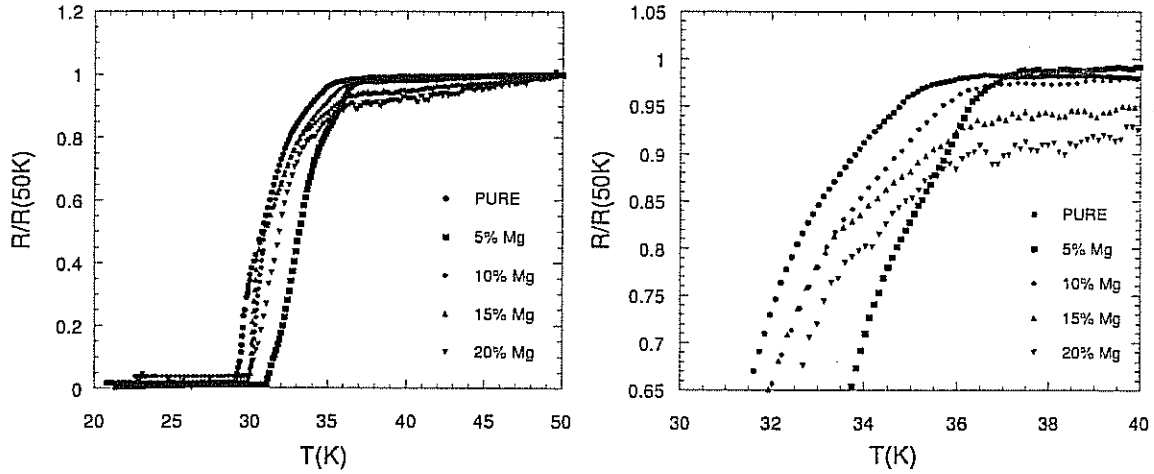


Şekil 4.3.6: 400 °C ve 1 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Tablo 4.3.2: 400 °C ve 1 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Basma Sıcaklığı, C	Mg %	$T_c$ 90%(K)	$T_c$ 10%(K)	$T_c$ ONSET(K)	$T_c$ ZERO(K)	$\Delta T$ (K)	$T_c$ Mid(K)
400	PURE	33.51	28.75	35.26	28.65	4.76	30.88
400	5	35.36	31.18	37.4	31.4	4.18	32.88
400	10	33.22	28.75	34.29	29.13	4.47	30.8
400	15	34.58	30.1	35.84	30.3	4.48	31.7
400	20	33.4	29.22	34.9	28.2	4.18	30.7

Şekil 4.3.7 de 500 °C de 1 GPa ve Şekil 4.3.8 de ise 550° C de 0.5 GPa basınç altında hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması verilmiştir. Buna göre basınç ve sıcaklığın etkisi ile  $T_c$  geçiş sıcaklığı yükselmektedir.

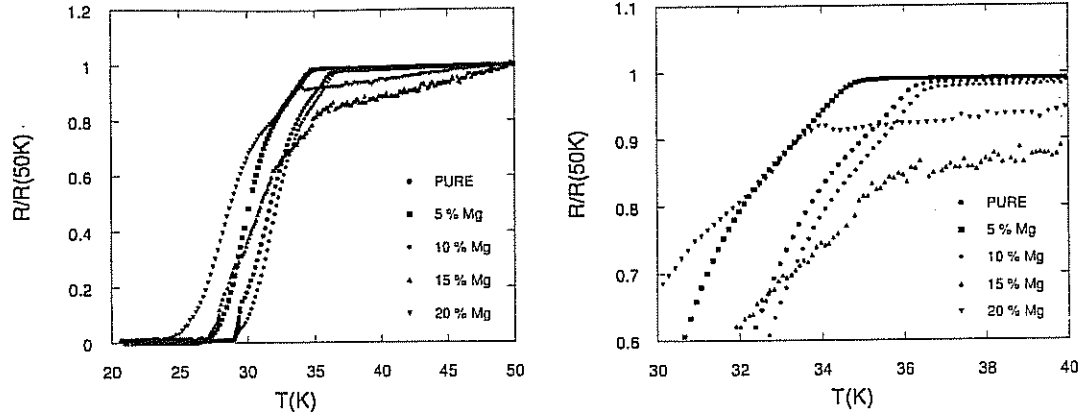


Şekil 4.3.7: 500 °C ve 1 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Tablo 4.3.3 ve 4.3.4 de ise bu grafiklere ait  $T_c$  geçiş sıcaklıklarının sayısal değerleri verilmiştir.

Tablo 4.3.3: 500° C 1 GPa hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Basma Sıcaklığı, C	Mg %	$T_c$ 90%(K)	$T_c$ 10%(K)	$T_c$ ONSET(K)	$T_c$ ZERO(K)	$\Delta T$ (K)	$T_c$ Mid(K)
500	PURE	33.72	29.1	35.15	29.33	4.62	31.08
500	5	36.04	31.7	37.3	31.5	4.34	33.3
500	10	34.6	30.11	36.43	30.3	4.49	31
500	15	34.05	30.15	36.88	30.11	3.9	30.5
500	20	34.29	30.2	35.75	29.91	4.09	31.8



Şekil 4.3.8: 550°C ve 0.5 GPa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin T<sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması

Tablo 4.3.4: 550°C ve 0.5 GPa da hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin T<sub>c</sub> sıcaklıklarının karşılaştırması

Basma Sıcaklığı, C	Mg %	T <sub>c</sub> 90%(K)	T <sub>c</sub> 10%(K)	T <sub>c</sub> ONSET(K)	T <sub>c</sub> ZERO(K)	ΔT(K)	T <sub>c</sub> Mid(K)
500	PURE	34.97	29.52	36.07	27.48	5.45	31.86
500	5	33.42	28.4	34.9	27.58	5.02	30.25
500	10	35.06	30.11	36.81	29.33	4.95	32.5
500	15	32.05	25.95	34.09	24.86	6.1	28.65
500	20	32.08	26.58	33.9	25.38	5.5	30.69

Tablo 4.3.5: 0.5 GPa hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin özdirençlerinin karşılaştırması

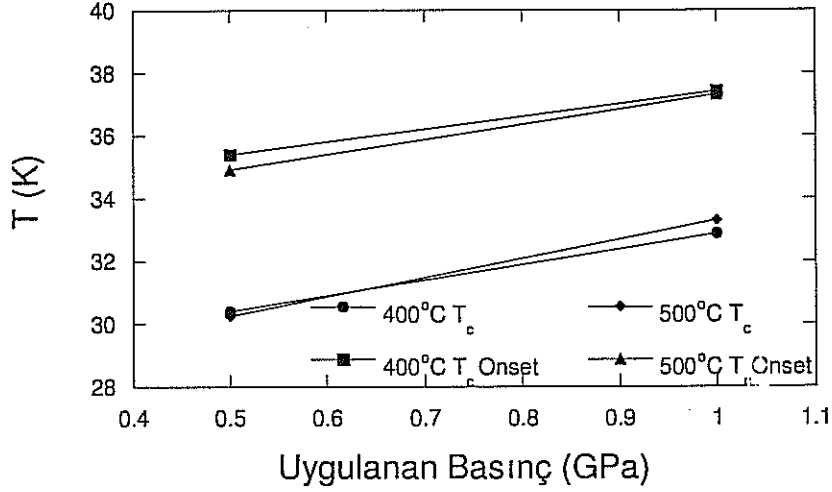
Mg%	ρ(50 K) Ω.cm	ρ(300K) Ω.cm	ρ(300K)/ ρ(50 K)
0	1.6 10 <sup>-3</sup>	1.88 10 <sup>-3</sup>	1.16
5	9 10 <sup>-4</sup>	1.15 10 <sup>-3</sup>	1.27
10	6.5 10 <sup>-4</sup>	9.9 10 <sup>-4</sup>	1.52
15	2.26 10 <sup>-4</sup>	4.5 10 <sup>-4</sup>	1.99
20	4 10 <sup>-5</sup>	1.2 10 <sup>-4</sup>	3

Tablo 4.3.5 de 0.5 GPa hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin özdirençlerinin karşılaştırması verilmektedir. Buna göre Mg katkısı 0-%20 arasında değişirken 50 K deki özdirenç ρ(50 K) 1.6 10<sup>-3</sup> Ω.cm den 4 10<sup>-5</sup> Ω.cm'a artmaktadır. Oda sıcaklığındaki özdirençin 50 K deki özdirence oranı da aynı şekilde 1.16 dan 3 Ω.cm' a artmaktadır. Bu ise Mg 'un MgB<sub>2</sub> den daha iletken olduğunu göstermektedir. Normal iletken durumunda Mg katkısı daha

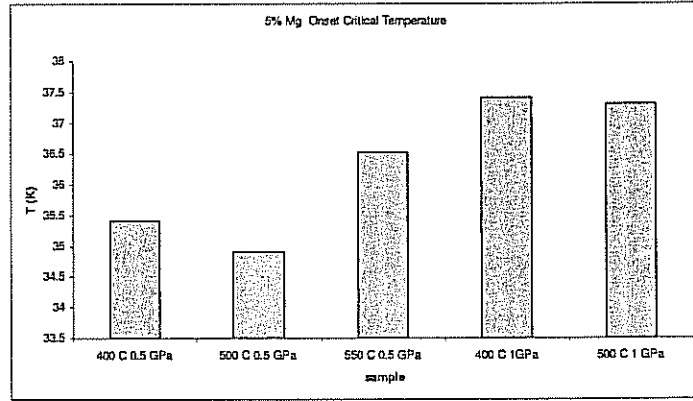


dominant hale gelirken 50 K 'in altında ise üstüniletkenlik özelliklerinden dolayı özdirenç sıfıra yakın bir değere ulaşmaktadır.

Şekil 4.3.9 ise %5 Mg katkılı  $MgB_2$  kompozit malzemelere ait  $T_c$  geçiş sıcaklığının basınçla ve sıcaklıkla nasıl değiştiğini göstermektedir. Buna göre tablet hazırlama sıcaklığı kritik geçiş sıcaklığını çok fazla etkilemezken uygulanan basınç arttıkça  $T_c$  lineer olarak artmaktadır. Bu ise parçacıkların arasındaki boşluğun azalması ile açıklanabilir.



Şekil 4.3.9: %5 Mg katkılı  $MgB_2$  kompozit malzemeye ait  $T_c$  geçiş sıcaklığının basınca bağlılığı

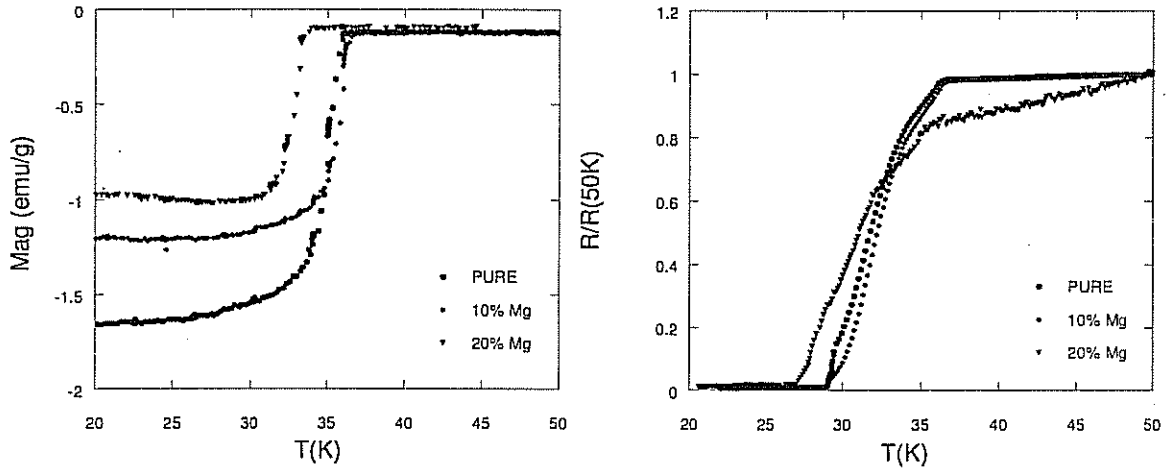


Şekil 4.3.10: %5 Mg katkılı  $MgB_2$  kompozit malzemeye ait  $T_c$  geçiş sıcaklığının basınca bağlılığı

Şekil 4.3.10 de ise %5 Mg katkılı  $MgB_2$  kompozit malzemelere ait  $T_c$  geçiş sıcaklığının uygulanan hazırlama sıcaklığına bağlılığı verilmektedir. Buna göre kritik geçiş sıcaklığının uygulanan tablet basma sıcaklığından ziyade uygulanan basınca bağlı olduğu açıkça görülmektedir.

### 4.3.5 Manyetik Alan Ölçüm sonuçları

Şekil 4.3.11 de 500 °C 0.5 Gpa hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin manyetik alan içerisinde  $T_c$  kritik geçiş sıcaklıklarının nasıl değiştiği verilmektedir. Aynı şeklin sağ tarafında ise aynı malzemelere ait direnç sıcaklık karşılaştırması verilmektedir. Benzer geçişler olmakla birlikte Tablo 4.3.6 den de anlaşıldığı gibi manyetik alan geçişi ile direnç geçişi arasında bir iki derece fark gözükmemektedir. Bu ise direnç ölçümlerinde akım sadece bir yolu izlemek zorunda kalırken manyetik alan ölçümlerinde malzemenin bütünündeki üstüniletkenlik ölçümleri etkilemektedir.

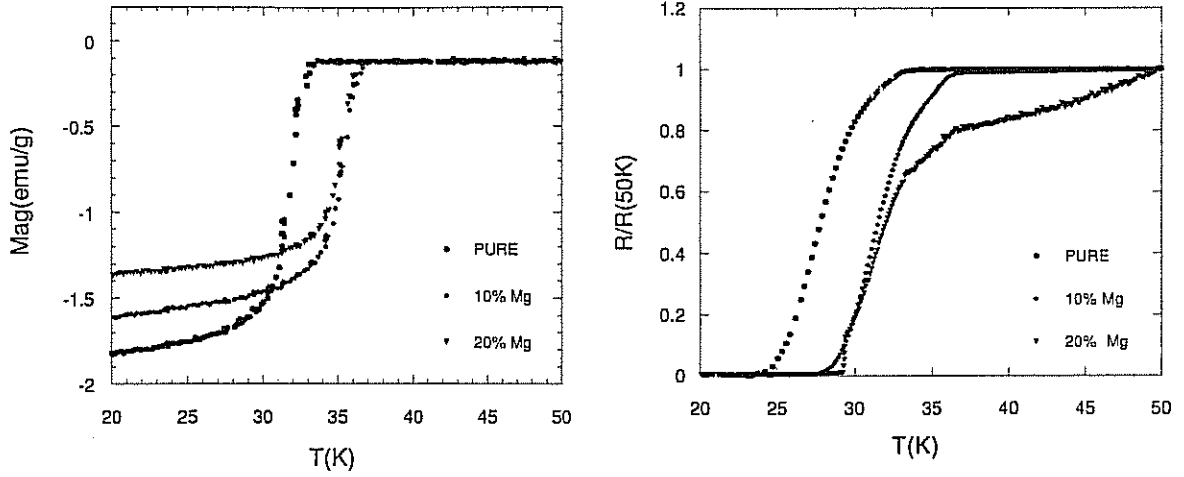


Şekil 4.3.11: 500 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının manyetik alan ve direnç ölçümlerinin karşılaştırması

Tablo 4.3.6: 500 °C ve 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının manyetik alan ve direnç ölçümlerinin karşılaştırması

Basma	Mg	Tc half	Tc half	Tc	DT	DT(R-
500 C	PUR	34.4	33.4	36.0	1	5.45
500	10	35.8	34.5	36.8	1.33	4.95
500	20	33.	3	33.	1.5	6.32

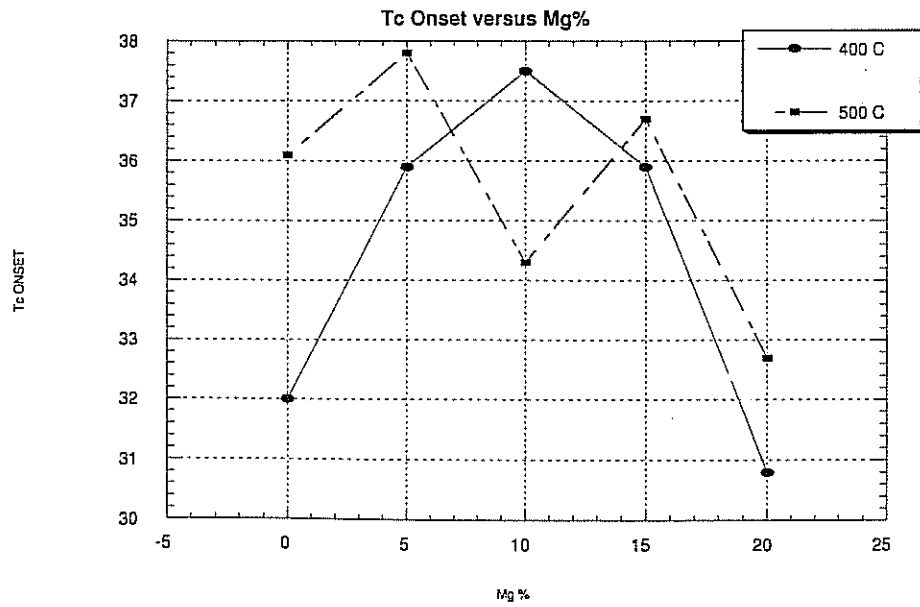
Şekil 4.3.12 de ise basınç 0.5 GPa'da sabit tutulurken sıcaklık 550 °C'e çıkartılarak hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin manyetik alan içerisinde  $T_c$  kritik geçiş sıcaklıklarının nasıl değiştiği verilmektedir. Aynı şeklin yine sağ tarafında ilgili malzemelere ait direnç sıcaklık karşılaştırması verilmektedir. Benzer geçişler geçiler söz konusu olmakla birlikte Tablo 4.3.6 de verildiği gibi yine manyetik alan geçişi ile direnç geçişi arasında bir iki derece fark gözükmemektedir.



Şekil 4.3.12: 550°C ve 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Tablo 4.3.7: 550°C ve 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklıklarının karşılaştırması

Pres.Temp. C	Mg %	Tc half 1(K)	Tc half2(K)	Tc ONSET(K)	$\Delta T$ (Mag.)	$\Delta T$ (R-T)
550	PURE	32.38	30.48	33.6	1.9	5.38
550	10	35.66	33.5	36.85	2.16	5.17
550	20	36	33.5	36.69	2.5	6.52

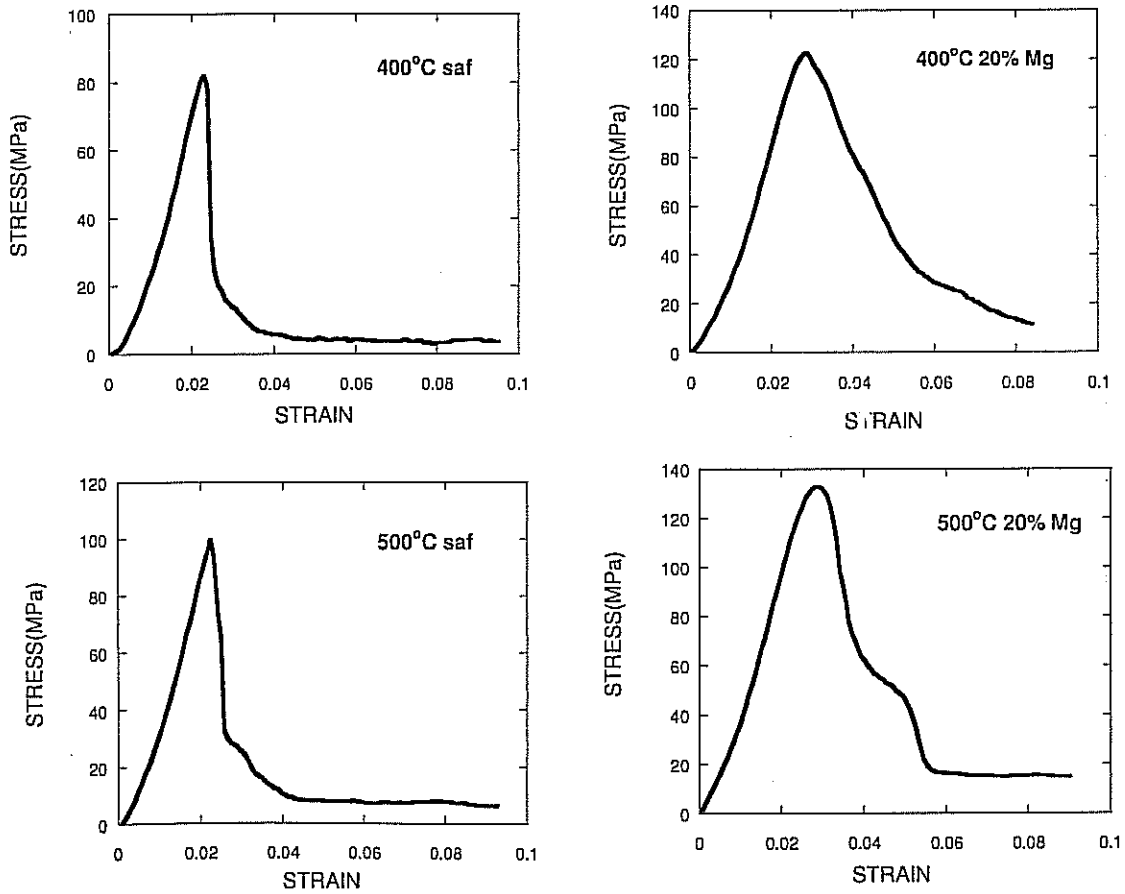


Şekil 4.3.13: 400 °C ve 500 °C de 0.5 GPa da hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklığının Mg katkı oranıyla değişim grafiği

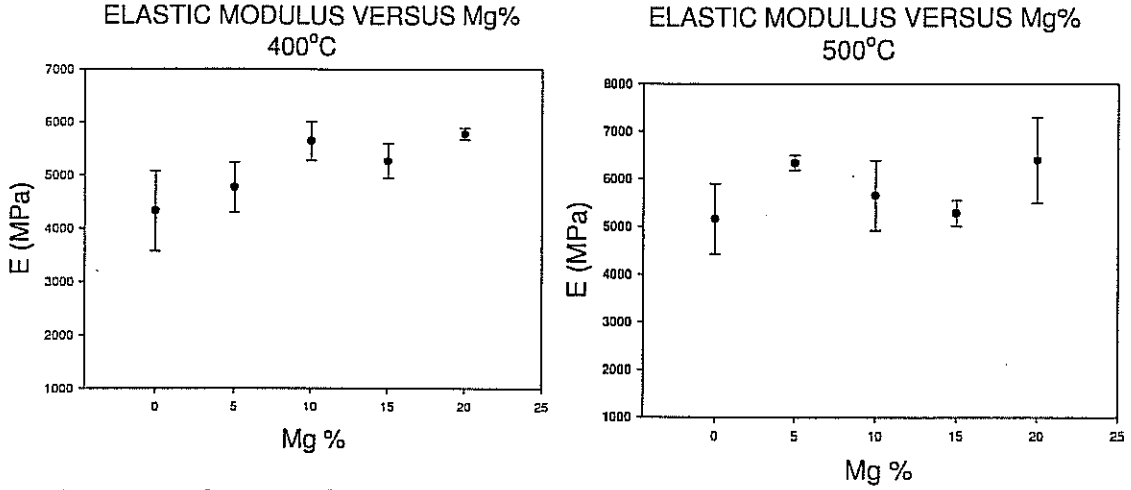
Şekil 4.3.13 de 400 °C ve 500 °C de basılmış üstüniletken  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklığının Mg katkı oranıyla değişim grafiği verilmiştir. Buna göre %10 civarında maximum kritik geçiş sıcaklığı gözükmektedir.

### 4.3.6 Mekanik Dayanım Ölçüm sonuçları

Şekil 4.3.14 de 400 °C ve 500 °C de basılmış saf ve %20 Mg katkılı  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin mekanik dayanımlarının karşılaştırması verilmektedir. Buna göre Mg katkısının malzemenin elastikiyet özelliklerini artırdığı anlaşılmaktadır. 4.3.14 de ise 400 °C ve 500 °C de basılmış katkılı  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin elastik modüllerinin Mg katkısı ile nasıl değiştiği verilmiştir. Buna göre Mg katkısı ile elastik modülünün de arttığı gözlenmiştir.



Şekil 4.3.14: 400 °C ve 500 °C de hazırlanmış  $MgB_2/Mg$  kompozit tabletlerin mekanik dayanımlarının karşılaştırması



Şekil 4.3.15: 400° C ve 500° de hazırlanmış MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit tabletlerin elastik modüllerinin karşılaştırması

### 4.3.7 Sonuç

Bu çalışma sonunda XRD ölçümlerinden üstüniletken MgB<sub>2</sub> ile Mg arasında herhangi bir reaksiyon olmadığı ve MgO dışında herhangi bir faz oluşturmadığı anlaşılmıştır. Benzer sonuçlar Mg'un ergime sıcaklığının altında yani sıcaklık 550 °C kadar sıcaklığa kadar söz konusudur. Uygulanan basınç yoğunluğu, kritik geçiş sıcaklığını artırmıştır. 400 °C de hazırlanmış örnekler için ortalama tanecik boyutu 300-500 nm ve 500 °C de hazırlanmış örnekler için ortalama tanecik boyutu 200-500 nm elde edilmiştir. Örneklerin tümünde yüksek porozite gözlenmiş ancak sıcaklığın porozite oranını azaltan bir faktör olduğu gözlenmiştir. Böylece 400 °C de hazırlanan örneklerin yoğunluğu 1,7-1,91 g/cm<sup>3</sup> arasında değişirken 500 °C de hazırlanan örneklerin yoğunluğu 1,75-2,10 g/cm<sup>3</sup> civarında elde edilmiştir. MgB<sub>2</sub> nin kristalografik yoğunluğu olan 2,62 g/cm<sup>3</sup> olduğundan parçacıklar arasında boşluklar olduğu gözlenmiştir. Düşük yoğunluklarda poroziti ve parçacıklar arasındaki zayıf bağlantıdan dolayı daha geniş bir geçiş gözlenmiştir. Özdirenç ölçümleri ile manyetik alan ölçümleri arasında benzer sonuçlar gözlenmiştir. Ayrıca üstüniletken MgB<sub>2</sub> /Mg kompozit tabletlerin T<sub>c</sub> sıcaklığının Mg katkı oranıyla değiştiği ve %10 civarında maximum kritik geçiş sıcaklığı gözlenmiştir. En yüksek T<sub>c</sub> başlangıcı 400 °C de 37,5K iken 500 °C de 37,8 K ile 5% Mg katkılı örnekte ve 10% Mg katkılı örnekte elde edilmiştir. Katkı miktarının artırılmasıyla MgB<sub>2</sub> metalik özellik kazanarak özdirencinin ve mekanik özelliklerinin arttığı gözlenmiştir.

## 4.4 Cu KILIFLI ÜSTÜNİLETKEN $MgB_2$ TELLERİN KARAKTERİZASYONU

Mg katkısının  $MgB_2$  nin yapısal, elektriksel, manyetik alınganlık ve elastic özelliklerini iyileştirdiği için artık metalik kılıfa sahip bir ortamda uygulamaya yönelik özelliklerinin araştırılmasında çok önemlidir. Bu amaçla en ekonomik ve en kolay işlenebilir özelliği itibari ile Cu kılıfla başlanmıştır. Daha sonra çinko kılıflı teller üretilmeye çalışılmış, ancak çinko'nun çok aşırı yumuşak olması itibariyle eğilme ve bükülme sırasında yırtılmalar olmuş ve bundan daha önemlisi çinko'nun ergime sıcaklığının çok düşük olmasından dolayı ısı tavlama işlemine izin vermemesi üstüniletken  $MgB_2$  telin iyileştirilmesinde dezavantaj oluşturmaktadır. Fe kılıflar  $MgB_2$  tellerin üretiminde ekonomik olması aynı zamanda  $MgB_2$  ile etkileşmemesinden dolayı en uygun malzemeler olarak seçilmiştir. Bu proje kapsamında Fe kılıflı teller üretilmeye çalışılmıştır. Ancak Fe'in Cu' a göre daha sert olması elimizdeki silindir merdane veya delikli hadde çekme yöntemi ile işlenmesini engellemektedir. Çekme sırasında sürekli kopmalar yaşanmıştır. Silindir merdane ile ezerek uzatma sırasında ise üretilen tellerin kenarlarında çatlaklar oluşmuş ve oluşan bu çatlaklar en ufak bir eğilme veya bükülme sırasında boydan boya yayılmıştır. Fe kılıflı  $MgB_2$  teller genellikle literatürde tokaçlama (swaging) yöntemiyle üretildiğinden çatlama riski minimuma inmektedir. Yüksek maliyeti itibariyle tokaçlama cihazı ile Fe tellerin üretilmesi ve karakterize edilmesi bir sonraki adım olarak düşünülmektedir. Bu bölümde proje kapsamında üretilen Mg, Ti ve C katkılı Cu kılıflı tellerin yapısal, elektriksel, manyetik alınganlık özellikleri tartışılacaktır.

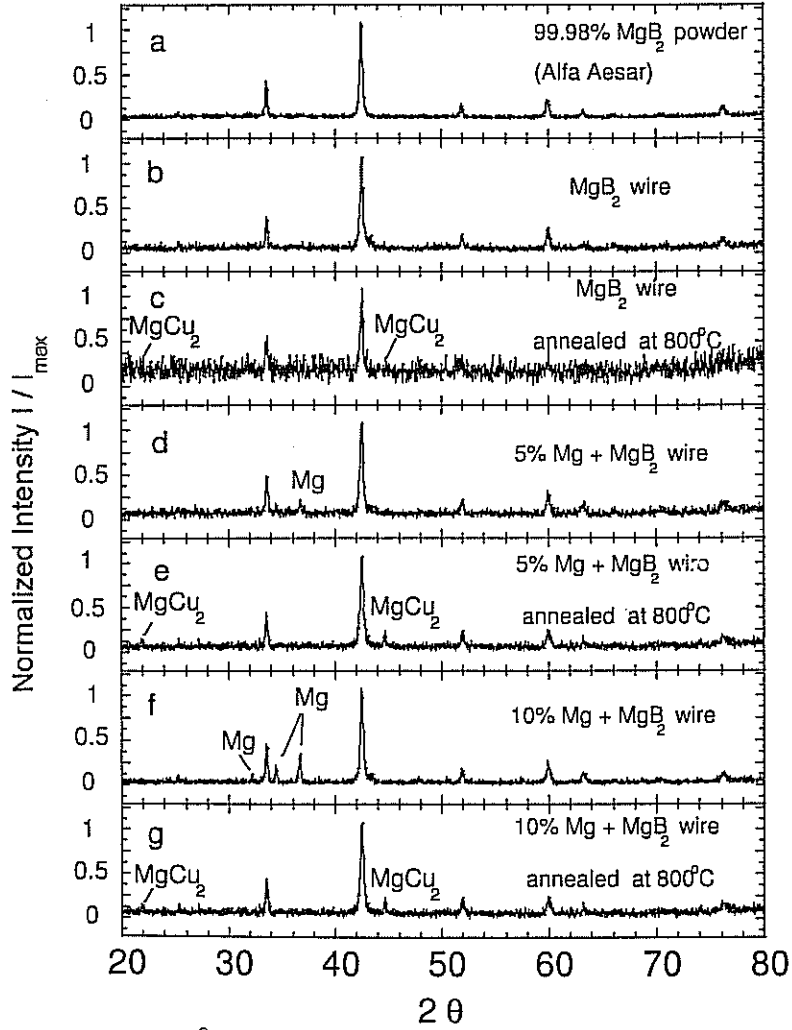
### 4.4.1 Mg KATKILI TELLERİN KARAKTERİZASYONU

#### 4.4.1.1 XRD sonuçları:

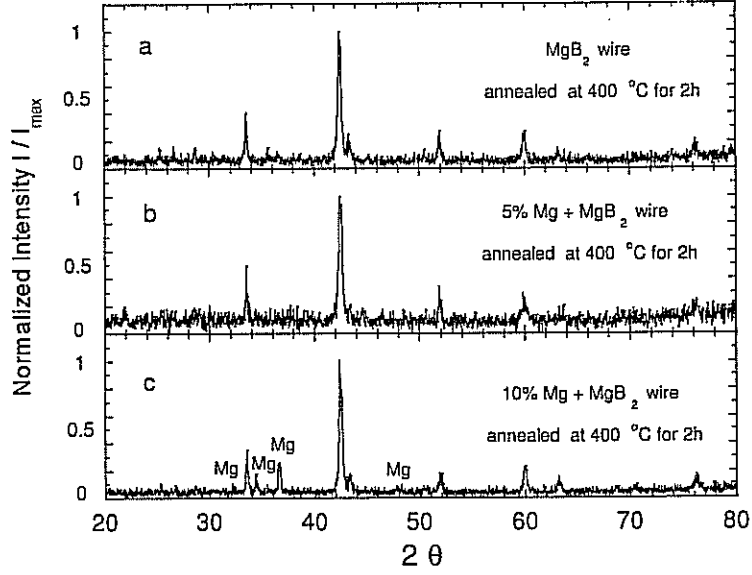
%0, %5 ve %10 oranlarında Mg ile katkılama yapıldıktan sonra 5 mm çapında ve 100 mm boyunda Cu borulara doldurularak %5 adımlarla 3 mm e kadar delikli hadde ile çekilmiş ve daha sonra 1.5 mm'e kadar silindir merdane ile ezilerek uzatılmış teller  $800^{\circ}C$  de 3 dakika gibi çok kısa bir süre tavllanmış ve  $400^{\circ}C$  de ise 2 saat gibi uzun süre tavlansak tavlama sıcaklığının üstüniletken  $MgB_2/Mg$  kompozit mikroyapıya ve elektronik özelliklere olan etkisi incelenmiştir.

Şekil 4.4.1  $800^{\circ}C$  de 3 dakika tavllanmış tellere ait XRD grafikleri verilmiştir. Buna göre Şekil 4.4.1a da Alfa Aesardan alınmış ve hiç bir işlem yapılmamış toz  $MgB_2$ ' ait XRD sonucu iken Şekil 4.4.1b de ise tel haline getirilmiş  $MgB_2$  ye ait XRD grafiği verilmiştir.

Şekil 4.4.1c de ise 800 °C de 3 dakika tavllanmış katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> telin XRD grafiğidir. Şekil 4.4.1b deki tavlınmamış ve Şekil 4.4.1c deki tavlınmış XRD sonuçları karşılaştırıldığında XRD sinyalinin azaldığı görülmektedir. Bu ise üstüniletken çekirdeğin kılıfla az da olsa etkileştiğini ve Mg'un bir kısmının kılıfa doğru difuz olarak geride amorf yapıya sahip B kaldığının bir işareti olarak yorumlanabilir. Şekil 4.4.1d ve Şekil 4.4.1e de ise sırası ile 800 °C de tavlınmamış ve tavlınmış %5 Mg katkılı tellere ait XRD grafikleri verilmiştir. Benzer şekilde Şekil 4.4.1 f ve Şekil 4.4.1 g de ise sırası ile 800 °C de tavlınmamış ve tavlınmış %10 Mg katkılı tellere ait XRD grafikleri verilmiştir. Buna göre Mg pikleri tavlınmamış tellerde açıkça gözükürken 800 °C de tavlınmış tellerde kaybolmakta ve bakır kılıfla etkileşerek arayüzeyde MgCu<sub>2</sub> alaşımı oluşturmaktadır.



Şekil 4.4.1: 800 °C de 3 dakika tavlınmış tellere ait XRD grafikleri



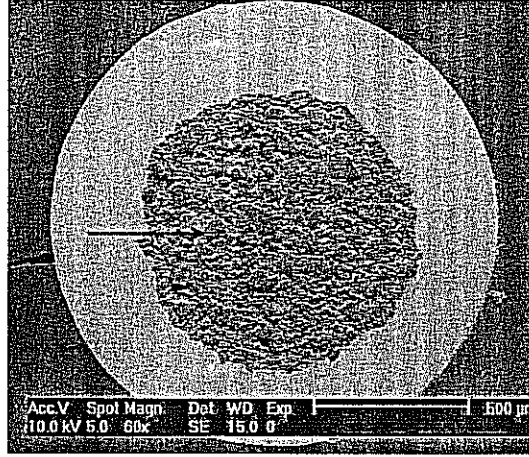
Şekil 4.4.2: 400 °C da 2 saat tavllanmış XRD sonuçları: a) Cu kılıflı saf  $MgB_2$  tel b) 5% Mg katkılı, c) 10% Mg katkılı Cu kılıflı üstüniletken  $MgB_2$  kompozit tel.

Tavlama sıcaklığının etkisini incelemek için Mg'un ergime sıcaklığı olan 623 °C dan daha düşük bir sıcaklıkta, 400 °C de 2 saat tavlama işlemi yapılmıştır ve Şekil 4.4.2 de XRD sonuçları görülmektedir. Buna göre Mg üstüniletken çekirdek ile etkileşmeyip metal matrix özelliğini korumaktadır. Ayrıca  $MgCu_2$  oluşumunu gösteren herhangi bir işaret yoktur. Bu ise Mg'un 400 °C da iki saat gibi uzun süre tavllanmış olmasına rağmen Cu kılıfla etkileşmediğini göstermektedir.

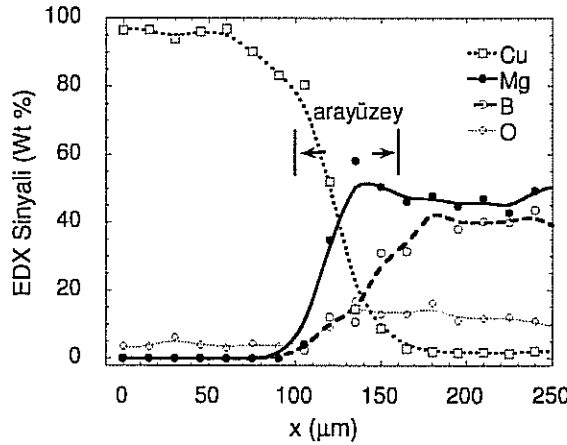


#### 4.4.1.2 SEM ve EDX sonuçları:

Şekil 4.4.3 de 1.5 mm çapında üretilmiş %5 Mg katkıli Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellere ait kesit alanını gösteren bir SEM fotoğrafı görülmektedir. Şekil 4.4.3 de SEM fotoğrafı verilen %5 Mg katkıli kompozit tele ait, Cu kılıf ile MgB<sub>2</sub> üstüniletken çekirdeğin arayüzeyinde EDX sinyalinin değişimi Şekil 4.4.4 de görülmektedir.



Şekil 4.4.3: 1.5 mm çapında üretilmiş %5 Mg katkıli Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellere ait kesit alanını gösteren bir SEM fotoğrafı

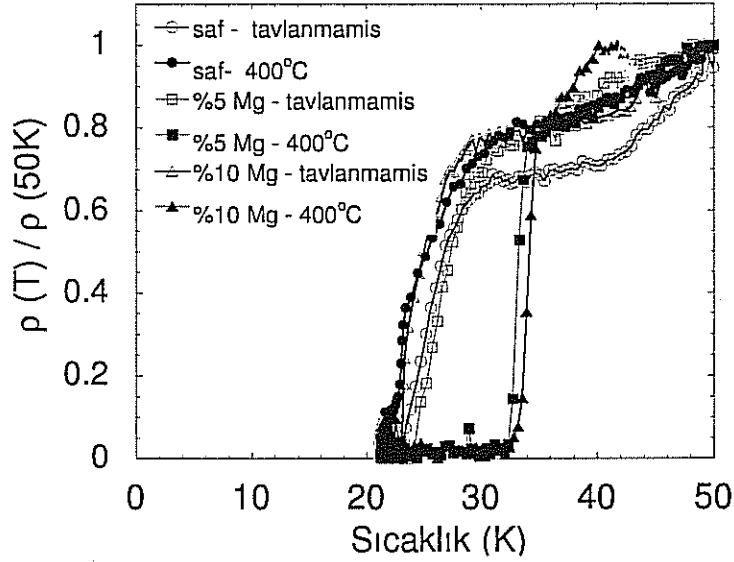


Şekil 4.4.4: 1.5 mm çapında üretilmiş, 800 °C de 3 dakika tavllanmış, %5 Mg katkıli kompozit tele ait, Cu kılıfla MgB<sub>2</sub> üstüniletken çekirdeğin arayüzeyinde EDX sinyalinin değişimi

Buna göre EDX sinyali Cu kılıfın ortası ile üstüniletken MgB<sub>2</sub> çekirdek arasındaki bölgede Cu, Mg, B ve oksijen oranlarının değişimi göstermektedir. Cu sinyali arayüze yaklaşıkça azalırken Mg ve B giderek artmış ve çekirdeğin ortasına doğru MgB<sub>2</sub> 'nin kimyasal oranına yaklaşmaktadır. Özellikle 100 µm ile 150 µm arasındaki arayüzeyde Mg miktarının bu kimyasal orandan yüksek olması bu bölgedeki fazla Mg un MgCu<sub>2</sub> alaşımı oluşturduğunu göstermektedir.

#### 4.4.1.3 Özdirenç Ölçüm Sonuçları

Şekil 4.4.5 de 400 °C de 2 saat tavllanmış ve tavlansmamış Mg katkılı MgB<sub>2</sub> kompozit tellere ait 50 mA akım sürülerek elde edilmiş özdirenç sıcaklık ölçüm grafiği verilmektedir. Buna göre T<sub>c</sub> Kritik geçiş sıcaklığı saf malzemelerde tavlama sıcaklığı çok fazla etkili olmazken %5 ve %10 Mg katkısı ile T<sub>c</sub> sıcaklığında yaklaşık 5-6 K civarında değişimler gözlenmektedir. %5 Mg katkıli tellerde sıcaklık 27 K den 33.5 K'e artarken %10 Mg katkıli kompozit tellerde ise 25 K'den 34.5 K'e yükselmiştir.



Şekil 4.4.5: 400 °C de 2 saat tavllanmış ve tavlansmamış Mg katkıli MgB<sub>2</sub> kompozit tellere ait özdirenç sıcaklık ölçüm grafiği

Kritik geçiş sıcaklığındaki benzer iyileşme 800 °C de 3 dakika tavlansmış tellerde de elde edilmiştir. Ancak 800 °C da 1 saat gibi uzun bir süre tavlansmış tellerde ise argon ortamında tavlansmasına rağmen geçiş gözlenmemiştir. Bu ise MgB<sub>2</sub>' ın Mg kaybından dolayı bozulduğunu ve üstüniletken olmayan başka fazların oluştuğunun bir göstergesidir. Bu aşamada Mg katkılama çok önemlidir. Kaybolan Mg yerine katılanmış Mg devreye gireceği için MgB<sub>2</sub> çekirdeğin yapısının bozulmasını önlemektedir. Bu denemeler sonunda Mg katkısının tavlama aşamasında önemli bir rol oynadığı, fazla Mg'un bir kısmının Cu kılıfla etkileşerek kılıfın iç duvarlarında MgCu<sub>2</sub> alaşımı oluşturarak bir tampon bölge oluşturduğuda görülmüştür. Ayrıca 400 °C de uzun süre tavlama ile 800 °C de kısa süre tavlamanın aynı sonuçlar verdiği ve MgB<sub>2</sub> kompozit tabletlerde olduğu gibi kompozit tellerin de mikroyapısını ve elektronik özelliklerini iyileştirdiği anlaşılmıştır.

#### 4.4.2 Ti Katkılı Cu Kılıflı Tellerin Üretimi

Titanyum atomu B atomunun hacimsel özelliklerine yakın olduğu için, ayrıca  $MgB_2$  gibi hexagonal bir yapıda olduğundan literatürde süperiletken  $MgB_2$  kompozitlerin elektrik özelliklerini arttırdığı vurgulanmıştır [FU, 2003]. Bunun üzerinde Bakır kılıflı Ti katkıli kompozit süperiletken  $MgB_2$  tellerle ilgili çalışmamızda Mg yerine 0% ile %20 arasında Ti katkısı yapılarak bakır kılıf kullanılmış ve tüp içinde toz yöntemi ile silindir merdane yardımıyla %5 lik adımlar ile kare şeklinde çekilerek 1 mm kalınlığında teller haline getirilmiştir. Uzunluğu yaklaşık 10 cm'den 2 m'ye uzatılarak, dış çapı ise 5 mm'den 1mm' ye kadar düşürülmüştür. Merkezdeki süperiletken çekirdek kısmının çapı 0.7-0.8 mm olan bu teller Ar gazı geçişinde 400 °C, 600 °C ve 800 °C de 1 saat fırınlandıktan (tavlandıktan) sonra elde edilen Cu kılıflı Ti katkıli kompozit süperiletken  $MgB_2$  tellerin yapısal ve elektriksel özellikleri XRD, SEM, ve R-T ölçümleri ile araştırılmış detaylı olarak aşağıda sunulmuştur.

##### 4.4.2.1 XRD Sonuçları

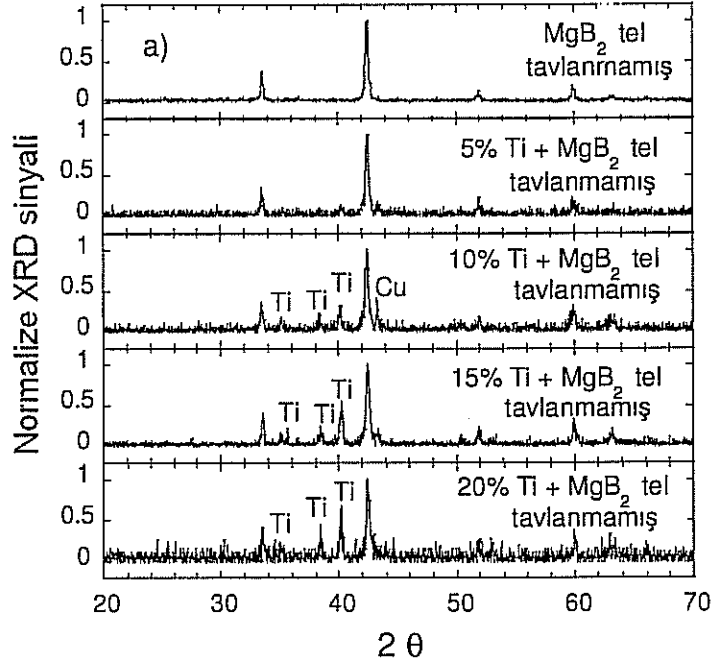
Tavlama sıcaklığına bağlı olarak yapısal özelliklerinin nasıl değiştiğini görmek için gerekli olan Ti ve Mg katkıli tellerde muhtemel XRD pik pozisyonları Tablo 4.4.1 de verilmiştir. Tavlanmış ve tavlınmamış Ti katkıli tellere ait XRD sonuçları Şekil 4.4.6 ile Şekil 4.4.9 arasında sunulmuştur.

Tablo 4.4.1: Ti ve Mg katkıli tellerde muhtemel XRD pik pozisyonları

Cu	43.23	50.41				
$Cu_2Mg$	42.58	44.7	21.84	51.88	57.18	
CuO	38.94	35.3				
$CuTi_2$	39.5	43.42				
$MgB_2$	42.48	33.6	51.98	59.95	63.29	66.1
$MgCu_2$	42.58	21.88	44.54	52.09	69.34	
Ti	40.16	38.35	35.08	53		
$Ti_2O$	39.78	37.05	34.98	51.88		
TiO	43.28	37.26				

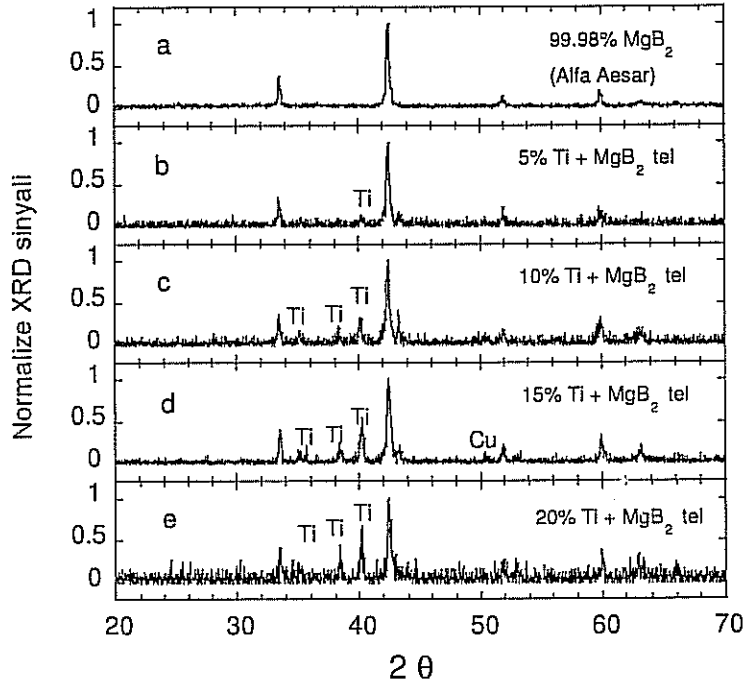
Şekil 4.4.6 da tavlınmamış Ti katkıli tellerden alınan XRD sonuçları görülmektedir. Buna göre Ti pikleri yüzdeler katkısı arttıkça belirginleşmektedir. Şekil 4.4.7 de ise 400 °C de bir saat tavlınmış Ti katkıli tellere ait sonuçlar da yine benzer özellikler göstermektedir. Şekil 4.4.8 de ise 600 °C de bir saat tavlınmış Ti katkıli tellere ait sonuçlar da yine Ti pikleri yüzdeler katkısı arttıkça belirginleşmektedir. Şekil 4.4.9 de ise 800 °C de bir saat tavlınmış Ti katkıli tellere ait sonuçlar da yine benzer özellikler göstermektedir. Fakat Mg

ergime sıcaklığı olan 600 °C in üzerindeki tavlamalarda  $MgB_2$  pikleri biraz bozulmaktadır fakat Ti piklerinin yerinde herhangi bir değişim olmamaktadır. Böylece Ti 'un  $MgB_2$  ile etkileşmediğini göstermektedir. Cu pikleri ise malzenin Cu kılıftan kazınması sırasında karışmıştır.

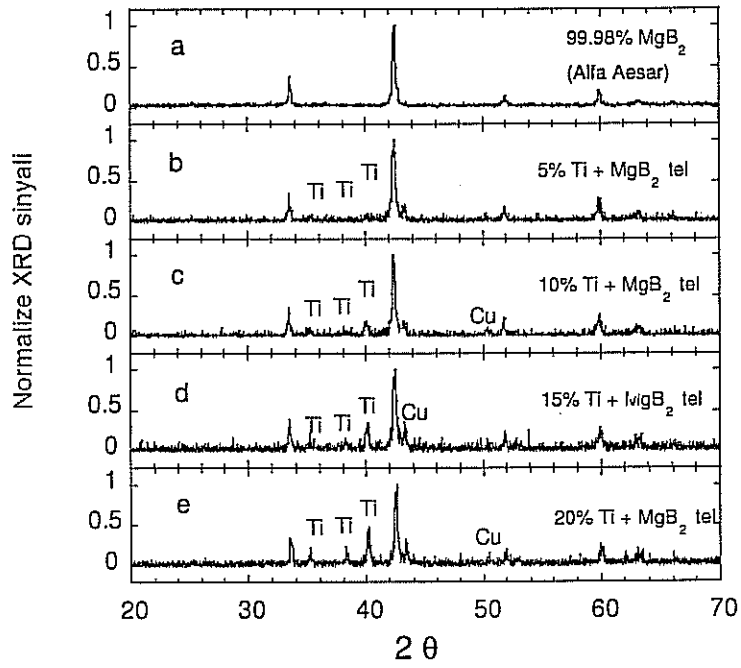


Şekil 4.4.6: Tavlannamış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu

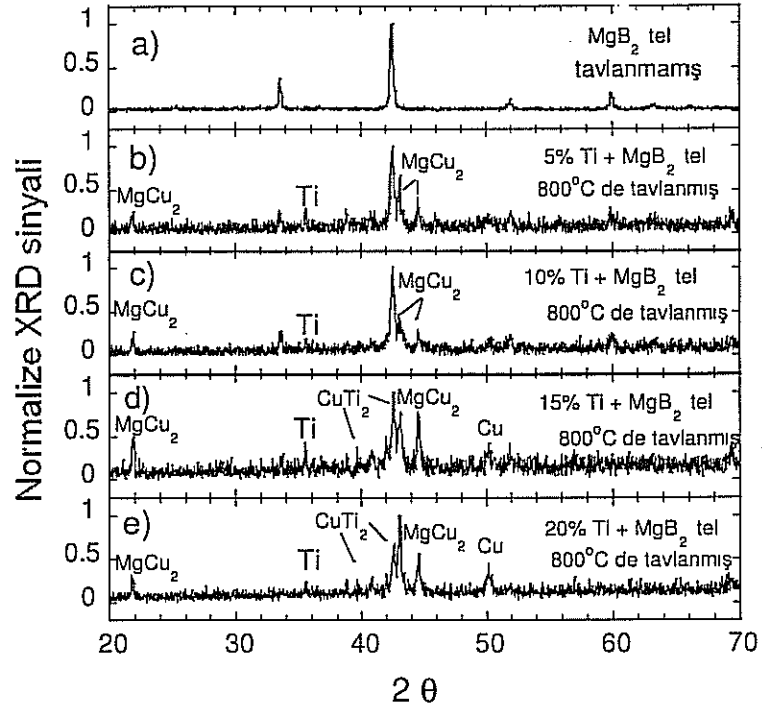
XRD ölçümlerinde Ti,  $MgCu_2$  ve  $CuTi_2$  pikleri görülmektedir. 800 °C de 1 saat tavlama sonucunda  $MgCu_2$  ve  $CuTi_2$  pikleri Cu kılıf ile  $MgB_2+Ti$  çekirdek arasındaki reaksiyon sonucunda oluşmuştur. Ayrıca üstüniletken  $MgB_2$  pikleri ise Mg difuzyonu sonucunda giderek zayıflamakta ve tamamen kaybolmaya başlayarak yerine kılıfın iç duvarlarında inter-metalik  $MgCu_2$  tabak oluşturmaktadır. Yapısal analizler Ti katkılama miktarının artırılmasıyla  $MgB_2$  piklerinin giderek küçüldüğünü göstermektedir. Burada Ti katkılamanın amacının parçacıklar arasındaki boşlukları doldurması düşünülürken Ti' un Cu kılıfla etkileşerek  $CuTi_2$  pikler oluşturduğu gözlenmektedir.



Şekil 4.4.7: 400 °C de bir saat tavllanmış Ti katkı tellere ait XRD sonucu



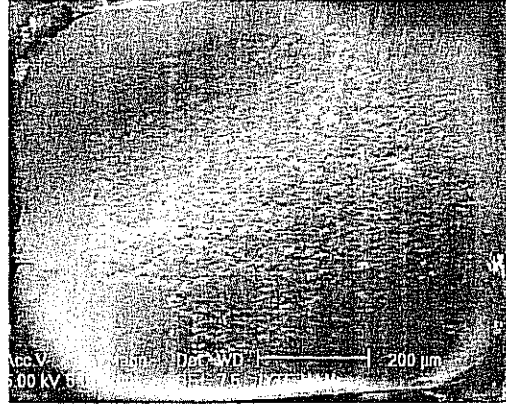
Şekil 4.4.8: 600 °C de bir saat tavllanmış Ti katkı tellere ait XRD sonucu



Şekil 4.4.9: 800 °C de bir saat tavllanmış Ti katkılı tellere ait XRD sonucu

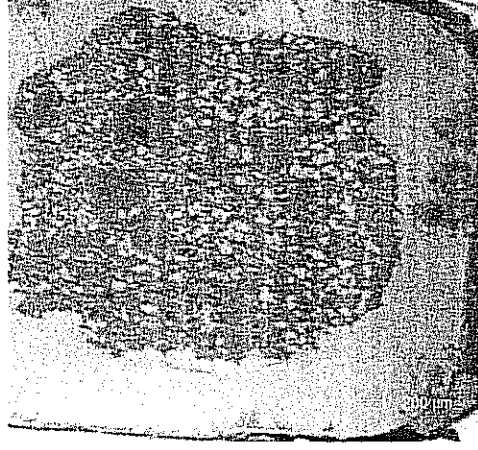
#### 4.4.2.2 SEM Sonuçları

Şekil 4.4.10 da 400 °C de 1 saat tavllanmış %5 Ti katkılı Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken telin SEM fotoğrafı verilmiştir. Kareye benzer yivli merdane ile ezerek yapıldığı için kare şeklinde gözükmektedir. Ti katkılı üstüniletken MgB<sub>2</sub> telin çapı yaklaşık 0.6 mm ve dış çapı ise 0.8 mm civarındadır.



Şekil 4.4.10: 400 °C de 1 saat tavllanmış %5 Ti katkılı Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken telin SEM fotoğrafı

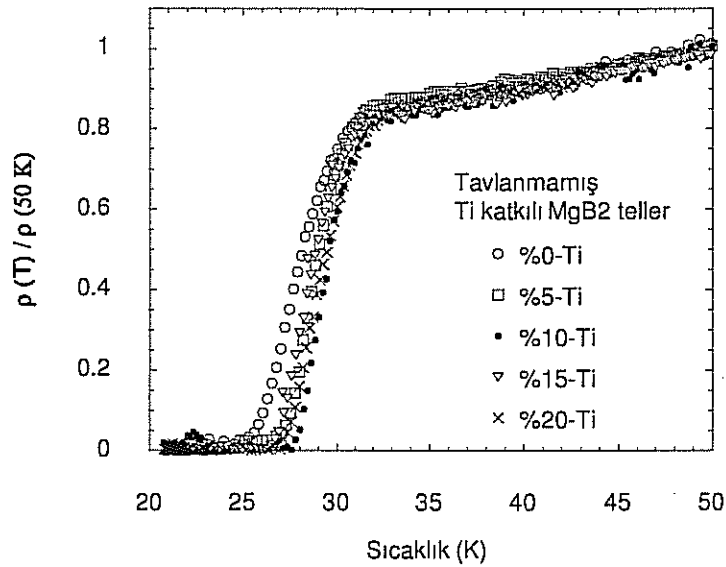
Benzer şekilde Şekil 4.4.11 de 400 °C de 1 saat tavllanmış %20 Ti katkılı Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken telin SEM fotoğrafı verilmiştir. Yivli Merdane ile ezerek yapıldığı için aynı şekilde kareye benzemektedir. Ti katkılı üstüniletken MgB<sub>2</sub> telin çapı yaklaşık 0.6 mm ve dış çapı yine 0.8 mm civarındadır. Üstüniletken çekirdek ve Cu kılıf net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4.4.11: 400 °C de 1 saat tavllanmış %20 Ti katkılı Cu kılıflı MgB<sub>2</sub>

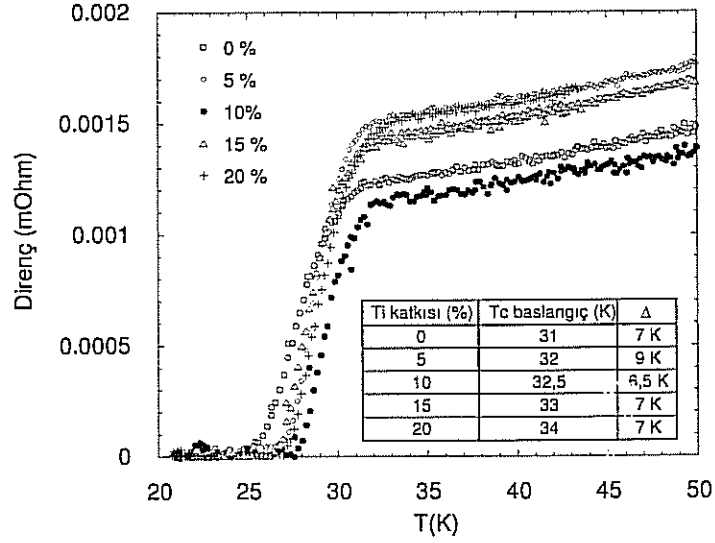
#### 4.4.2.3 DC Direnç Ölçüm Sonuçları

%0-%20 arasında Ti katkılı tavlınmamış Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin 50 K' deki dirence göre normalize edilmiş özdirenç sıcaklık grafiği şekil 4.4.12 de verilmiştir. Buna göre %10 Ti katkılı tellerin T<sub>c</sub> kritik geçiş sıcaklığı en yüksek olarak elde edilmiştir.



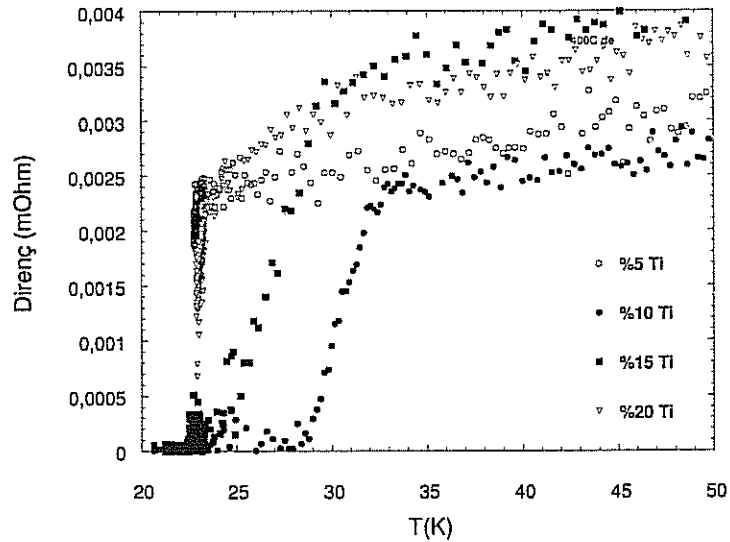
Şekil 4.4.12: Tavlınmamış değişik yüzdelerde Ti katkılı Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin özdirenç sıcaklık grafiği

Şekil 4.4.13 de ise tavlınmamış Ti katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin 50 mA akım uygulanarak elde edilmiş direnç - sıcaklık grafiği verilmiştir. Buna göre  $T_c$  başlangıç değerleri grafikte verilen tablo da görüldüğü gibi 31 K ile 34 K arasında değişmektedir.



Şekil 4.4.13: Tavlınmamış Ti katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği

Şekil 4.4.14 de  $400^\circ C$  de bir saat fırınlamış tellere 50 mA lik akım uygulanmış direnç-sıcaklık değişim görülmektedir. Yine 10% ve 15% katkılı teller 33.5 K civarında geçiş gösterirken %5 ve %20 Ti katkılı tellerde  $MgB_2$  çekirdek kılıf ile reaksiyona girdiği için veya başka sebeplerden dolayı daha düşük sıcaklıklarda geçiş gözlenmiştir. Mg katkılı malzemelerde olduğu gibi %10 katkı oranında yine maksimum kritik geçiş sıcaklığı elde edilmiştir. Ancak Ti katkılı tellerde tavlama işleminin herhangi bir iyileştirici katkısı olmamıştır.

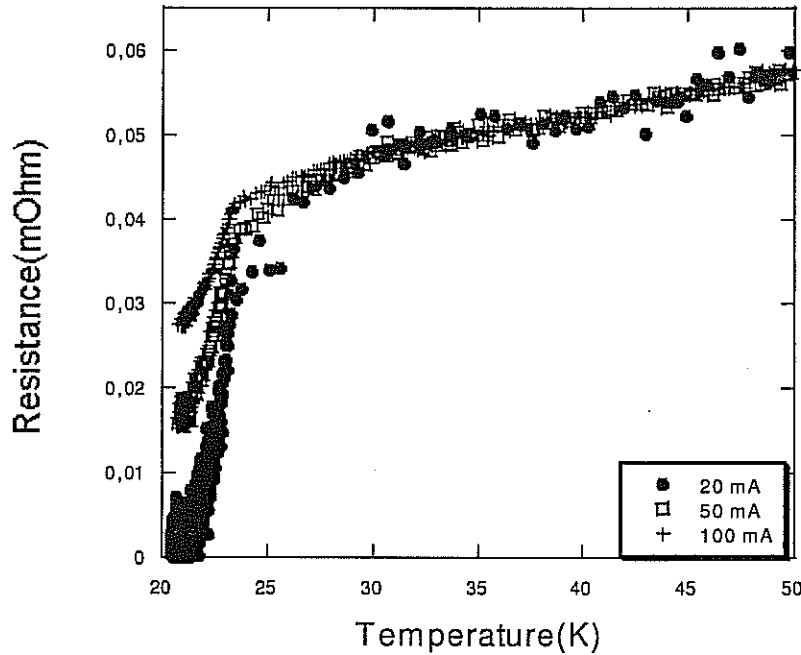


Şekil 4.4.14:  $400^\circ C$  de 1 saat tavlınmış Ti katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği



600 °C de 5 dakika tavllanmış 10% Ti katkılı tellerin 20, 50 ve 100 mA akım altında elde edilmiş direnç-sıcaklık ölçümleri şekil 4.4.15 de verilmiştir. Buna göre sürülen akım şiddeti arttıkça Joule ısınmasından dolayı kritik geçiş sıcaklığı düşmektedir. Diğer katkı oranları için 600 °C ve 800 °C de uygulanan tavlama işlemi kritik sıcaklığı 20 K den daha aşağı çektiğinde kullandığımız kryopompa sisteminin sınırlarının altında kaldığı için ölçülememiştir.

Çelik borularla ilgili yaptığımız son denemede istenilen mekanik özellikler maalesef oluşmamıştır. Çelik kılıf çok sert bir malzeme olduğu için hadde ile çekilmesi mümkün olmamaktadır. Silindir merdane ile çekildiği zaman telde 2 mm çapın altına inildiğinde tel boyunca çatlamlar söz konusu olmakta ve eğilip bükülebilme özelliğini tamamen yitirmektedir. Dolayısı ile makara ve bobin imalatı için uygun bir yapı oluşmamaktadır. Ayrıca lehim tutmadığı için bağlantılarda zorluk çıkmıştır.

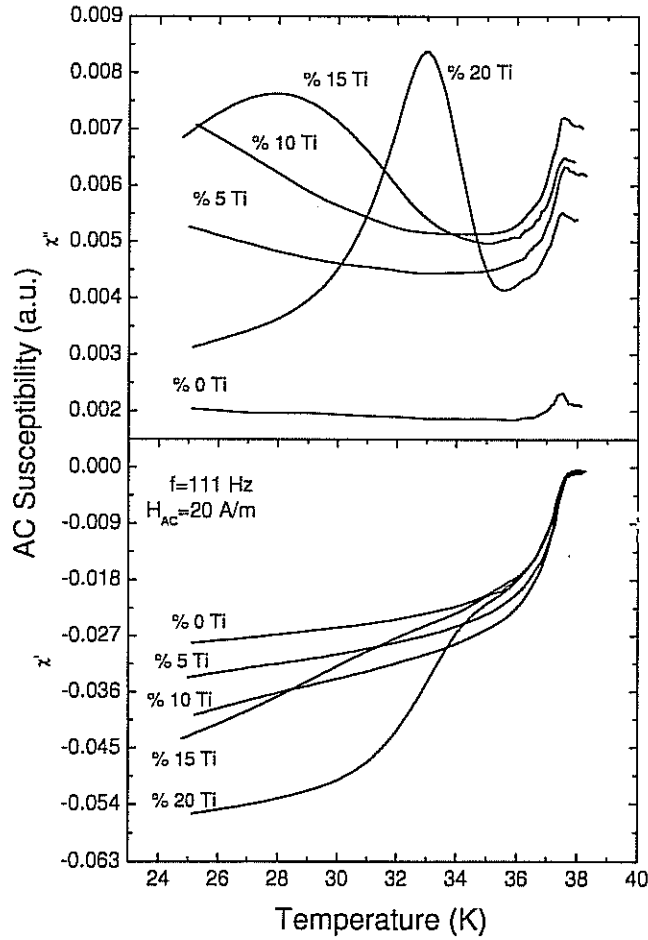


Şekil 4.4.15: 600 °C de 5 dakika tavllanmış 10% Ti Katkılı Tellerin 20, 50 ve 100 mA akım altında elde edilmiş direnç-sıcaklık ölçümleri.

Elde edilen Mg ve Ti katkılı MgB<sub>2</sub> tellerden 4 er cm kesilerek Ankara Üniversitesinde bulunan Lake Share 7130-model ac susceptometer ile ac manyetik özellikler ölçülerek incelenmek üzere gönderilmiştir. Katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üzerinde yapılan çalışmalar güzel sonuçlar vermiş ve hemen elde edilen sonuçlar ekte sunulduğu gibi makale olarak yazılmış ve Physica C basılmıştır. Bir sonraki bölümde ise Ti katkılı tellere ait ac magnetizasyon sonuçları sunulacaktır.

#### 4.4.2.4 AC Magnetizasyon sonuçları

AC manyetik alınganlık ölçümleri 20 K ile 40 K arasında yapılmıştır. Şekil 4.4.16 de Ti katkılı kompozit tellere ait  $\chi_{AC}(T)$  AC manyetik alınganlık ölçümleri verilmektedir. Burada 111 Hz frekansında 20 A/m lik bir manyetik bir manyetik alan uygulanmıştır. Bütün örneklerde diamagnetic geçiş yaklaşık 37.8 K civarında gerçekleşmiştir. Ti katkılamanın geçişlerin şeklinde önemli bir etkisi olduğu gözlenmiştir. İlk olarak, faz dışı bileşen artan Ti katkısı ile artmaktadır. Aynı fazda olan bileşen de aynı şekilde Ti katkı miktarıyla artmaktadır. Şekil 4.4.16 de verildiği gibi saf, %5 ve %10 Ti katkılı  $MgB_2$  örneklerin ölçümlerinde sadece bir tane pik gözükmemektedir. Diğer taraftan %15 ve %20 Ti katkılı  $MgB_2$  örneklerin ölçümlerinde ise iki tane pik gözükmemektedir. Yüksek sıcaklık üstüniletken malzemelerde temel manyetik alınganlık ölçümlerinde faz dışı bileşenlerde de çeşitli kayıp mekanizmalar sebebiyle ekstra pikler gözlenmiştir [R B FLIPPEN, 1994.].



Şekil 4.4.16: % 0 - % 20 Ti katkılı kompozit  $MgB_2/Cu$  tellerde AC manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişimi: Uygulanan frekans  $f=111$  Hz ve uygulanan manyetik alan ise 20 A/m.

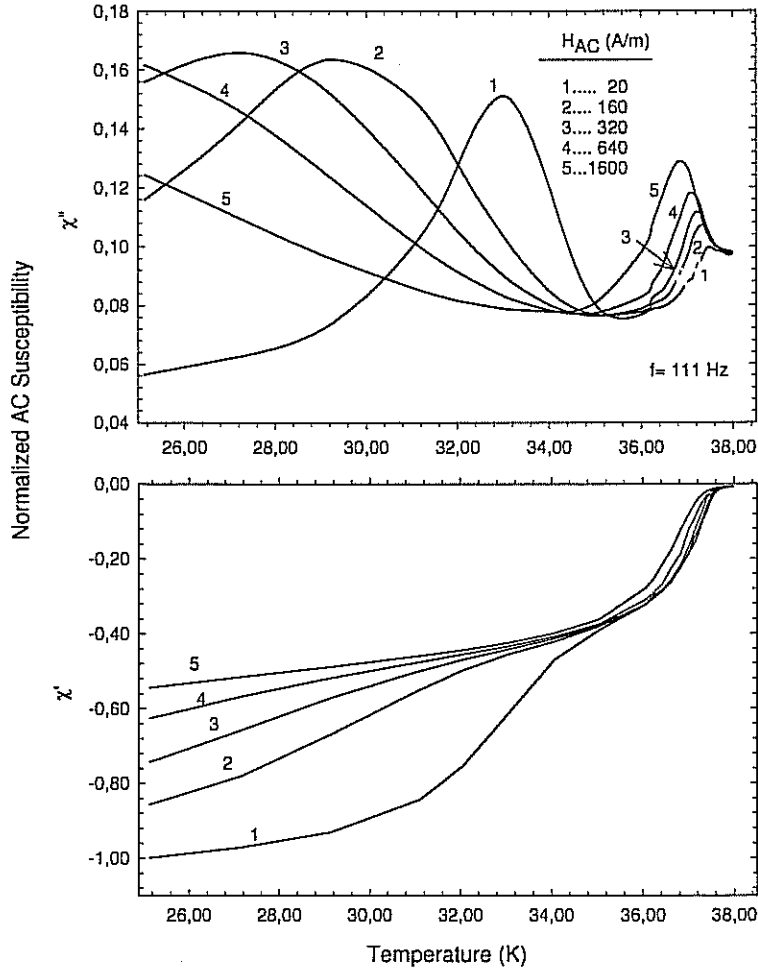
İkili pik elde edilmesinin bir çok sebebi olabilir: En açık sebebi homojen olmayan manyetik akının malzeme içine sızmasıdır. Homojon olmayan akı sızması iki veya daha fazla manyetik geçişe sebep olduğundan ikili pik şeklinin önemli sebeplerinden birisidir. Inhomojen akı sızmasının sebebi ise makroskopik kırıklar, düzensiz yönelime sahip bölgeler, homojen dağılmamış katkı veya değişken pozisyonlu üstüniletken matrislerden kaynaklanmaktadır [B FLIPPEN, 1992.]. Diyelimki %15 Ti-katkılı ve 20% Ti-katkılı malzemeler birbirinden bağımsız olmak üzere birisi yüksek diğeri ise düşük akım taşıyabilen matris bölgelerinden oluşsun. Bu durumda iki farklı ac manyetik alan sonucu iki farklı ac manyetik alınganlık pikinin oluşması mümkündür. İlk olarak, Ti katkısıyla giderek büyüyen küçük kuyruk oluşumu granüler yapıya sahip üstüniletkenlerde zayıf domain bağlantısının sonucu olabilir.

Bu senaryoda yeteri kadar yüksek manyetik alan şiddeti, fazdışı bileşini temsil eden üstteki pik genellikle domainlerin tersinmez hareketleriyle ilişkilidir. Diğer taraftan düşük pikler ise tersinmez manyetik akı hareketlerinin sonucudur. Bu ise çok iyi grain bağlantısı demektir. Böylece ikili pik Ti katkılı  $MgB_2$  kompozit malzemelerin granüler yapısından kaynaklanmaktadır.

Yüksek manyetik altında benzer fazdışı bileşenlerden oluşan ikili pikler %5 ve %10 katkılı malzemelerde de elde edilmiştir. Burada rutin olarak kullanılan manyetik alana göre çok daha yüksek manyetik alan kullanılmıştır.

AC kayıplar Ti katkısı ile artmasına rağmen hacimsel üstüniletkenlik daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Şekil 4.4.17 de %20 Ti katkılı  $MgB_2$  üstüniletken tellerde 111 Hz uygulanan değişken temel değişken manyetik alınganlığın sıcaklıkla değişimi verilmektedir. En üstteki pik'in yüksekliği artan ac manyetik alan şiddeti ile artmaktadır. Bu ise tersinmez manyetik akının grainlerin arasına sızmasından kaynaklanmaktadır. Buna ek eğriler artan manyetik alanla daha da aşağıya kaymaktadır. Burada sadece en yüksek Ti katkılı (%20) malzemelere ait ac manyetik alınganlıklar gösterilmiştir. Diğer katkıların sonuçları benzer olduğu için burada gösterilmemiştir.

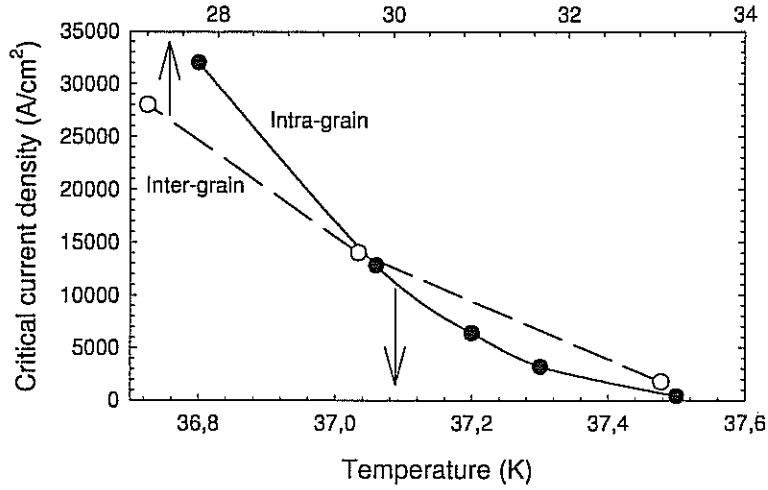
Quantitatif karşılaştırma yapabilmek için ölçüm sonuçları 2.5 K deki sonuçlara göre normalize edilmiştir. Şekil 4.4.17 de alt kısımdaki grafikte görüldüğü gibi manyetik alan 20 A/m uygulandığında iki kademeli geçiş oluşmaktadır.



Şekil 4.4.17: %20 Ti katkılı  $MgB_2$  üstüniletken tellerde 111 Hz uygulanan değişken temel değişken manyetik alınganlığın sıcaklıkla değişimi.

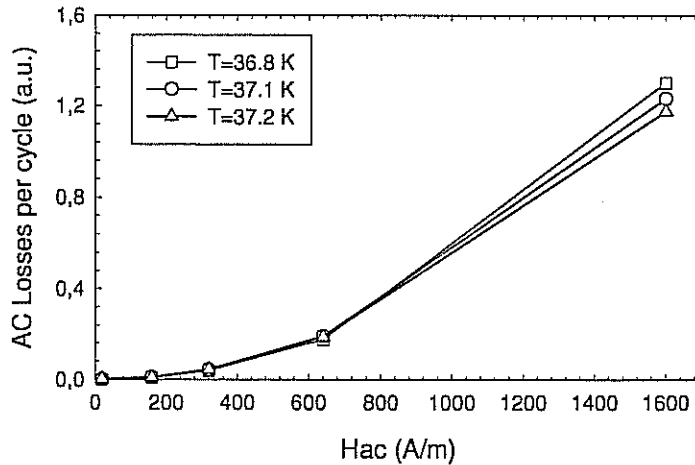
Yukarıdaki ani düşüş grainler arasındaki oluşan üstüniletkenlikle ilgili iken düşük sıcaklıklarda oluşan faz durumundaki bileşenlerin oluşturduğu yavaş geçiş ise üstüniletken grainler arasında oluşan akımın perdelenmesinden kaynaklanmaktadır. Bu ise grainler arasında Ti birikmesi demektir.

Uygulanan 20 A/m 'lik manyetik alana karşı 25 K civarında hacimsel bir üstüniletkenlik oluşmuştur. Hacimsel üstüniletkenlik daha yüksek manyetik alanlar için daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Faz dışı bileşenin pik pozisyonu geçiş sıcaklığını artan manyetik alana karşın daha düşük sıcaklıklara doğru çekmektedir. Bu pik pozisyonundan yararlanarak bu pik sıcaklığına karşı gelen kritik akım yoğunluğu hesaplanabilir. Bu durumda grainler içi ve dışı olmak üzere iki farklı kritik akım yoğunluğu oluşacaktır.



Şekil 4.4.18: % 20 Ti katkılı kompozit  $MgB_2/Cu$  katkılı teller için hesaplanan grainler içi ve grainler arası kritik akım yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi.

Şekil 4.4.18 de % 20 Ti katkılı kompozit  $MgB_2/Cu$  katkılı teller için 111 Hz uygulanan değişken manyetik alana karşı elde edilen ac manyetik alınganlıktan yararlanarak hesaplanan grainler içi ve grainler arası kritik akım yoğunluğunun sıcaklıkla değişimi verilmiştir. Buna göre sıcaklık düşerken kritik akım yoğunluğu artarak 36.5 K civarında  $3.5 \times 10^4 A/cm^2$  'ye kadar yükselmektedir. Bu ise kritik akımın 20 K civarında literatürde elde edilen değerlere yani  $10^5 A/cm^2$  ' den daha büyük değerlere ulaşması demektir. Üst eksen grainler arası (transport) için sıcaklık düzenlemesi için kullanılırken düşük eksen ise grainler için kritik akım için kullanılmıştır. Tellerin çapı 1 mm olduğundan ve sıcaklıktaki kaymadan dolayı grainler arası kritik akım grainler için kritik akımdan daha küçük olması beklenmektedir.



Şekil 4.4.19: Üç farklı sıcaklık için deneysel ac kaybın Hac manyetik alanla değişim grafiği

AC manyetik alınganlığın temel faz dışı bileşeninden yararlanarak Bean modeli kullanılarak ac kaybın hesaplanması çok kullanılan bir yöntemdir. Buna göre faz dışı manyetik alınganlık,  $\chi'' = A_H / \mu_0 \pi H_{ac}^2$ . Burada AH histerisis eğrisinin taradığı alandır. T =

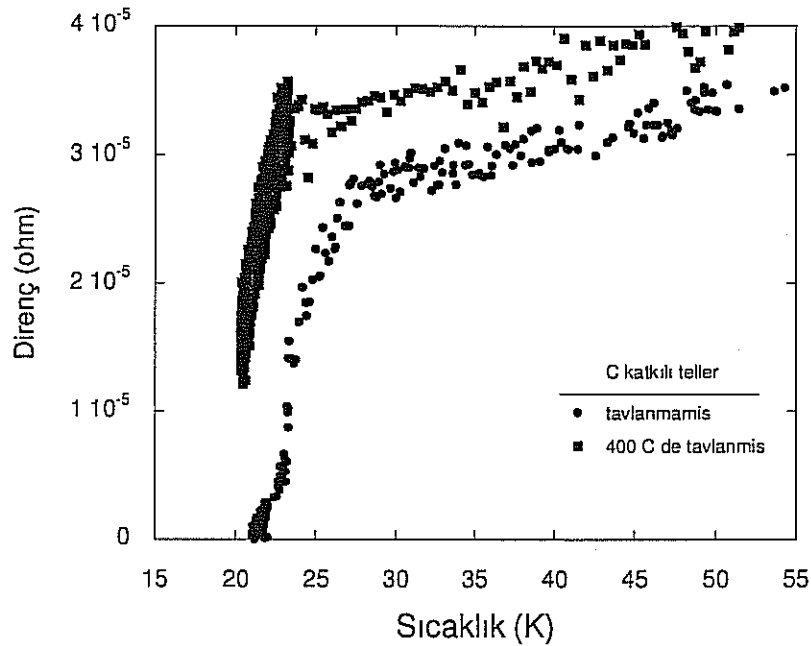
37.2, 37.1 ve 36.8 K için deneysel ac kaybın  $H_{ac}$  manyetik alanla değişim grafiği Şekil 4.4.19 da verilmiştir. Grafiktende görüldüğü gibi ac kayıp  $H_{ac}^2$  'nin parabolic bir fonksiyonu gibi davranmaktadır. Bu ölçümler Bean modeliyle tam olarak uyumludur.

Sonuç olarak bu çalışmada Ti-katkılı  $MgB_2$  kompozit üstüniletken teller delikli hadde ile ve silindir merdane ile tüp içinde toz metodu kullanılarak başarı ile üretilmiş ve XRD, SEM, R-T ve AC magnetizasyon ölçümleri ile karakterize edilmiştir. Bu çalışmada Ti katkısının ve tavlama sıcaklıklarının  $T_c$  geçiş sıcaklığına ve mikroyapıyı nasıl değiştirdiği araştırılmıştır. %10 ve %15 luk Ti katkısının  $T_c$  sıcaklığını artırırken tavlandığı zaman Ti katkısının Cu kılıfla etkileşerek üstüniletken  $MgB_2$  nin hem mikro yapısını hemde üstüniletkenliği bozduğu anlaşılmıştır.

### 4.4.3 C Katkılı Kompozit $MgB_2$ Pelletlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

#### 4.4.3.1 DC Direnç Ölçüm Sonuçları

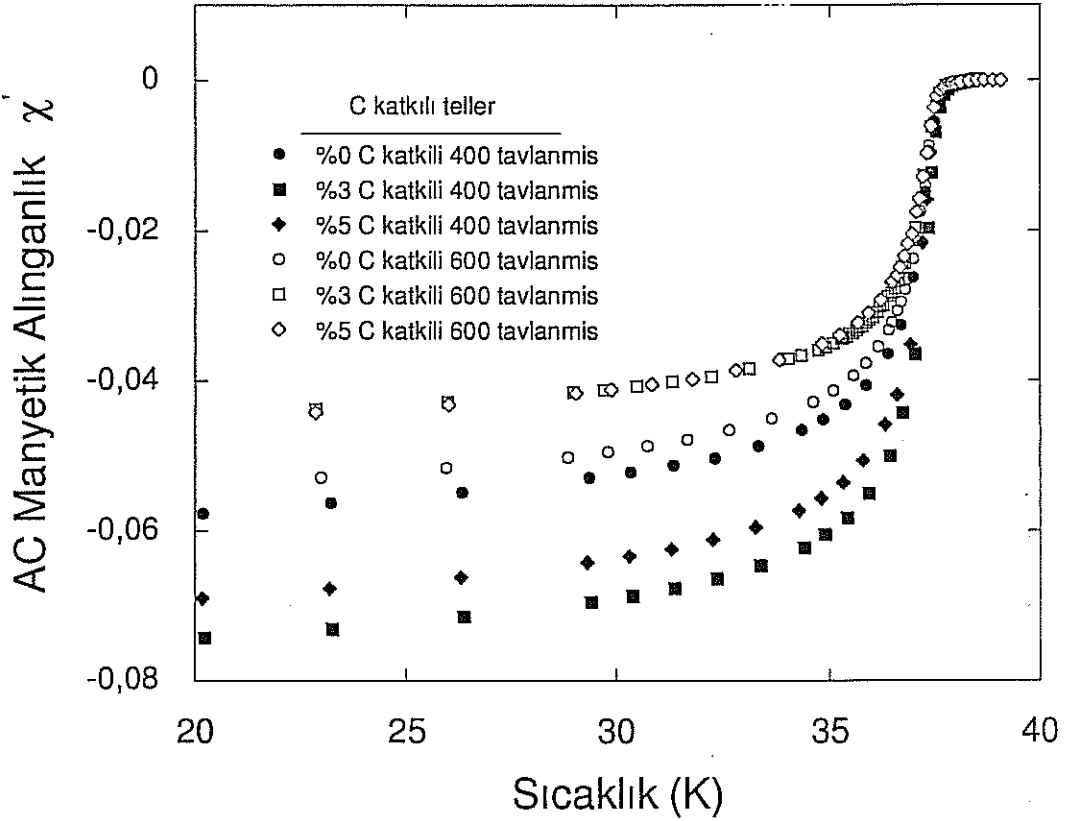
Tavlınmamış ve 400 °C'de tavlınmış C katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği şekil 4.4.20 de verilmiştir. Buna göre C katkılanmış malzemeler de Cu kılıf ile C 'nun etkileşmesi sonucu üstüniletken  $MgB_2$  etkilenmiş ve kritik geçiş sıcaklığı  $T_c$  düşmüştür.



Şekil 4.4.20: Tavlınmamış ve 400 °C'de tavlınmış C katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin direnç sıcaklık grafiği.

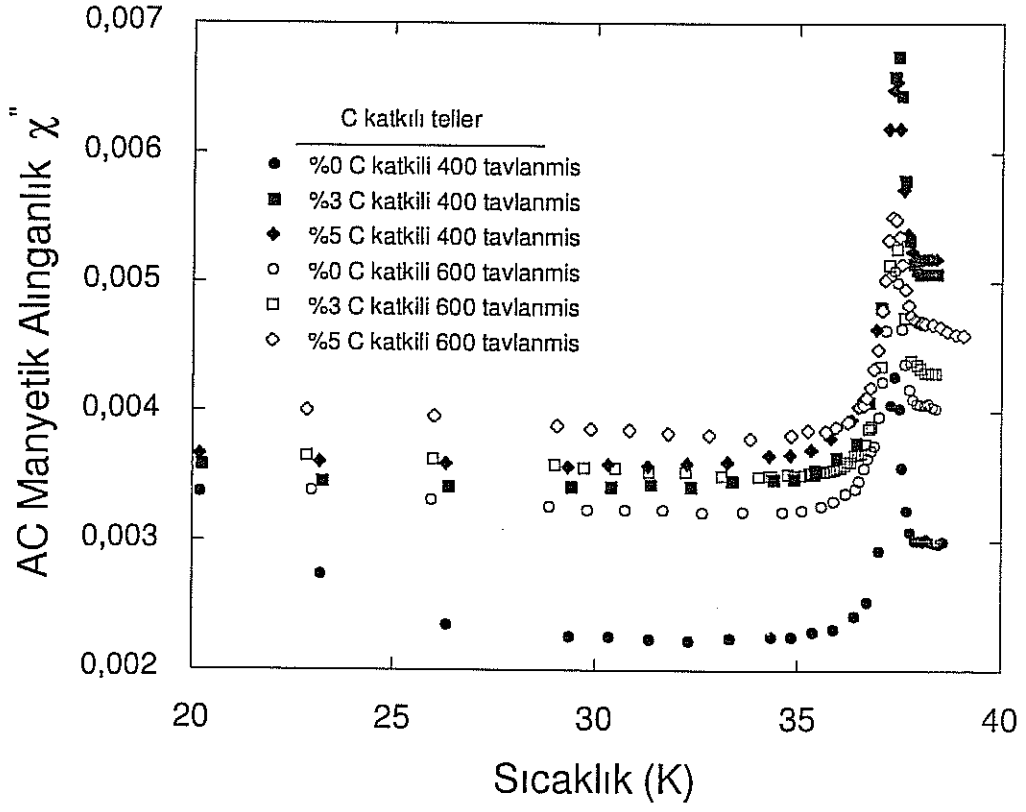
#### 4.4.3.2 AC Magnetizasyon Sonuçları

Şekil 4.4.21 de tavlınmamış, 400 ve 600 °C'de tavlınmış C katkılı ve katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin AC manyetik alınganlık  $\chi'$  sıcaklık değışim grafiđi verilmiştir. Buna göre C katkı miktarı ve tavlama sıcaklıđı arttıkça manyetik alınganlık  $\chi'$  sıfıra yaklařmaktadır. Bu ise üstüniletken fazların azaldıđını göstermektedir.



Şekil 4.4.21: Tavlınmamış, 400 ve 600 °C'de tavlınmış C katkılı ve katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin AC manyetik alınganlık  $\chi'$  sıcaklık değışim grafiđi

Şekil 4.4.22 de ise tavlınmamış, 400 ve 600 °C'de tavlınmış C katkılı ve katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin AC manyetik alınganlık  $\chi''$  sıcaklık değışim grafiđi verilmiştir. Buna göre hacimsel diamanyetik geçiş 37,5 K civarında gerçekteşirken C katkı miktarı ve tavlama sıcaklıđı arttıkça ac kayıp artmakta ve üstüniletken çekirdek MgB<sub>2</sub> kötü yönde etkilenmektedir.



Şekil 4.4.22: Tavlanmamıř, 400 ve 600 °C'de tavlannıř C katkılı ve katkısız Cu kılıflı MgB<sub>2</sub> üstüniletken tellerin Ac manyetik alınganlık  $\chi$  sıcaklık deęiřim grafięi



## SONUÇ VE ÖNERİLER

Sonuç olarak,  $H_3BO_3$ 'ten başlayarak,  $B_2O_3$ 'ten indirgemek suretiyle %93' lük bir saflıkta "elemental amorf Bor" elde edilmiş ve Mg ile katıhal reaksiyonuna sokulması sonucunda üstüniletken  $MgB_2$  başarılı olarak üretilmiştir. Elde edilen  $MgB_2$  nin kalitesi XRD, SEM, EDX ve sıcaklığa bağlı öz direnç ölçümleri sonucunda ortaya konulmuştur. Elde edilen üstüniletken tozun  $MgB_2$  32 K'de üstüniletkenliğe geçişi yaptığı gözlenmiştir. Ancak üretilen  $MgB_2$ 'ün geçiş sıcaklığı'nın 39 K'den daha düşük olması, üretilen  $MgB_2$  tozların kalitesinin düşük olmasından değil, öz direnç ölçümlerinde kullanılan örneklerin yoğunluklarının  $MgB_2$  teorik yoğunluğundan düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (M. EĞİLMEZ, 2004).

Bor üretiminde saflığın artırılması çalışmalarında bir kaç yeni yöntem denenmiş ve bunların içerisinde Soxhlett yıkama işlemi sonunda MgO pikleri giderek azalarak tamamen kaybolduğu görülmüştür. Böylece ürettiğimiz B un asitle yıkama işlemiyle saflaştırılması için gereken ortalama 10 günlük süre 1 güne indirilerek aynı zamanda verim artırılarak kullanılan çözügen miktarı büyük ölçüde azalmıştır. Böylelikle zaman ve malzemedeki büyük ölçüde tasarruf edilmiştir. Bundan sonraki aşama XRD ve EDX ile tesbit edilemeyecek kadar az olan safsızlık miktarının ICP gibi daha hassas ölçümlerle belirlenmesidir.

Ayrıca Mg katkı oranının ve pellet ve tablet hazırlama koşullarının  $MgB_2$  nin özelliklerini nasıl artırdığı incelenmiştir. Bu çalışma sonunda XRD ölçümlerinden üstüniletken  $MgB_2$  ile Mg arasında herhangi bir reaksiyon olmadığı ve MgO dışında herhangi bir faz oluşturmadığı anlaşılmıştır. Benzer sonuçlar Mg'un ergime sıcaklığının altında yani sıcaklık  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  kadar sıcaklığa kadar geçerli olduğu gözlenmiştir. Uygulanan basınç yoğunluğu, kritik geçiş sıcaklığını arttırmıştır. Düşük yoğunluklarda porozite ve parçacıklar arasındaki zayıf bağlantıdan dolayı daha geniş bir geçiş gözlenmiştir. Öz direnç ölçümleri ile manyetik alan ölçümleri arasında benzer sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca üstüniletken  $MgB_2$  / Mg kompozit tabletlerin  $T_c$  sıcaklığının Mg katkı oranıyla değiştiği ve %10 civarında maximum kritik geçiş sıcaklığı gözlenmiştir. En yüksek  $T_c$  başlangıcı  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  de 37,5 K iken  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  de 37,8 K ile 5% Mg katkılı örnekte ve 10% Mg katkılı örnekte elde edilmiştir. Katkı miktarının artırılmasıyla  $MgB_2$  metalik özellik kazanarak öz direncinin ve mekanik özelliklerinin arttığı gözlenmiştir.

Bakır kılıflı süperiletken  $MgB_2$  toz içerikli tellerin üretimi ve karakterizasyonu ile ilgili çalışmalarda %0, %5 ve %10 oranlarında Mg ile katkılama yapıldıktan sonra 5 mm

çapında ve 100 mm boyunda Cu borulara doldurularak %5 adımlarla 3 mm e kadar delikli hadde ile çekilmiş ve daha sonra 1.5 mm'e kadar silindir merdane ile ezilerek 2 m'ye kadar uzatılmış teller 800 °C de 3 dakika gibi çok kısa bir süre tavllanmış ve 400 °C de ise 2 saat gibi uzun süre tavlanaarak tavlama sıcaklığının üstüniletken MgB<sub>2</sub>/Mg kompozit mikroyapıya ve elektronik özelliklere olan etkisi incelenmiştir. Bu inceleme sonucunda kritik geçiş sıcaklığının 400 °C de 2 saat tavlama sonunda arttığı gözlenmiştir. Benzer iyileşme 800 °C de 3 dakika tavllanmış tellerde de elde edilmiştir. Ancak 800 °C da 1 saat gibi uzun bir süre tavllanmış tellerde ise argon ortamında tavlanamasına rağmen geçiş gözlenmemiştir. Bu ise MgB<sub>2</sub>' un Mg kaybından dolayı bozulduğunu ve üstüniletken olmayan başka fazların oluştuğunun bir göstergesidir. Bu aşamada Mg katkılama çok önemlidir. Kaybolan Mg yerine katılanmış Mg devreye gireceği için MgB<sub>2</sub> çekirdeğin yapısının bozulmasını önlemektedir. Bu denemeler sonunda Mg katkısının tavlama aşamasında önemli bir rol oynadığı, fazla Mg'un bir kısmının Cu kılıfla etkileşerek kılıfın iç duvarlarında MgCu<sub>2</sub> alaşımı oluşturarak bir tampon bölge oluşturduğuda görülmüştür. %10 Mg katkılama ile maksimum kritik geçiş sıcaklığı elde edilmiştir. Ayrıca 400 °C de uzun süre tavlama ile 800 °C de kısa süre tavlamanın aynı sonuçlar verdiği ve MgB<sub>2</sub> kompozit tabletlerde olduğu gibi kompozit tellerin de mikroyapısını ve elektronik özelliklerini iyileştirdiği anlaşılmıştır.

Bakır kılıflı Ti katkılı kompozit süperiletken MgB<sub>2</sub> tellerle ilgili çalışmamızda Mg yerine 0% ile %20 arasında Ti katkısı yapılarak Bakır kılıf kullanılmış ve tüp içinde toz yöntemi ile silindir merdane yardımıyla %5 lik adımlar ile kare şeklinde çekilerek 1 mm kalınlığında teller haline getirilmiştir. Uzunluğu yaklaşık 10 cm'den 2 m'ye uzatılarak, dış çapı ise 5 mm'den 1mm' ye kadar düşürülmüştür. Merkezdeki süperiletken çekirdek kısmının çapı 0.7-0.8 mm olan bu teller Ar gazı geçişinde 400 °C, 600 °C ve 800 °C de 1 saat fırınlandıktan (tavlandıktan) sonra elde edilen Cu kılıflı Ti katkılı kompozit süperiletken MgB<sub>2</sub> tellerin yapısal ve elektriksel özellikleri XRD, SEM, ve R-T ölçümleri ile araştırılmıştır.

XRD ölçümlerinde 800 °C de 1 saat ısı tavlama sonucunda MgCu<sub>2</sub> ve CuTi<sub>2</sub> pikleri Cu kılıf ile MgB<sub>2</sub>+Ti çekirdek arasındaki reaksiyon sonucunda oluşmuştur. Ayrıca üstüniletken MgB<sub>2</sub> pikleri ise Mg difuzyonu sonucunda giderek zayıflamakta ve tamamen kaybolmaya başlayarak yerine kılıfın iç duvarlarında inter-metalik MgCu<sub>2</sub> tabak oluşturmaktadır. Yapısal analizler Ti katkılama miktarının artırılmasıyla MgB<sub>2</sub> piklerinin giderek küçüldüğünü göstermektedir. Burada Ti katkılamanın amacının parçacıklar arasındaki

boşlukları doldurması düşünülürken Ti' un Cu kılıfla etkileşerek  $CuTi_2$  pikler oluşturduğu gözlenmiştir.

%0-%20 arasında Ti katkılı tavlınmamış Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken tellerin öz direnç sıcaklık ölçümleri yapılmıştır. Buna göre %10 Ti katkılı tellerin  $T_c$  kritik geçiş sıcaklığı en yüksek olarak elde edilmiştir. Ancak tavlama sıcaklığı arttıkça kritik geçiş sıcaklığı düşmüştür. Ti katkılı tellerde 600 °C ve 800 °C de uygulanan tavlama işlemi kritik sıcaklığı 20 K den daha aşağı çektiğinde kullandığımız kryopompa sisteminin sınırlarının altında kaldığı için ölçülemediği görülmüştür.

111 Hz frekansında 20 A/m lik bir manyetik alan uygulanarak 20 K ile 40 K arasında AC manyetik alınganlık  $\chi_{AC}(T)$  ölçümleri yapılmıştır. Ti katkılı korpozit tellerin hepsinde diamagnetic geciş yaklaşık 37.8 K civarında gerçekleşmiştir. Ti katkılanmanın geçişlerin şeklinde önemli bir etkisi olduğu gözlenmiştir. Artan Ti katkısı ile aynı fazda olan bileşen ve faz dışı bileşen artmaktadır. Saf , %5 ve % 10 Ti katkılı  $MgB_2$  örneklerin ölçümlerinde sadece bir tane pik gözlenirken diğer taraftan %15 ve % 20 Ti katkılı  $MgB_2$  örneklerin ölçümlerinde ise faz dışı bileşenlerde çeşitli kayıp mekanizmalar sebebiyle iki tane pik gözlenmiştir.

Benzer şekilde tüp içinde toz yöntemi ile C katkılı Cu kılıflı  $MgB_2$  üstüniletken teller üretilerek elektriksel ve manyetik alınganlık ölçümleri yapılmıştır. Reaksiyon amaçlı kullanılan aktif C amorf bir yapı gösterdiği için XRD ölçümlerinde herhangi bir pik göstermediğinden XRD ölçümlerinden vazgeçilmiştir. Yapılan direnç sıcaklık ölçümleri sonucunda C katkılanmış malzemeler de Cu kılıf ile C 'nun etkileşmesi sonucu üstüniletken  $MgB_2$  etkilenmiş ve kritik geçiş sıcaklığı  $T_c$  düşmüştür. Ancak Fe kılıf ile C 'un etkileşmesi ileriye dönük araştırılabilir.

Bu proje kapsamında Fe ve çelik kılıflı süperiletken  $MgB_2$  tellerin üretilmeye çalışıldı. Fe tellerin üretilmesi için üzerinde 6 mm'den 1 mm'e, %5 oranlarla giderek küçülen delikli kuyumcu kalıbı (çekme haddesi), ikincisi ise "rolling mills" denilen elle çekmeli çelik silindir merdane olmak üzere iki farklı sistem denenmiştir. Fe tellerin üretimi ile sırasında karşılaşılan en önemli sorunlardan biri tellerin çekilmesi esnasında kırılmaları, çatlama ve kopmalar olmuştur. Telleri kalıplar ile çekerken kopmalar ve çatlama görülürken, rolling mills tekniğinde ise örneklerin istenildiği gibi düzgün biçimde şekillenmediği, tel boyunca ezilmelerin ve çatlakların meydana geldiği görülmüştür. Bu sorunun merdanenin oluklarının kare şeklinde olmasından kaynaklandığı düşünülerek, kullanılan silindir sitemine uygun yeni dairesel oluklu merdane çiftinin yaptırılmasına karar verildi. Bu merdanelerin yapımı IYTE

bünyesindeki mekanik atölyede gerçekleştirildi ve Fe kılıflı teller üretilmeye çalışıldı. Ancak merdana ile ezme sırasında oluşan aşırı sertlikten dolayı yine çatlamlar oluşmuş ve üstüniletken çekirden  $MgB_2$  fitil dışarıya çıkmıştır. Bu durumda Fe kılıflı tellerin yapımından geçici olarak vaz geçilmiştir. Ancak bundan sonraki aşamada sertleşmeyi önlemek için silindir merdane ile ezmeden önce her adımda  $450\text{ }^\circ\text{C}$  civarında en az yarım saat ısıtım yapılabilir. Böylece sertleşmiş Fe tel kılıfların yumuşaması sağlanabilir. Bu işlem  $MgB_2$  üstüniletken çekirdeğinde daha iyi sıkışmasını ve toz parçacıkları arasındaki bağlantıyı artırarak  $J_c$  akım yoğunluğunu artırabilir. Yüksek sıcaklık üstüniletken tellerin yapımında sıkça kullanılan tokaçlama (swaging) sistemi satın alınarak Fe kılıflı  $MgB_2$  tellerin üretimi yapılabilir. Bu projenin bütçesi bu sistemin alınmasına yeterli olmadığı için bu çalışma çekmeli hadde ve silindir merdane yöntemi ile sınırlı kalmıştır. Ancak yukarıda önerilen çalışmalar bir başka ileri proje olarak uygulamaya sokulabilir. Yine de bu projenin ülkemizde ilk defa yapılması itibarıyla, elemental bor üretimi ve karakterizasyonu ve Cu kılıflı  $MgB_2$  tellerin üretimi ve karakterizasyonu konusunda önemli bir gelişme kaydettiğine, bilgi birikimi ve deneyim kazandırdığına inanıyoruz.

## YARARLANILAN KAYNAKLAR LİSTESİ

ASWALL, D.K. et al. *Physica C* 363 149, (2001)

BOR KONFERANSI II, <http://www.maden.org.tr/bor2004>, (2004)

CANFIELD P.C., Finnemore D.K., Budko S.L., Superconductivity in Dense MgB<sub>2</sub> wires, *Phys. Rev. Lett.* 86, 2423, (2001).

CHEN, I., et al. *Metallurgical society press*, New York, (1988)

DUNAND, C. David *Appl. Phys. Lett.* 79, 4186, (2001)

EĞİLMEZ M., Gunel A., Okur S., Tanoglu M. and Ozyuzer L., Electrical and Microstructural Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites, *Key Engineering Materials* 266, 1197-1201, (2004)

EĞİLMEZ M., "Electrical, Microstructural and Mechanical Properties of MgB<sub>2</sub>/Mg Metal Matrix Composites", M.Sc. Thesis May 2004, İzmir Institute of Technology

FANG H., Putman P. T., Padmanabhan S., Zhou Y. X. and Salama K., Transport critical current on Fe-sheathed MgB<sub>2</sub> coils, *Supercond. Sci. Technol.* 17717-720, (2004)

FU B.Q., Feng Y., Yan G., Liu C.F., Zhou L., Cao L.Z., Ruan K.Q., Li X.G., High transport critical current in MgB<sub>2</sub>/Fe wire by in situ powder-in-tube process, *Physica C* 392, 1035, (2003)

GENCER A., Okur S., Kılıç A., Güçlü N., Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB<sub>2</sub>/Cu Wires, *IEEE Transaction*, 1051, 8223, (2005)

GLOWACKI B.A., Majoros M., Vickers M., Evetts J.E., Shi Y., Mcdougall I., Superconductivity of powder-in-tube MgB<sub>2</sub> wires, *Supercond. Sci. Technol.* 14, 193 (2001).

GRANT P. M., Electrical Power Application, *The American Physical Society*, (APS) MgB<sub>2</sub> Special Sesion, (2001)

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

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

KIRK-OTHMER, *Encyclopedia of Chemical Technology*, ed: Herman f. Mark, Vol.3 Interscience Publisher, Joh Wiley and Sons, Inc, New York, (1967)

MACHI T, Shimura S., Koshizuka N and Murakami M, "Fabrication of MgB<sub>2</sub> superconducting wire by in situ powder in tube method, *Physica C* 392, 1039, (2003)

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

OKUR S., Eğilmez M., Yavaş M., Tanoğlu M., Özyüzer L., Development of Supercunducting MgB<sub>2</sub> Wires and Tapes for Electrical Power Applications, The First International Exergy, Energy and Environment Symposium (IEEES-1), IZMIR, TURKEY (2003)

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

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

SERQUÍS A., Civale L., Coulter J. Y., Hammon D. L., Liao X. Z., Zhu Y. T., Peterson D. E., Mueller F. M., Nesterenko V. F., and Indrakanti S. S., Large field generation with Hot Isostatically Pressed Powder-in-Tube MgB<sub>2</sub> coil at 25 K, *RAPID COMMUNICATION cond-mat/0404052 v3 23*, (2004)

SHARONI, A. et al. *Condens. Matter.* 13, L503, (2001)

SOLTANIAN S., Horvat J., Wang X.L., Tomsic M. and Dou S.X., Transport critical current of Solenoidal MgB<sub>2</sub>/Cu Coils Fabricated Using a Wind-Reaction In-situ Technique,, *Superconductor Science and Technology*, 16 L4-L6, (2003)

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/MgB<sub>2</sub> and Ag/MgB<sub>2</sub> superconducting wires using the fast formation method, *Physica C* 382 187-193, (2002)

SUO H.L., Beneduce C., Dhall M., Musolino N., Genoud J.Y., Flükiger R., Hot isostatic pressing of powder in tube MgB<sub>2</sub> wires, *Appl. Phys. Lett.* 79, 3116, (2001).

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

TAKANO K., Takeya H., Fujii H., Kumakura H., Hatano T., Togano K., Superconducting properties of MgB<sub>2</sub> bulk materials prepared by high-pressure sintering, *Appl. Phys. Lett.* 78, 2914, (2001).

U.S. Geological Survey Minerals Yearbook ,1999

WANG X.L., Soltanian S., Horvat J., H.Li A., Qin M.J., Liu H.K., Dou S.X., Very fast formation of superconducting  $MgB_2/Fe$  wires with high  $J_c$ , *Physica C* 361 149, (2001).

YAMAMOTO Y., Osamura A, Balamurugan K, Nakamura S, Hoshino T, and Muta I, Mechanical and superconducting properties of PIT-processed  $MgB_2$  wire after heat treatment, *Super Cond. Sci. Technol.* 16, 1052, (2003)

YAVAŞ M., S. Okur, M. Eğilmez, M. Kalkanci, L. Özyüzer, "Fabrication of superconducting  $MgB_2$  from boric acid ( $H_3BO_3$ ) and Its microstructural and electrical characterization, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* 7, 407-411, (2005)

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  $MgB_2$ , *Physica C*, 386, 611 (2003)

## PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

1-80

<b>Proje Kodu:</b> TBAG 2215
<b>Proje Başlığı:</b> Üstüniletken MgB <sub>2</sub> Tellerin Üretimi ve Karakterizasyonu
<b>Proje Yürütücüsü ve Yardımcı Araştırmacılar:</b> Proje Yürütücüsü: Doç Dr Salih Okur Doç. Dr. Lütfi Özyüzer, Prof. Dr. Doğan Abukay, Yard. Doç. Dr Mehtap Emirdağ, Doç. Dr Metin Tanoğlu, Mehmet Eğilmez
<b>Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:</b> İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü, Gülbahçe Kampüsü, Urla, TR-35437 İzmir
<b>Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:</b> TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU Tunus Cad. No: 80, 06100 Kavaklıdere/ANKARA
<b>Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:</b> 1 Ağustos 2002 - 1 Ağustos 2005
<b>Öz (en çok 70 kelime)</b> Bu çalışmada, H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> 'ten başlayarak, Mg ile katihal reaksiyonuyla B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 'ten %93' lük bir saflıkta "elemental amorf Bor" ve üstüniletken toz MgB <sub>2</sub> üretilmiş ve 32 K'de geçiş yaptığı gözlenmiştir. Daha sonra tüp içinde toz yöntemi kullanılarak Mg, Ti ve C katkısı yapılarak kompozit Cu 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.
<b>Anahtar Kelimeler:</b> Üstüniletken MgB <sub>2</sub> , Tüp içinde toz yöntemi, Üstüniletken teller, Üstüniletken kritik geçiş sıcaklığı, Üstüniletken kritik akım yoğunluğu
<b>Projeden Kaynaklanan Yayınlar:</b> 1. S. Okur, M. Kalkanci, M. Yavas, M. Egilmez, L. Ozyuzer, "Microstructural and electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB <sub>2</sub> superconducting wires", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7, 411-415, 2005 2. A. Gencer, S. Okur, A. Kılıç, N. Güçlü, " Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB <sub>2</sub> /Cu Wires", IEEE Transaction, 1051, 8223, 2005 3. M. Yavaş, S. Okur, M. Eğilmez, M. Kalkanci, L. Özyüzer, "Fabrication of



- superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) and Its microstructural and electrical characterization”, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7, 407-411, 2005
4. M. Egilmez, A. Gunel, **S. Okur**, M. Tanoglu and L. Ozyuzer, "Electrical and Microstructural Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites" Key Engineering Materials 266, 1197-1201, 2004
  5. A. Kılıç, **S. Okur**, N. Güçlü, U. Kölemen, O. Uzun, L. Ozyuzer, A. Gencer, "Structural and low-field magnetic characterization of superconducting MgB<sub>2</sub> wires " Physica C vol. 415, pp. 51-56, 2004
  6. **Bildiri:** M. Yavas, **S.Okur**, M. Egilmez, M. Kalkancı, L. Ozyuzer, "Üstüniletken MgB<sub>2</sub>'ün Borik Asitten (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) Üretimi ve Yapısal ve Elektriksel Karakterizasyonu", II. International Bor Semposium Proceeding, page 181, II. International Bor Semposium, September 23, 2004, Eskişehir, Turkey
  7. **Bildiri:** **S. Okur**, M. Egilmez, M. Yavas, M. Tanoglu, L. Ozyuzer, "Development of Supercunducting MgB<sub>2</sub> Wires and Tapes for Electrical Power Applications", The First International Exergy, Energy and Environment Symposium (IEEES-1), 13-17 JULY 2003, IZMIR, TURKEY

#### Seminer veya Konferanslar (Sunum veya Poster)

1. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Üstüniletken Mg/MgB<sub>2</sub> nin Elektriksel ve Yapısal Özellikleri",TFD 21. Fizik Kongresi, p318, 11-14 Ekim 2002, SDÜ, Isparta
2. A.GÜNEL,M.EĞİLMEZ,S.OKUR,L.ÖZYÜZER "Magnezyum Borür Üstüniletken Tellerin Üretimi", Balıkesir Üniversitesi, Bor Sempozyumu, p15, 20-22 Haziran 2002, Balıkesir
3. S.OKUR, M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, L.ÖZYÜZER "Üstüniletken MgB<sub>2</sub>' nin Borik Asitten Üretimi ve Karakterizasyonu", Balıkesir Üniversitesi, Bor Sempozyumu, p55, 20-22 Haziran 2002, Balıkesir
4. S. OKUR, M.EĞİLMEZ, M. YAVAŞ, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Development of Supercunducting MgB<sub>2</sub> Wires and Tapes for Electrical Power Applications ", The First International Exergy, Energy and Environment Symposium (IEEES-1), 13-17 JULY 2003, IZMIR, TURKEY
5. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, 3 July 2003, Electrical and Microstructural Properties of Supercunducting MgB<sub>2</sub>:Mg Composites, Conference and Exhibition of The European Ceramic Society ECERS 8 214(B2), Istanbul, TURKEY
6. S.Okur, M.Eğilmez, L.Özyüzer, M. Yavaş, M.Tanoğlu, "Microstructure and Resistivity of Copper-Clad Ti added MgB<sub>2</sub> Superconducting Wires", Nepal, Italya, 14-18 eylül 2003, 6th European Conference on Applied Superconductivity (EUCAS)
7. S. Okur, M. Yavaş, L. Özyüzer, M. Egilmez, M. Tanoğlu, Bor-Bentonit-Zeolit Toplantısı, supported by Boren Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü ve Enerji ve Tabii kaynaklar bakanlığı Hilmi Güler 21 Ocak 2004, Odtü Kültür ve Kongre Merkezi-C Salonu, Ankara, TURKEY
8. M.EĞİLMEZ, A.GÜNEL, S. OKUR, M.TANOĞLU, L.ÖZYÜZER, "Üstüniletken Mgb<sub>2</sub>-Mg Metal Matriks Kompozitler", 14-16 Nisan 2004, Pamukkale Üniversitesi, MALZEME 2004 - 10. Denizli Malzeme Sempozyumu , Denizli
9. S. Okur, M. Yavas, M. Kalkancı, M. Egilmez, L. özyüzer.."Microstructural and

- electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB<sub>2</sub> superconducting wires”, Ağustos 29 – Eylül 4, 2004, Varna, Bulgaristan
10. M. Yavas, S. Okur, E. Egilmez, M. Kalkanci, L. Özyüzer, “Fabrication of superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid and its microstructural characterization”, 13th INTERNATIONAL SCHOOL ON CONDENSED MATTER PHYSICS” Ağustos 29 – Eylül 4, 2004, Varna, Bulgaristan
  11. Gencer, A. Kılıç, S. Okur,, N. Güçlü,” Low-Field Behavior and Effect of Ti-Adding in the Superconductor MgB<sub>2</sub>/Cu Wires”, Applied Superconductivity Conference@, ASC 2004 October 3-8, 2004 in Jacksonville, USA
  12. Savaş Ulucan, Mehmet Egilmez, Lütfi Özyüzer, Salih Okur, ”Electrical, Structural And Mechanical Properties of Superconducting MgB<sub>2</sub>/Mg Composites”, 03\_SB57:22, FİZİK KONGRESİ 14 – 17 Eylül 2004 Bodrum, TÜRKİYE
  13. Mert Yavaş, Salih Okur, Mehmet Egilmez, Mine Kalkancı Lütfi Özyüzer, “MICROSTRUCTURAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION OF MgB<sub>2</sub> PRODUCED FROM BORON OXIDE (B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)”, 22. FİZİK KONGRESİ 14 – 17 Eylül 2004 Bodrum, TÜRKİYE
  14. S. Okur, M. Kalkancı, M. Yavaş, M. Egilmez, L. Özyüzer, ”MICROSTRUCTURAL AND ELECTRONIC CHARACTERIZATION OF TI AND MG DOPED COPPER-CLAD MGB<sub>2</sub> SUPERCONDUCTING WIRES”, II. International Bor Sempoium, SEPTEMBER 23, 2004, Eskişehir, Turkey
  15. M. Yavas, S.Okur, M. Egilmez, M. Kalkancı, L. Ozyuzer, “FABRICATION OF SUPERCONDUCTING MgB<sub>2</sub> FROM BORIC ACID (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) AND ITS MICROSTRUCTURAL AND ELECTRICAL CHARACTERIZATION”, II. International Bor Sempoium, SEPTEMBER 23, 2004, Eskişehir, Turkey
  16. Mine Kalkancı, Salih Okur, Metin Tanoğlu,” BAKIR KILIFLI SÜPERİLETKEN MgB<sub>2</sub> TELLERİN ÜRETİMİ” ve KARAKTERİZASYONU “İzmir Fizik Günleri”, Dokuz Eylül Üniversitesi Rektörlüğü Desem Salonları, Dokuz Eylül Üniversitesi, 20-21 Mayıs 2005
  17. M. Yavas, S. Okur, E. Egilmez, M. Kalkanci, L. özyüzer, “Fabrication of superconducting MgB<sub>2</sub> from boric acid and its microstructural characterization”, “İzmir Fizik Günleri”, Dokuz Eylül Üniversitesi Rektörlüğü Desem Salonları, Dokuz Eylül Üniversitesi, 20-21 Mayıs 2005, İzmir
  18. A.Gencer, S.Okur, A.Kılıç, M.Kalkancı, E.Akgün, İ.Belenli and M.Yavaş ,”MgB<sub>2</sub>’nin Manyetik Karakterizasyonu: Ti ve C Katkılı MgB<sub>2</sub> Tellerine Uygulanması ve Genel Değerlendirme”, BOLU YSS SEMPOZYUMU, Bolu, 2005

**Bilim Dalı: Fen Bilimleri ve Matematik Temel Alanı/Fizik**

**Doçentlik B. Dalı Kodu: 202 (Yoğun Madde Fiziği ve İstatistik Fiziği)**