



**İSKENDERUN TEKNİK**

ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**YÜKSEK  
LİSANS  
TEZİ**

**SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİ  
İYİLEŞTİRMEK İÇİN  $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$   
SİSTEMİNE ÇOK DUVARLI  
KARBON NANOTÜP KATKISI  
VE MÜHENDİSLİK UYGULAMALARI  
İÇİN KARE KORLU  
SÜPERİLETKEN TEL/ŞERİT ÜRETİMİ  
VE RACETRACK FORMUNDA  
BOBİN PROTOTİPİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

**Ali Muharrem EMİR**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ  
ANABİLİM DALI**

**MAYIS 2022**





**SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİ İYİLEŞTİRMEK İÇİN  $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$   
SİSTEMİNE ÇOK DUVARLI KARBON NANOTÜP KATKISI VE  
MÜHENDİSLİK UYGULAMALARI İÇİN KARE KORLU SÜPERİLETKEN  
TEL/ŞERİT ÜRETİMİ VE RACETRACK FORMUNDA BOBİN  
PROTOTİPİNİN GELİŞTİRİLMESİ**

**Ali Muharrem EMİR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**İSKENDERUN TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**MAYIS 2022**

SÜPERİLETKENLİK ÖZELLİKLERİNİ İYİLEŞTİRMEK İÇİN  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$   
SİSTEMİNE ÇOK DUVARLI KARBON NANOTÜP KATKISI VE  
MÜHENDİSLİK UYGULAMALARI İÇİN KARE KORLU  
SÜPERİLETKEN TEL/ŞERİT ÜRETİMİ VE RACETRACK FORMUNDA  
BOBİN PROTOTİPİNİN GELİŞTİRİLMESİ  
(Yüksek Lisans Tezi)

Ali Muharrem EMİR

İSKENDERUN TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Mayıs 2022

ÖZET

Bu yüksek lisans tezi kapsamındaki çalışmalar üç aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada Fe-kalkojenit süperiletkenler sınıfına ait 11-fazının bir üyesi olan  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  baz sisteminde Fe konumlarına %3' e kadar çok duvarlı karbon nanotüp ikamesi yapılarak self-flux yöntemi ile tek kristal formda test örnekleri üretilip yapısal, mikroyapısal, elektriksel, manyetik ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu bağlamda, üst kritik alan,  $H_{c2}$ , koherens uzunluk,  $\xi_c$ , aktivasyon enerjisi,  $U(H,T)$ , kritik akım yoğunluğu,  $J_c^{mag}$ , çivileme kuvveti,  $F_p$ , hesaplamaları yapılarak en iyi süperiletkenlik parametrelerine sahip sitokiyometrinin  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuca göre, ikinci aşamada kullanılmak üzere  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) sitokiyometrisine sahip büyük ölçekte üretim gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada,  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken kor malzemesi olarak kullanılmış ve Fe ile Ag kılıflarda powder in tube yöntemi ile kare kor' lu tel ve sonrasında şerit üretimi denemeleri gerçekleştirilerek en iyi şerit üretim koşulları (ısıtım işlem aralıkları, Fe/Ag kılıfların duvar kalınlıkları ve doluluk oranı) belirlenmiştir. Son aşamada ise, racetrack bobin prototipi hazırlamak üzere 28.3 m uzunluğunda  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şerit üretimi gerçekleştirilerek, mikroyapısal incelemeler ile homojen bir üretim olup olmadığı kontrol edilmiş ve racetrack bobin üretimine geçilmiştir. Üçüncü ve son aşamada ise; Hazırlanan teflon kalıp üzerine compton tape ve teflon bant ile gerekli elektriksel izolasyonları yapılan  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şerit 20 dönüm (sarı) yapılarak racetrack bobin formuna getirilmiş ve elektriksel performans testleri gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler : Fe-tabanlı süperiletkenler, çok duvarlı karbon nanotüp, powder in tube  
metodu, racetrack bobin  
Sayfa Adedi : 75  
Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Kübra YAKINCI

MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE ADDITIVE TO  $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$   
SYSTEM TO IMPROVE SUPERCONDUCTIVITY PROPERTIES AND  
SQUARE CORE SUPERCONDUCTING WIRE/TAPE PRODUCTION FOR  
ENGINEERING APPLICATIONS AND DEVELOPMENT OF COIL  
PROTOTYPE IN RACETRACK FORM  
(M. Sc. Thesis)

Ali Muharrem EMİR

ISKENDERUN TECHNICAL UNIVERSITY  
INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES

May 2022

ABSTRACT

The studies within the scope of this master's thesis consist of three stages. In the first stage, in the  $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$  base system, which is a member of the 11-phase belonging to the class of Fe-chalcogenide superconductors, up to 3% multi-walled carbon nanotubes are substituted for Fe positions and produced in single crystal form by self-flux method and structural, microstructural, electrical, magnetic and mechanical properties were investigated. In this context, superconductivity parameters were determined by calculating the upper critical area,  $H_{c2}$ , coherence length,  $\xi_c$ , activation energy,  $U(H,T)$ , critical current density,  $J_c^{mag}$ , pinning force,  $F_P$  and the best superconductor was determined to be  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ). According to this result, large scale production was then carried out with  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) stoichiometry in the second step. In the second stage, the best strip production conditions (such as heat treatment intervals, wall thickness of Fe/Ag sheaths and filling ratio) were determined by performing tests for the production of square core wire and then strip by using Fe and Ag sheaths and powder in tube method. In the last stage,  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) superconducting strip was fabricated by producing 28,3 m long Fe/Ag/strip to prepare racetrack coil prototype, and homogeneity was checked by microstructural examinations and then racetrack coil production started  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) superconducting strip, on which the necessary electrical and thermal insulation was made with compton tape and teflon tape on the prepared teflon mold, was formed into a racetrack coil form by making 20 acres (winding) and electrical performance tests were carried out.

Key Words : Fe-based superconductors, multi wall carbon Nanotubes, Powder in tube method, Racetrack coil  
Page Number : 75  
Supervisor : Asst. Prof. Dr. Kübra YAKINCI

## TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarımın bütününde bana destek olan yardımlarını esirgemeyen danışman hocam Mühendislik Temel Bilimleri Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Dr. Öğr. Üyesi Kübra YAKINCI' ya,

Bilgi birikimi ve tecrübesiyle desteğini hiçbir zaman esirgemeyen Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. Mehmet Eyyuphan YAKINCI' ya,

Tezimin uygulama çalışmalarında bana her zaman yardımcı olan Mühendislik Temel Bilimleri Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Dr. Öğr. Üyesi Özlem ÇİÇEK' e,

Deneysel çalışmalarımın uygulama aşamasında Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Fizik bölümündeki Laboratuvarlarını açan ve bilgi birikimini ile tecrübelerini paylaştan Prof. Dr. İbrahim BELENLİ' ye, Prof. Dr. Hakan YETİŞ ve Doç. Dr. Fırat KARABOĞA' ya,

Sadece bu süreçte değil hayatımın her alanında beni cesaretlendiren ve motive eden en büyük şansım Ailem' e teşekkürlerimi borç bilirim.

Bu tez çalışması 119F253 no' lu ile TÜBİTAK tarafından "3501 Kariyer Geliştirme Programı" altında desteklenmiştir. Bu bağlamda maddi desteklerinden dolayı TÜBİTAK'a sonsuz teşekkürlerimizi bildiririz.

## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	iii
ABSTRACT .....	iv
TEŞEKKÜR .....	v
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	viii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ .....	ix
RESİMLERİN LİSTESİ .....	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiii
1. GİRİŞ .....	1
2. SÜPERİLETKENLİKTE TEORİK YAKLAŞIMLAR.....	5
2.1. Süperiletkenlik Olgusu ve BCS Mekanizması .....	5
2.2. Meissner Etkisi .....	7
2.3. I. ve II. Tip süperiletkenler .....	8
2.4. Süperiletken Sistemler .....	9
2.5. Fe-Tabanlı Süperiletken Sistemler .....	13
2.6. Fe-Bazlı Süperiletken Sistemler İçin Polikristal ve Tek Kristal Malzeme Üretim Teknikleri .....	18
2.7. Tel/Şerit Üretim Teknikleri .....	19
3. MATERYAL VE YÖNTEM .....	21
3.1. Birinci Aşama: $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ Süperiletken Sisteminin Tek Kristal Formda Üretimi .....	22
3.2. İkinci Aşama: Powder In Tube (PIT) metodu ile $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}$ $Se_{0,5}$ kare kor' lu tel ve şerit Üretimi .....	23
3.3. Üçüncü Aşama: Racetract Bobin Prototip Hazırlanması.....	26
3.4. Analizler .....	28

4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	31
4.1. Tek Kristal Formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) Süperiletken Sistemine Ait Deneysel Bulgular .....	31
4.1.1. Yapısal incelemeler (XRD analizleri).....	31
4.1.2. Tek kristal form için mikroyapısal incelemeler (SEM/EDX).....	33
4.1.3. Elektriksel incelemeler.....	34
4.1.4. Manyetik incelemeler.....	41
4.1.5. Mekanik incelemeler.....	45
4.2. Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ Tel/Şeritlere Ait Bulgular .....	48
4.2.1. Yapısal incelemeler.....	48
4.2.2. Tel/Şerit formu için mikroyapısal incelemeler .....	50
4.2.3. Elektriksel performans testi (I-V) .....	57
4.3. Racetract Coil .....	59
4.3.1. Racetract coil uygulaması için mikroyapısal incelemeler .....	59
4.3.2. Racetract bobine ait elektriksel performans testleri.....	63
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	67
KAYNAKLAR.....	69

## ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Süperiletken sistemler ve karakteristik parametreleri ( $T_c$ , $\lambda(0)$ , $\xi_c(0)$ ve $H_{c2}(T)$ ) .....	10
Çizelge 2.2. HTS sistemlerin temel özelliklerinin karşılaştırılması .....	15
Çizelge 3.1. Fe/Ag/Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> kare kor' lu süperiletken tel üretimi işlemi için kullanılan Fe ve Ag kılıf malzemelerine ait fiziksel özellikler.....	25
Çizelge 3.2. Die çekme ile Fe/Ag/ Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu tel üretimi için ölçülen/hesaplanan dolun özellikleri.....	25
Çizelge 4.1. Tek kristal formdaki Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> (x= 0,00, 0,01, 0,02 ve 0,03) süperiletken örneklere ait kristalografik parametreler	32
Çizelge 4.2. Tek kristal formdaki Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> (x= 0,00, 0,01, 0,02 ve 0,03) örneklere ait süperiletkenlik parametreleri.....	39
Çizelge 4.3. Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> (x= 0,00, 0,01, 0,02 ve 0,03) örneklere ait $H$ ve $E_r$ değerleri ile bu değerlere ait standart sapma ve hata yüzdeleri.....	48
Çizelge 4.4. ~2x2 mm ve ~1x1 mm boyutlarındaki Fe <sub>1-x</sub> (MWCNT) <sub>x</sub> Te <sub>0,5</sub> Se <sub>0,5</sub> (x=0,03) süperiletken teller için hesaplanan transport akım yoğunluğu değerleri.....	58



## ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi.....	2
Şekil 2.1. Cooper çifti oluşumu şematik gösterimi a) Elektron-Örgü-Elektron etkileşmesi b) fonon aracılığı ile elektron-elektron etkileşmesi.....	6
Şekil 2.2. Süperiletken bir malzemede Meissner etkisi.....	7
Şekil 2.3. a) Süperiletken malzeme, b) Mükemmel iletken.....	8
Şekil 2.4. a) I. Tip ve b) II. Tip süperiletkenlerin $H_{c1}$ ve $H_{c2}$ alanlarına bağlılıkları, c) uygulanan alanın $H_{c1}$ alt kritik alan değerine kadar süperiletken malzeme içerisinde tamamen dışarılanması ve $H_{c1}$ ' den büyük alanlarda vorteks' ler oluşturarak malzeme içerisine nüfuz etme durumu.....	9
Şekil 2.5. Süperiletken sistemlere ait genel kristal yapılar a) $MgB_2$ , b) Perovskite yapı, c)BSCCO, d) NCCO, e) Tl-bazlı, f) YBCO, g) Ruthenocuprate, h) Hg-bazlı, i) LSCCO süperiletken sistemlerinin kristal yapıları.....	12
Şekil 2.6. a) Fe-bazlı sistemlere ve b) cuprate sistemlere ait temel kristal yapı...	14
Şekil 2.7. Fe-tabanlı ve $HT_c$ sistemlere ait faz diyagramı.....	15
Şekil 2.8. Fe-bazlı süperiletken sistemlerin a) 1111-fazına, b) 122-fazına, c) 111-fazına, d) 11-fazına, e) 21113 fazına ve f) 245-fazına ait kristal yapılar.	17
Şekil 3.1. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ süperiletkeninin Self-flux yöntemi ile üretimi ve ısıl işlem prosedürü.....	23
Şekil 3.2. a) Powder in tube (PIT) metodu ile $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ kare kor' lu süperiletken tel b) şerit üretimi.....	24
Şekil 4.1. a) Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) süperiletken örneklerine ait XRD desenleri, b) (002) piklerindeki kayma.....	31
Şekil 4.2. a) Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) süperiletken örneklerine ait 4-300 K sıcaklık aralığındaki $\rho-T$ eğrileri, b) $d\rho/dT-T$ eğrileri.....	35
Şekil 4.3. Tek kristal formdaki a) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00$ ), b) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,01$ ), c) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,02$ ) ve d) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken örneklerine ait $M\rho-T$ ve $\ln\rho/\rho_0-1000/T$ eğrileri.....	37

Şekil	Sayfa
Şekil 4.4. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) örnekleri için Arrhenius denklemi ile hesaplanan $U_0/k_B-H(T)$ eğrileri.....	37
Şekil 4.5. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) örnekleri için Werthamer Halfand Hohenberg (WHH) eşitliği ile hesaplanan $H_{C2}(T)-T$ eğrileri .....	40
Şekil 4.6. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) örneklerine ait $M-T$ eğrileri.....	41
Şekil 4.7. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) örneklerine ait a) 5 K, b) 7 K ve c) 10 K' deki $M-H$ eğrileri.....	42
Şekil 4.8. Tek kristal formdaki a) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,00$ , b) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,01$ , c) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,02$ ve d) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,03$ örneklerine ait 5 K, 7 K ve 10 K' deki $J_c-H$ eğrileri.....	44
Şekil 4.9. Tek kristal formdaki a) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,00$ , b) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,01$ , c) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,02$ ve d) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,03$ örneklerine ait 5 K, 7 K ve 10 K' deki $F_p-H$ eğrileri.....	45
Şekil 4.10. Tek kristal formdaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,00, 0,01, 0,02$ ve $0,03$ ) örneklerine ait yüklenme-boşalma eğrileri ( $P-h$ ).....	47
Şekil 4.11. a) $\sim 10$ $\mu m$ boyutundaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,03$ kor malzemesine ait b) $\sim 1 \times 1$ mm ve c) $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarındaki süperiletken tellere ait XRD deseni.....	49
Şekil 4.12. $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken kor malzemesine ait dolun öncesi ve dolun sonrası $\rho-T$ eğrileri.....	57
Şekil 4.13. $\sim 2 \times 2$ mm ve $\sim 1 \times 1$ mm boyutlarındaki $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken tellere ait $I-V$ eğrileri.....	58
Şekil 4.14. a) Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şerite ait $I-V$ grafiği ve b) y-ekseninin ( $2,-2$ $\mu V$ ) şeklinde ölçeklendirilmiş hali.....	64
Şekil 4.15. a) Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritten hazırlanan racetract bobine ait $I-V$ grafiği ve b) y-ekseninin ( $0-5$ $\mu V$ ) şeklinde ölçeklendirilmiş hali .....	65

## RESİMLERİN LİSTESİ

<b>Resim</b>	<b>Sayfa</b>
Resim 1.1. Süperiletkenlerin teknolojik uygulama alanlarının şematik gösterimi...	4
Resim 2.1. Powder in tube yönteminde kullanılan a) groove Rolling sistemi, b) die çekme sistemi.....	20
Resim 3.1. Racetract bobin sarım aşamaları: $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin elektriksel ve ısılal yalıtım amaçlı a) copton bant ile sarımı, b) teflon bant ile sarımı ve c) Racetract bobin, d) elektriksel performans testleri için hazırlanan şekli. ....	27
Resim 4.1. Tek kristal formdaki a,b) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,00$ , c,d) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,01$ , e,f) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,02$ , g,h) $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ $x=0,03$ örneklerine ait 5000x ve 20000x büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	33
Resim 4.2. $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarında Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait farklı büyütme oranlarındaki (a) 120x, b) 200x, c) 1000x büyütme (gri çizgi gümüş kılıfı göstermektedir) ve d) 5000x ( $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kor malzemeyi göstermektedir)) SEM görüntüleri.....	50
Resim 4.3. a-f) $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarında Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait EDX mapping görüntüleri, g) Tüm fazların bir arada olduğu EDX- Mapping görüntüsü.....	51
Resim 4.4. $\sim 1 \times 1$ mm boyutlarında Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait farklı büyütme oranlarında (a) 200x, b) 200x-boyutlar, c) 2500x ve d) 10000x) ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri.....	52
Resim 4.5. a-f) $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarında Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait EDX mapping görüntüleri, g) Tüm fazların bir arada olduğu EDX- Mapping görüntüsü.....	53
Resim 4.6. a, b, c, d) $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarındaki Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri, e) gri çizgi gümüş kılıfı belirtmektedir ve f) kordan alınan görüntü.....	54
Resim 4.7. a-f) $\sim 2 \times 2$ mm boyutlarındaki Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait elementel olarak EDX Mapping görüntüleri, g) genel faz dağılımı.....	55

<b>Resim</b>	<b>Sayfa</b>
Resim 4.8. a-d) $\sim 1 \times 1 \text{ mm}$ boyutlarındaki $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri, e) süperiletken kordan alınan bir kesit.....	58
Resim 4.9. a-f) $\sim 1 \times 1 \text{ mm}$ boyutlarındaki $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait EDX-Mapping görüntüleri, g) genel faz dağılımı.....	56
Resim 4.10. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıflar ile kor malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) şeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü.....	59
Resim 4.11. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait nokta haritalandırma (mapping) görüntüleri.....	60
Resim 4.12. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin orta kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıflar ile kor malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) şeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü.....	61
Resim 4.13. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin orta kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait nokta haritalandırma (mapping) görüntüleri.....	61
Resim 4.14. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin son kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıflar ile kor malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) şeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü.....	62
Resim 4.15. $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$ ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin son kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait nokta haritalandırma (mapping) görüntüleri.....	63

## SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklamalar</b>
$k_B$	Boltzman sabiti
$\mu_0$	Boşluğun manyetik geçirgenlik katsayısı
E	Elektrik alan
$\rho$	Elektriksel özdirenc
$\kappa$	Ginzburg-Landau parametresi
$\xi_{GL}$	Ginzburg-Landau uyum uzunluğu
$H_c$	Kritik manyetik alan
$T_c$	Kritik sıcaklık
$\lambda_L$	London sızma derinliği
B	Manyetik akı yoğunluğu
M	Manyetizasyon
$\xi$	Uyum (koherens) uzunluk

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklamalar</b>
AFM	Antiferromanyetik
BCS	Barden-Cooper-Schiff
Bi2201	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$
Bi2212	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$
Bi2223	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$
EDX	Enerji Dağılım Xışını Spektrometresi
ETD	Everhart-Thornley Dedektörü
FC	Alan Altında Soğutulma-Field Cooled
FC	Alan Altında Soğutulma-Field Cooled
GL	Ginzburg-Landau
Hg1201	$\text{HgBa}_2\text{CuO}_4$
Hg1212	$\text{HgBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$
Hg1223	$\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$
HP	Yüksek Basınç
HTS	Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri
LSCO	$\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$
MAGLEV	Manyetik Kaldırmalı Trenler
MEG	Manyetoensefalografi
MKG	Manyetokardiyografi

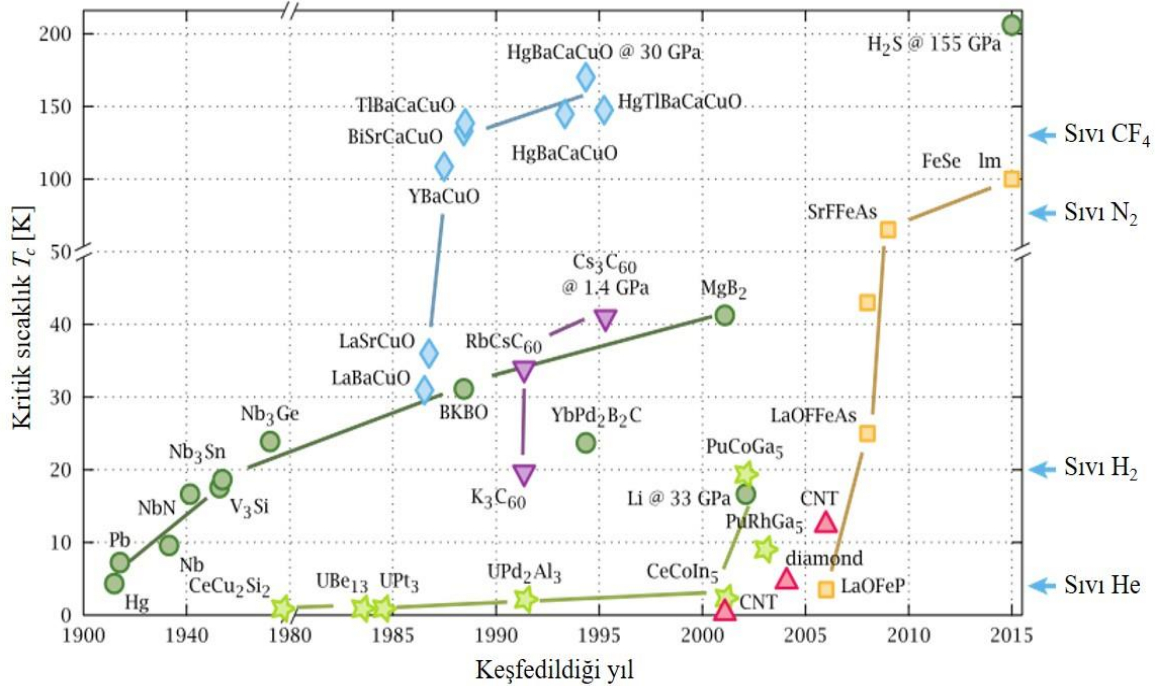
<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklamalar</b>
MRI	Manyetik Rezonans Görüntüleme
MWCNT	Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
NSCO	$\text{Nd}_{2-x}\text{Ce}_x\text{CuO}_4$
PIT	Powder In Tube Metodu
PPMS	Physical Property Measurement System
Ru-1212	$\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$
Ru-1222	$\text{RuSr}_2(\text{Gd,Sm,Eu})_{1.6}\text{Ce}_{0.4}\text{Cu}_2\text{O}_{10-\delta}$
SDW	Elektronların Spin Yoğunluk Dalgası
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TAFF	Thermally Activated Flux Flow
Tl1224	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_4\text{O}_{11}$
Tl2201	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CuO}_6$
Tl2212	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$
Tl2223	$\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$
WHH	Werthamer Halfand Hohenberg
XRD	X-Işını Difraktometresi
YBCO	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$
ZFC	Sıfır Alan Altında Soğutulma-Zero Field Cooled

## GİRİŞ

Hollandalı fizikçi Heike Kamerling Onnes' in 1911 yılında metalik cıva' nın 4,2 K' de süperiletken duruma geçtiğini keşfetmesiyle bilim insanları çalışmalarını bu alanda yoğunlaştırmışlardır [1]. Şekil 1.1' de detaylı bir şekilde verilen süperiletkenlik tarihi incelendiğinde bu keşfi takiben elementel bazdaki keşiflerin bir süre devam görülmektedir. Bunlar içerisinde önemli kabul edilenleri, 1913 yılında 7,2 K' de Pb (Kurşun) ve 1930 yılında 9,2 K' de Nb (Niobyum) elementinin süperiletken özellik sergilediklerinin keşfidir [2, 3]. Ancak, bu arada özellikle ikili metalik alaşımlarda da çalışmaların olduğu ve Nb<sub>3</sub>Sn, Nb<sub>3</sub>Ga, Nb<sub>3</sub>Ge ve A15 bileşikleri gibi ikili alaşımların süperiletkenlik gösterdikleri bulunmuştur. 1986 yılına kadar devam eden bu süreç "Niobyum çağı" olarak isimlendirilmiştir ve özellikle 23 K' de süperiletken faza geçen NbTi ve Nb<sub>3</sub>Sn bileşikleri kullanılarak sırasıyla 10T ve 22T manyetik alan üretmebilen süperiletkenler yapılmıştır. Bu bağlamda elementel ve metal alaşım süperiletkenler "düşük sıcaklık süperiletkenler, (LTS)" olarak isimlendirilmişlerdir.

Süperiletkenlik konusundaki keşiflerin en önemlileri 1986 yılında yüksek sıcaklık süperiletkenleri (HTS) olarak ifade ettiğimiz bakıroksitli (cuprate) sistemlerin süperiletken özellik göstermeleri ile yoğunlaşmıştır. HTS sistemlerinde keşiflerin ilki Bednorz ve Müller' in LaBaCuO seramik malzemesinde ~30 K' de süperiletken faza geçişi elde etmesidir [4]. Bu keşif bilim insanlarının seramik malzemelerde süperiletkenliği araştırmaya başlamalarına sebep olmuş ve çok kısa süre içerisinde birbiri ardına farklı seramik sistemlerde ve farklı fazlarda yeni süperiletken malzemeler keşfedilerek literatüre önemli kazanımlar sağlanmıştır. 1987 yılında ~92 K' de süperiletken özellik gösteren YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub> (YBCO) seramik sisteminde, 1988 yılında 20 K, 90 K ve 110 K' de süperiletken faza geçiş sergileyen ve üç farklı faza sahip Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>x</sub> (BSCCO) sistemi, 5 farklı faza sahip 125 K' e kadar süperiletkenlik gösterebilen TlBa<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>2n+3</sub> sistemi keşfedilmiştir. Bunlarla birlikte, 1993 yılında da üç farklı faza sahip olan ve 134 K de süperiletkenlik özellik gösteren Hg-tabanlı sistemi keşfedilmiştir. Yine aynı yıl içerisinde bu malzemelerin yüksek basınç altında 164 K civarında süperiletken özellik gösterdiği bulunmuştur [5-8]. Araştırmacılar uzun süre seramik malzemeler üzerinde her zaman daha yüksek süperiletkenlik geçiş sıcaklığına sahip hatta oda sıcaklığında süperiletkenlik sergileyen malzemeye ulaşmak üzere çalışmalarını sürdürmüşlerdir ve günümüzde de çalışmalar devam etmektedir.





Şekil 1.1. Süperiletkenliğin tarihsel gelişimi [18]

2001 yılında intermetalik bir alaşım olan  $MgB_2$  malzemesinin  $\sim 39$  K' de süperiletken duruma geçişi araştırmacıların tekrar metalik sistemler üzerine yönelmesine neden olmuştur [9]. Ancak sadece malzeme üzerine çalışmak değil aynı zamanda mevcut malzemelerin uygulamaya yönelik potansiyellerini araştırma sürecine de girilmiştir. Bu bağlamda, malzemelerin bulk üretimlerinin dışında tel, şerit, ince film gibi farklı formları üretilmiş ve özellikle BSCCO, YBCO ve  $MgB_2$  süperiletken tel/şerit üretimi ile uygulamaya yönelik potansiyelin yüksek olduğu ortaya konmuştur.

Ancak, bu keşifler içerisinde araştırmacıları en fazla şartan ise manyetik tabanlı Fe-bazlı süperiletkenlerin bulunmasıdır. Japon bilim insanı H. Hosono' nun Fe-bazlı sistemlerde süperiletken faza geçişi bulması manyetizma ile süperiletkenlik özelliğinin bir arada bulunabileceği olgusunu tamamen ortadan kaldırmıştır. Bu süreç ilk olarak 2006 yılında LaOFeP malzemesinin 4 K süperiletken özellik sergilemesinin keşfi ile başlamıştır. 2008 yılında  $La[O_{1-x}F_x]FeAs$  malzemesinde 26 K' de ve daha sonra da La yerine farklı katkılar yapılarak  $\sim 53$  K' de süperiletkenlik geçişine ulaşılmıştır [10-13]. Yapılan güncel çalışmalar, Fe-bazlı süperiletken sistemlerin 4 farklı faza sahip olduğunu göstermiştir. ZrCuSiAs-tipi LnFeAsO (Ln; nadir toprak elementleri) [10,12],  $ThCr_2Si_2$ -tipi AeFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ae; toprak alkali elementler) [14] ve Fe<sub>2</sub>As-tipi AFeAs (A; Li veya Na) [15,16] sistemler sırasıyla 1111, 122 ve 111-fazları olarak bilinen Fe-pniktojen sınıfında yer alan fazlar

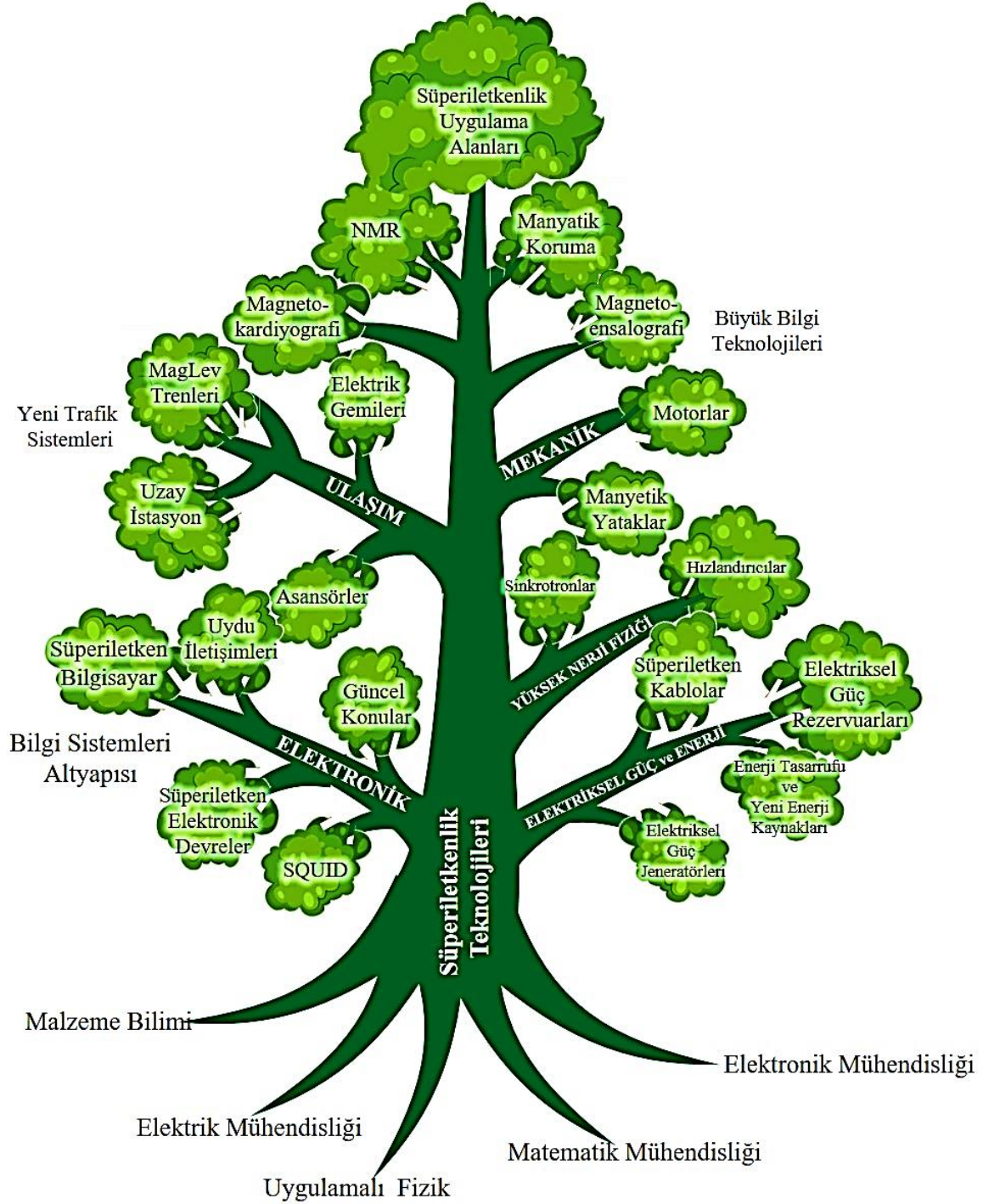
şeklinde tanımlanmıştır. Anti PbO-tipi FeSe sistemi ise 11-fazlı olup Fe-kalkojen sınıfında yer almaktadır [17]. Kimyasal formüllerinden anlaşılacağı üzere Fe-pniktojen sınıfında yer alan fazlar daha kompleks kristal yapıya sahip olup toksik bir element olan As elementini içermektedir. Fe-kalkojen sınıfındaki Fe(Se, Te) sistemi ise mevcut fazlar içerisinde en basit kristal yapıya sahip ve toksik olmayan Se elementini içermektedir ve araştırmacılar tarafından Fe-bazlı süperiletkenlerin doğasını anlamak için en uygun sistem olarak bilinir.

Fe-bazlı süperiletkenlerde ulaşılan en yüksek süperiletkenlik geçiş sıcaklığı ~56 K olup bu değer HTS sistemlere kıyasla oldukça düşüktür. Ancak bu malzemelerin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı kadar özellikle uygulamaya yönelik çalışmalarında önem taşıyan üst kritik alan,  $H_{c2}$ , ve kritik akım yoğunluğu,  $J_c$ , gibi süperiletkenlik parametreleri HTS sistemler ve  $MgB_2$  süperiletkeni ile kıyaslanabilir boyutta olduğu bulunmuştur. Bu da bu malzemelerin gelecekte özellikle ileri teknoloji uygulamaları açısından potansiyeli olan süperiletkenler arasında olduğunu göstermektedir. Son yıllarda da bu malzemeler ile uygulamaya yönelik çalışmaların umut verici bir şekilde devam ettiği görülmektedir.

Genel olarak tüm süperiletken malzemelerin teknolojideki yoğun kullanımını kısıtlayan en önemli konu kuşkusuz ciddi bir soğutma teknolojisinin gerekliliğidir. Bu durum işletme maliyetini önemli ölçüde artırmaktadır. Ancak ilerleyen teknoloji ile birlikte bu problemin aşılabileceği öngörülmekte ve gelecekte aktif kullanımlarıyla birlikte süperiletken malzemelerin sunduğu avantajlardan daha çok faydalanılacağı düşünülmektedir. Neticede süperiletken sistemler Resim 1.1’ de görüldüğü gibi büyük bilgi teknolojilerinden uzay teknolojilerine kadar çok geniş bir çerçevede uygulama potansiyeline sahiptirler.

Günümüz süperiletken sistemlerin kullanım alanlarından biri de biyomedikal cihaz teknolojileridir. Bunların içerisinde en önemlileri, Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) ve Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRI) cihazlarıdır. Her iki sistemde de cihazın en önemli elemanı magnet kısmı olup, süperiletken magnetler kullanılarak yüksek ve homojen alan üretimi sağlanmaktadır. Tıbbi tanı ve teşhis amaçlı kullanılan bir diğer süperiletken sistem ise SQUID tabanlı sistemler olup, manyetoensefalografi (MEG) ve manyetokardiyografi (MKG) cihazlarında kullanılmaktadırlar. Süperiletkenlerin sadece biyomedikal cihaz teknolojilerinde değil aynı zamanda savunma sanayinde de kullanım potansiyeli mevcuttur. Malzeme üzerine düşen ışınlamaları soğuran ve böylece çok düşük sıcaklık değişimlerini algılama kabiliyetine sahip süperiletken bolometrelerin savunma sanayisinde kullanımı

yarıiletken bolometrelere göre avantaj sağlamaktadır. Bunların dışında süperiletkenlerin en çok bilinen uygulama alanı manyetik kaldırılmalı trenlerdir (MAGLEV). Süperiletkenlerin “*meissner etkisi*” özelliğinden dolayı uygun koşullar altında mıknatis rolü üstlenmesi MAGLEV uygulamalarının önünü açmıştır. MAGLEV tren teknolojileri üzerine başta Japonya olmak üzere Amerika ve Avrupa’ da önemli Ar-Ge çalışmaları devam etmektedir.



Resim 1.1. Süperiletkenlerin teknolojik uygulama alanlarının şematik gösterimi [19]

## SÜPERİLETKENLİKTE TEORİK YAKLAŞIMLAR

Bilim insanları sadece en yüksek süperiletkenlik geçiş sıcaklığına ulaşmak için değil aynı zamanda süperiletken sistemlerin doğasını anlamak ve süperiletkenlik olgusunu tam olarak açıklayabilmek için de çaba göstermektedirler. Bu durum birçok teorinin de ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Bunlardan biri de “*London Teorisi*” olarak bilinen 1935 yılında London kardeşler tarafından ortaya konan ilk teorik yaklaşımdır [20]. Süperiletkenlerin temel elektromanyetik özelliklerine ışık tutmuş ve süperiletkenlik kuramının önemli bir parametresi olan “London sızma derinliği,  $\lambda$ ” bu teori ile açıklanmıştır.

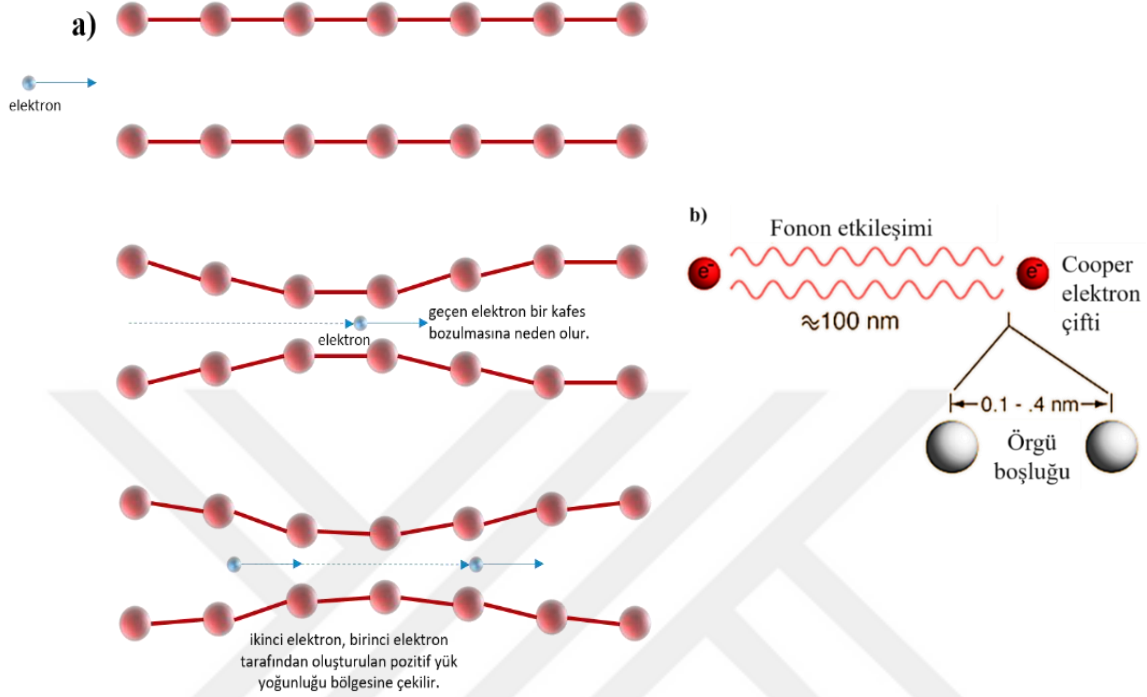
Süperiletkenlik olgusunun açıklanmasına katkıda bulunan bir diğer önemli teori de “*Ginzburg-Landau Teorisi*” dir [21]. Bu teori London teorisinin genişletilmiş hali olup süperiletkenlerin manyetik özelliklerinin tanımlanması açısından önem taşımaktadır. Sızma derinliği  $\lambda$ , ve koherens uzunluk,  $\xi$ , gibi iki önemli parametreyi tanımlayarak bu iki parametrenin oranı olan  $k$  parametresini türetmişlerdir. Bu parametre I. ve II. Tip süperiletkenlerin belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır.

Süperiletken sistemlerin teknolojik uygulanabilirliği açısından önemli bir teori de “*Josephson etkisi*” olarak bilinmektedir [22]. 1962 yılında literatüre kazandırılan ve 1973 yılında Brian D. Josephson’ nun Nobel ödülü almasını sağlayan bu teori birkaç nanometre kalınlığında ince yalıtkan bir tabaka ile ayrılmış iki süperiletken arasından Cooper çiftlerinin tünellemesiyle bir tünelleme akımının oluşabileceği esasına dayanmaktadır. Ancak, süperiletkenlik olgusunu açıklayan ilk mikroskobik teori BCS teorisi olup John Bardeen, Leon N. Cooper ve J. Robert Schrieffer’ a 1972 yılında Nobel ödülünü kazandırmıştır. [23].

### Süperiletkenlik Olgusu ve BCS Mekanizması

BCS teorisi 1957 yılında J. Bardeen, L. Cooper ve R. Schrieffer tarafından ortaya konan ve süperiletkenlik olgusunu açıklayan ilk mikroskobik teori olma özelliğini taşımaktadır. Mutlak sıfır sıcaklığında kristal örgü içerisine bir elektronun girmesi kristal örgü içerisindeki mevcut pozitif yüklü çekirdeklerin arasında bir etkileşime ve pozitif yük yoğunlaşmasına neden olur. Kristal örgü içerisine giren ikinci elektron ile birinci elektron arasında bir coulomb etkileşmesi ve bununla birlikte elektron ile kristal örgü arasında da bir etkileşme meydana gelir. Elektron ile kristal örgü etkileşmesi iki elektron arasındaki coulomb etkileşmesinden daha güçlü olup coulomb etkileşmesi perdelenerek iki elektronun bir bağ oluşturması ve birlikte hareketlerine devam etmesi durumu ortaya çıkar. Elektronların bu

bağlı durumu “*Cooper çifti*” olarak isimlendirilir. Burada bahsettiğimiz elektron-örgü-elektron etkileşmesi Şekil 2.1a’ da şematik olarak gösterilmektedir [24, 25].

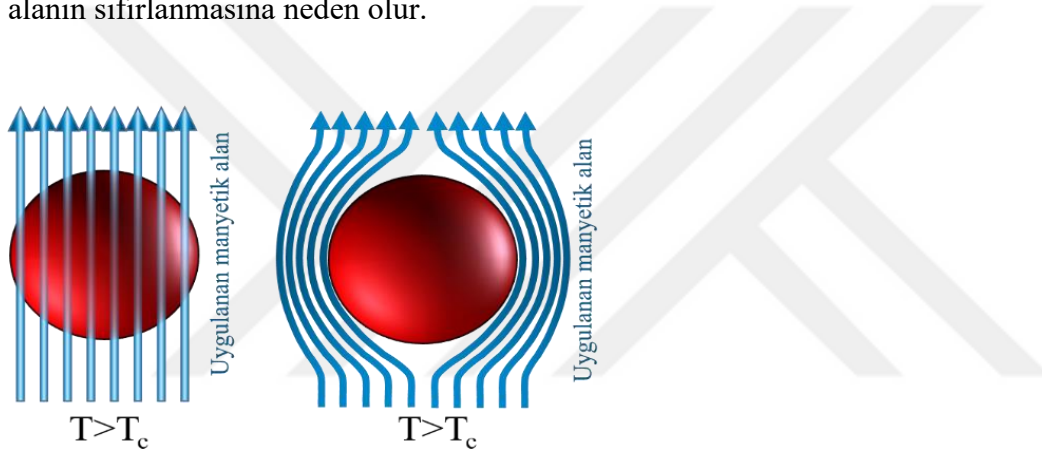


Şekil 2.1. Cooper çifti oluşumu şematik gösterimi a) Elektron-Örgü-Elektron etkileşmesi b) fonon aracılığı ile elektron-elektron etkileşmesi [24,25]

Kristal örgü ile elektronun etkileşimi sonucu kristal örgü deformasyonu meydana gelmesi, örgü içerisine giren ikincil elektronun bu örgü deformasyonundan etkilenerek daha kararlı bir duruma yani daha düşük enerjili duruma geçmesi söz konusudur. Sonuçta bir elektron çiftlenimi meydana gelmekte ve süperiletkenlik oluşmaktadır. Bununla birlikte, fonon aracılığıyla iki elektronun bir çift oluşturması olayı Şekil 2.1b’ de gösterilmektedir. Buna göre, Cooper çifti, ~100 nm aralığında elektronların çiftlenimi şeklinde ortaya çıkmakta ve bu elektron çifti bozon karakterini alarak temel durumda yoğunlaşmaktadır. Aslında bu BCS teorisinin temelini oluşturan çift oluşumdur. Normalde itici olması beklenen elektronlar arasında oluşan çekim, onları düşük sıcaklıklarda çift olarak tutmaya yetecek kadar meV düzeyinde bir çift bağlama enerjisi üretmektedir [25].

## Meissner Etkisi

Süperiletken malzemelerin en önemli özelliklerinden bir tanesi Meissner ve Ochsenfeld tarafından ortaya konan Meissner etkisi olup, süperiletken malzemelerde uygulanan manyetik alanın dışarlanması olayı olarak ifade edilmektedir [26]. Bu durum Şekil 2.2' de şematik olarak gösterilmektedir. Buna göre, süperiletken malzemeye  $T > T_c$ ' de manyetik alan uygulandıktan sonra kritik sıcaklığın altında bir sıcaklığa soğutulduğunda manyetik alan süperiletken malzeme içerisinde dışarlanmaktadır. Bununla birlikte, manyetik alan süperiletken malzemeye  $\lambda$  sızma derinliği boyutunda bir yüzey tabakası boyunca sızma özelliğine sahiptir. Buna karşın süperiletken malzeme  $T < T_c$  olacak bir sıcaklığa soğutulduğunda içerdeki manyetik alanı yok etmek için yüzeydeki manyetizasyona ( $M$ ) neden olan bir  $dc$  akım meydana getirir. Bu da süperiletken malzeme içerisinde manyetik alanın sıfırlanmasına neden olur.



Şekil 2.2. Süperiletken bir malzemede Meissner etkisi [26]

Bu olayı teorik olarak açıklamak gerekirse,

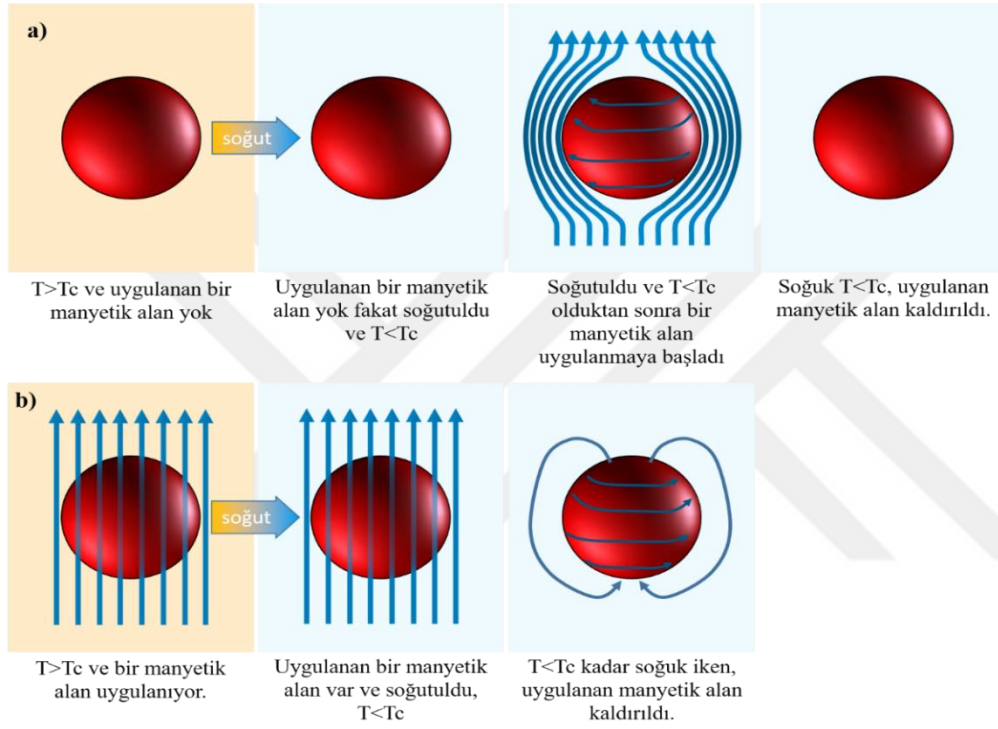
$$B = \mu_0(H + M) = 0 \quad (2.1)$$

$$M = -H \quad (2.2)$$

şeklindedir. Süperiletken durumundaki malzemeye uygulanan manyetik alan kaldırıldığında malzeme normal duruma döner. Burada önemli bir olay süperiletken malzeme ile mükemmel iletken dediğimiz malzemelerin birbiri ile karıştırılmaması gerekliliğidir. Süperiletken ve mükemmel iletken arasındaki farklılık Şekil 2.3' te gösterilmektedir. Kritik sıcaklığın altındaki bir sıcaklığa soğutulan bir süperiletken malzemede manyetik alan kaldırıldıktan sonra bir miktar akının tuzaklandığı görülmektedir [25].

## I. ve II. Tip süperiletkenler

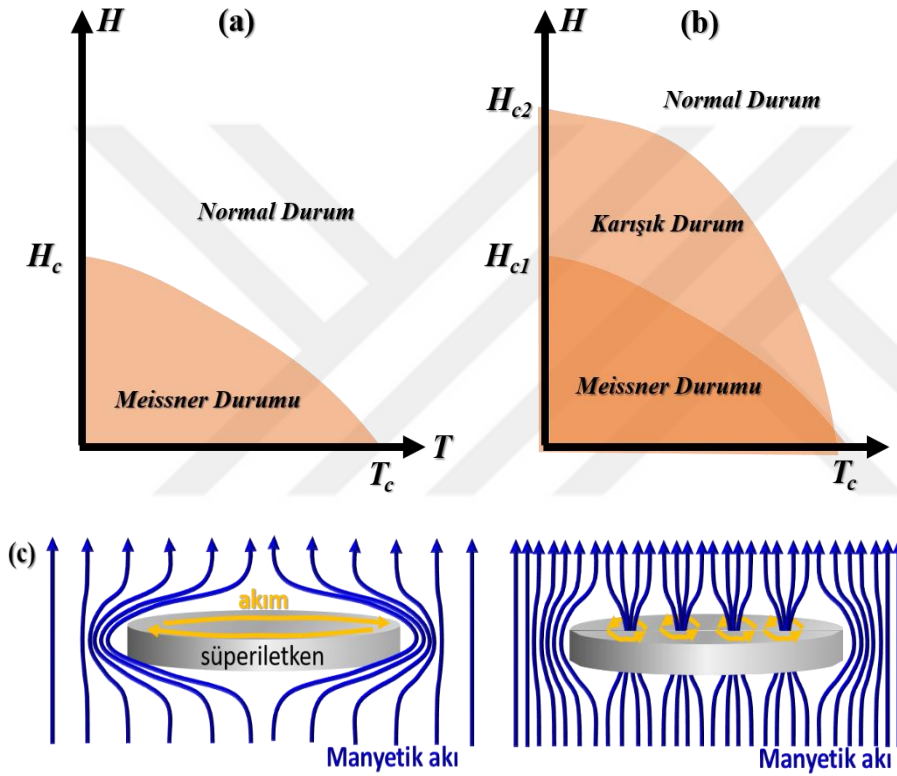
Süperiletken malzemeleri manyetik alana karşı verdikleri tepki göz önüne alınarak I. Tip ve II. Tip süperiletkenler olmak üzere iki ayrı sınıfta incelemek mümkündür. Bu sınıflandırmaya ait en iyi açıklama Ginzburg Landau teorisi ile yapılmıştır. Teori, sızma derinliği  $\lambda$ , ve koherens uzunluk,  $\xi$ , olmak üzere iki önemli süperiletkenlik parametresini türetmiştir. Bu iki parametrenin oranı  $\kappa$  olarak tanımlanan Ginzburg-Landau parametresidir [27].



Şekil 2.3. a) Süperiletken malzeme, b) Mükemmel iletken [26]

$\kappa$ 'nın değeri süperiletkenlerin sınıflandırılması açısından önemli olup  $\kappa > 1/\sqrt{2}$  ise II. Tip süperiletken  $\kappa < 1/\sqrt{2}$  ise I. Tip süperiletken olarak ifade edilmektedir [28]. Teorik açıdan böyle bir sınıflandırılma yapılırken aslında süperiletken malzemelerin iki ayrı grupta değerlendirilmeleri manyetik alana karşı verdikleri tepkinin bir sonucudur. Şekil 2.4a' da gösterildiği gibi I. Tip süperiletkenler  $H_c$  kritik manyetik alan değerine kadar uygulanan dış manyetik alanı tamamen dışarılayarak mükemmel diyamanyetizma özelliklerini korurlar. Kritik manyetik alan,  $H_c$ 'nin üzerindeki alan değerlerinde ise normal duruma geçerler [28]. Şekil 2.4b' de verildiği gibi II. Tip süperiletkenler ise alt ve üst kritik alan olmak üzere iki ayrı kritik manyetik alan değerine sahiptirler. Alt kritik manyetik alan,  $H_{c1}$ , değerine kadar uygulanan dış manyetik alanı tamamen dışarılayarak mükemmel diyamanyetizma özelliklerini korurken bu değerin üzerindeki manyetik alan değerlerinde, manyetik alan

malzeme içerisine nüfuz etmeye başlar. Bu durum üst kritik manyetik alan,  $H_{c2}$ , değerine kadar devam eder ve “karışık durum” olarak tanımlanır. Bu, manyetik alanın vorteks denilen düzgün örgü şeklindeki mikroskobik filamentler halinde süperiletken malzeme içerisinde nüfuz etmesi olayıdır, Şekil 2.4c. Her bir vorteks içerisinde manyetik alanın bulunduğu süperiletken ile çevrilmiş normal kor’ lar olarak düşünülebilir. Uygulanan manyetik alan üst kritik manyetik alan değerine ulaştığında artık vortekslerin yoğunluğu artarak tüm malzemeyi kaplamış ve tamamen normal duruma geçilmiş olur.



Şekil 2.4. a) I. Tip ve b) II. Tip süperiletkenlerin  $H_{c1}$  ve  $H_{c2}$  alanlarına bağlılıkları, c) uygulanan alanın  $H_{c1}$  alt kritik alan değerine kadar süperiletken malzeme içerisinden tamamen dışarlanması ve  $H_{c1}$ ' den büyük alanlarda vorteks' ler oluşturarak malzeme içerisine nüfuz etme durumu [26]

Elementel süperiletkenler ile saf metal alaşımların bir kısmı I. Tip süperiletkenlik gösterirken HTS süperiletkenler,  $MgB_2$ , Fe-bazlı süperiletken sistemler II. tip süperiletkenler sınıfında yer almaktadırlar. Üst kritik manyetik alan değerinin yüksek olması II. Tip süperiletkenler açısından önemli olup avantaj sağlamaktadır. Şöyle ki,  $H_{c2}$  değeri ne kadar yüksek ise süperiletken malzeme yüksek manyetik alan altında yüksek akım taşıma kapasitesine sahip demektir.

## Süperiletken Sistemler



Süperiletkenlik mekanizması ilk olarak elementel süperiletkenlerde keşfedilmiş bunu ikili metal bileşik ve alaşımlar takip etmiş ve son olarak yüksek sıcaklık süperiletken sistemlerin keşfi izlemiştir. Tüm gruplarda yer alan sistemler ile önemli parametreleri Çizelge 2.1’ de özetlenmekte ve aynı zamanda tüm sistemlerin kristal yapıları Şekil 2.5 (a-i)’ de verilmektedir. Elementel süperiletkenler genellikle 10 K’in altında süperiletkenlik geçiş sıcaklığına ve düşük kritik manyetik alan değerine sahiptirler.

Çizelge 2.1. Süperiletken sistemler ve karakteristik parametreleri ( $T_c$ ,  $\lambda(0)$ ,  $\xi_c(0)$  ve  $H_{c2}(T)$ ) [24,25,29-31].

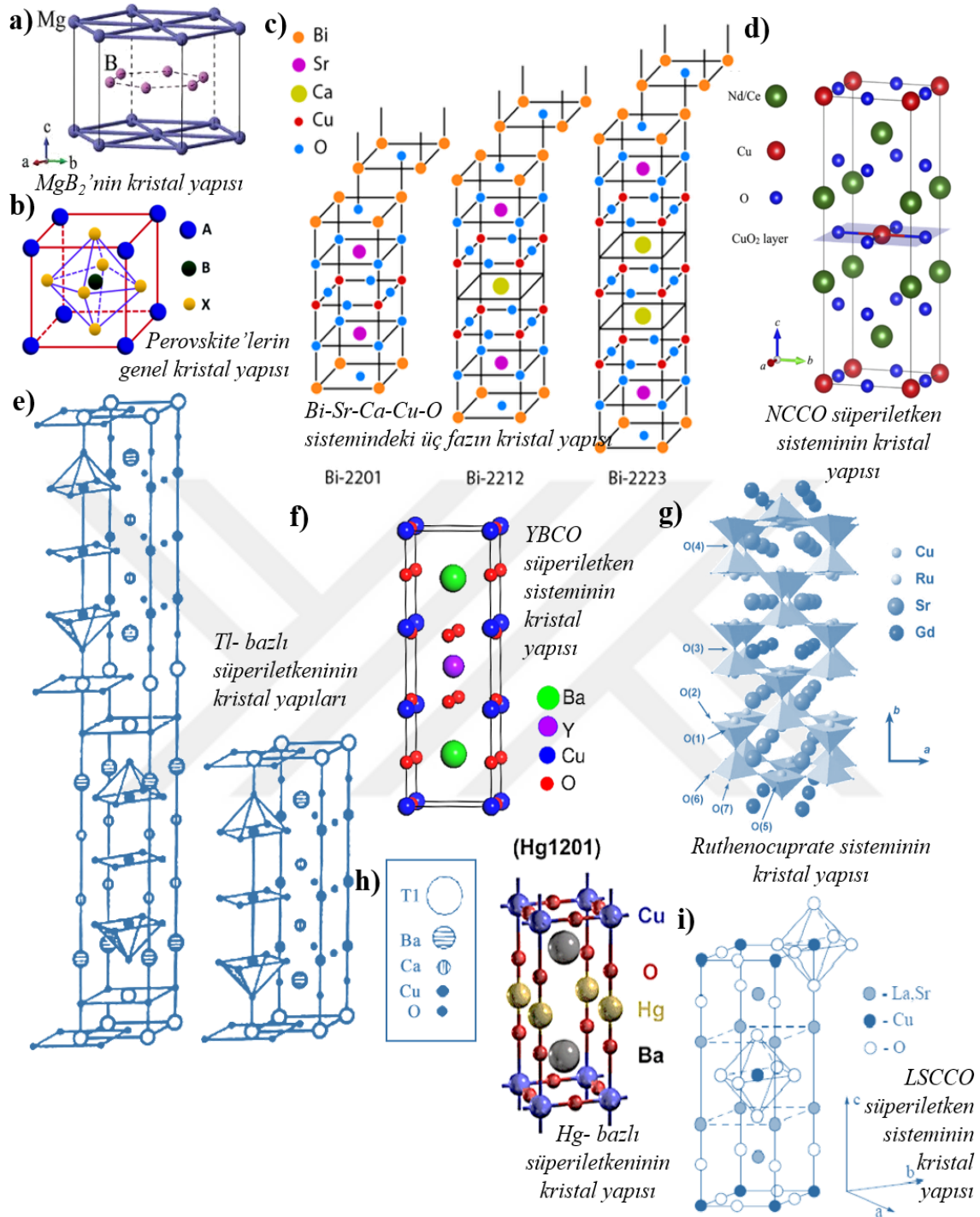
	Element	$T_c$ (K)	$\lambda(0)$ (Å)	$\xi_c(0)$ (Å)	$H_{c2}(T)$			
Bazı elementel süperiletkenler	Al	1,10	500	16000	0,01			
	Pb	7,20	390	830	0,08			
	Sn	3,70	510	2300	0,03			
	In	3,40	640	4400	0,03			
	Tl	2,40	920	-	0,02			
	Cd	0,56	1300	7600	0,003			
$\beta$ -Tungsten yapısına sahip süperiletkenler	$V_3Ge$	6,0	650					
	$V_3Ga$	14,2-14,6	650	40	23			
	$V_3Si$	17,1	700	40	23			
	$Nb_3Sn$	18,3	800	40	24			
	$Nb_3Ge$	23,2	800	30	38			
	Bileşik	$T_c$ (K)	$\lambda_{ab}(0)$ (Å)	$\lambda_c(0)$ (Å)	$\xi_{ab}(0)$ (Å)	$\xi_c(0)$ (Å)	$H_{c2\perp}(T)$	$H_{c2\parallel}(T)$
Yüksek sıcaklık cuprate süperiletkenler	$La_{1,83}Sr_{0,17}CuO_4$	38	1000	20-50	20-30	3	60	
	$Yba_2Cu_3O_{7-x}$	93	1500	8	16	3	110	240
	$Bi_2Sr_2CuO_{6+x}$	13	3100	8	35	15	16-27	43
	$Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+x}$	94	2000-3000	150-1500	20	1	>60	>250
	$Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+x}$	107	1500	>10	29	1	40	>25
	$Tl_2Ba_2Cu_3O_{6+x}$	82	800	20	30	20	21	300
	$Tl_2Ba_2CaCu_2O_{8+x}$	97	2000	>250	30	7	27	120
	$Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10+x}$	125	2000	>200	30	5	28	200
	$HgBa_2CuO_{4+x}$	95	1200-2000	2-4,5	20	12	72	125
	$HgBa_2CaCu_2O_{6+x}$	127	2050	8	17	4	113	450
	$HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+x}$	135	1300-2000	7	15	11,9	108	
	$HgBa_2Ca_3Cu_4O_{10+x}$	125	1600	70	13-18		100	>200
	$Sm_{1,85}Ce_{0,15}CuO_{4-y}$	11,5			80	1,5		
	$Nd_{1,84}Ce_{0,16}CuO_{4-y}$	25	720-1000		70-80	2-3	44717	>100
$RuSr_2R_2Cu_2O_{10}$ (R=Gd, Eu, Y)	30-40		0,3-0,5	60-75	10	>44		

Bundan dolayı da teknolojik uygulamalar açısından uygun adaylar değildirler. İkili metal bileşik ve alaşımlar grubunda yer alan ve en iyi bilinen süperiletken sistemler kuşkusuz  $A15$  bileşikleri ve  $MgB_2$  sistemidir. Bunların II. Tip süperiletkenler sınıfında yer almaları,  $\sim 40$  K’ e kadar süperiletkenlik geçiş sıcaklığı sergilemeleri ve  $\sim 23$  T’ ya kadar kritik manyetik alan değerine sahip olmaları bu gruptaki süperiletken sistemlerin teknolojik uygulamalar açısından daha uygun adaylar olduklarını ortaya koymaktadır [29,30].

Özellikle 2001 yılında  $\sim 40$  K' de süperiletken özellik sergilediği bulunan  $MgB_2$ ,  $c$ - eksenine boyunca sıralanan Mg ve B tabakalarından oluşan basit bir kristal yapıya sahiptir. Ayrıca, HTS sistemler ile kıyaslandığında düşük anizotropi, büyük koherens uzunluk ve tanecik sınırlarında saydamlık göstermesi gibi özelliklerinden dolayı  $MgB_2$ ' in süperiletken kablo/mikroelektronik alanındaki teknolojik uygulamalar açısından potansiyele sahip olduğu açıkça görülmektedir [32].

Yüksek sıcaklık süperiletkenler grubunun üyeleri bir ya da daha fazla  $CuO_2$  düzlemine sahip olan sistemlerdir. Oksitli bileşikler olmaları sebebiyle yalıtkan malzemeler olarak düşünülmesine rağmen süperiletken sistemler arasında en yüksek geçiş sıcaklığına sahip sistemlerdir. Şekil 2.5b' de görülen  $ABX_3$  ideal perovskite yapı olarak adlandırılan yapı cuprate süperiletken sistemlerin kristal yapılarının temelini oluşturur [33]. Bu yapının en belirgin özelliği yüksek anizotropi göstermesi olup cuprate sistemlerin fiziksel özellikleri üzerinde büyük etki gösterir. Cuprate sistemler de kendi aralarında sahip oldukları  $CuO_2$  düzlemlerinin sayısı ve kimyasal formülleri göz önüne alınarak 7 farklı sınıfa ve bunlarla birlikte aynı sınıf içinde farklı fazlara ayrılırlar [26]. Cuprate sistemlerin kimyasal formülleri, kısaltmaları,  $CuO_2$  düzlemlerinin sayısı ve süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları Çizelge 2.2' de özetlenmektedir. Bu sistemlerde süperiletkenlik  $CuO_2$  düzlemlerinde meydana gelir ve  $CuO_2$  düzlemlerinin sayısı arttıkça süperiletkenlik geçiş sıcaklıklarının da yükseldiği görülmektedir. Yine  $CuO_2$  düzlemlerini birbirinden ayıran Bi, O, Y, Ba, La, gibi elementler  $CuO_2$  düzlemlerine yük taşınmasında görev alırlar ve yük rezervuarı olarak değerlendirilirler.

İlk keşfedilen cuprate sistem  $\sim 38$  K kritik sıcaklığa sahip  $La_{2-x}Sr_xCuO_4$  genel kimyasal formülü ile ifade edilen LSCO sistemi olup kristal yapısı Şekil 2.5c' de görülmektedir [25]. Bunu 92 K' de süperiletkenlik geçiş sıcaklığı sergileyen  $YBa_2Cu_3O_x$  genel kimyasal formülü ve YBCO kısaltması ile ifade edilen cuprate sistem takip etmektedir. Şekil 2.5d' de kristal yapısı verilen YBCO sistemini diğer cuprate sistemlerinden ayıran en önemli özellik Y atomu ile ayrılan  $CuO_2$  düzlemlerine ek olarak BaO düzlemleri ile bir boyutta CuO zincirlerini de içeriyor olmalarıdır. Aynı zamanda yapı içerisindeki O sitokiyometrisi süperiletken fazın elde edilmesinde önem taşımakta olup oksijen içeriği 6,4 iken antiferromanyetik düzen baskılanarak süperiletken faz oluşmaya başlar ve oksijen içeriği 6,95 değerine geldiğinde maksimum süperiletkenlik geçiş sıcaklığına ulaşılmış olur [25,34].



Şekil 2.5. Süperiletken sistemlere ait genel kristal yapılar a)  $MgB_2$  [32], b) Perovskite yapı [33], c) BSCCO [35], d) NCCO [25], e) Tl-bazlı [37], f) YBCO [25,34], g) Ruthenocuprate [40-44], h) Hg-bazlı [38,39], i) LSCCO [25] süperiletken sistemlerinin kristal yapıları

Bir diğer cuprate sistem  $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_{4+2n+y}$  genel formülüne sahip BSCCO sistemi olup  $n=1,2,3$  değerleri için Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 olarak ifade edilen üç farklı faza sahiptir. Bu fazlar sırasıyla 25 K, 90 K ve 110 K süperiletkenlik geçiş sıcaklığına sahip olup Şekil

2.5e' de görüldüğü gibi BSCCO sisteminin fazları farklı sayıda  $\text{CuO}_2$  düzlemine sahiptirler [35,36].

Bi atomlarının Tl atomları ile ve Sr atomlarının Ba atomları ile yer değiştirmesi sonucu ortaya çıkan Tl-bazlı cuprate sistem iki farklı seri ile 10 farklı faza sahiptir ve tüm fazları Şekil 2.5f' de görülmektedir. Tl-bazlı cuprate sistemin ilk serisi  $\text{TlBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+3}$  ( $n=1-5$ ) genel formülü ile ikinci serisi ise,  $\text{Tl}_2\text{Ba}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$  ( $n=1, 2, 3$ ) genel formülü ile ifade edilmektedir [37].

Tl atomlarının Hg atomları ile yer değiştirmesi sonucu yeni bir cuprate sistem ortaya çıkmıştır. Şekil 2.5g' de görüldüğü gibi  $\text{HgBa}_2\text{CuO}_4$  (Hg-1201),  $\text{HgBa}_2\text{CaCu}_2\text{O}_6$  (Hg-1212) ve  $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$  (Hg-1223) genel formülleri ile ifade edilen üç farklı faza sahiptir. Hg-1201, Hg-1212 ve Hg-1223 sistemleri sırasıyla 94 K, 128 K ve 134 K' de süperiletkenlik geçiş sıcaklığı sergilemektedirler. Bununla birlikte yüksek basınç altında Hg-1223 fazının geçiş sıcaklığı 164 K değerine ulaşarak cuprate sistemler arasında en yüksek süperiletkenlik geçiş sıcaklığına sahip sistem olma özelliğindedir [38,39].

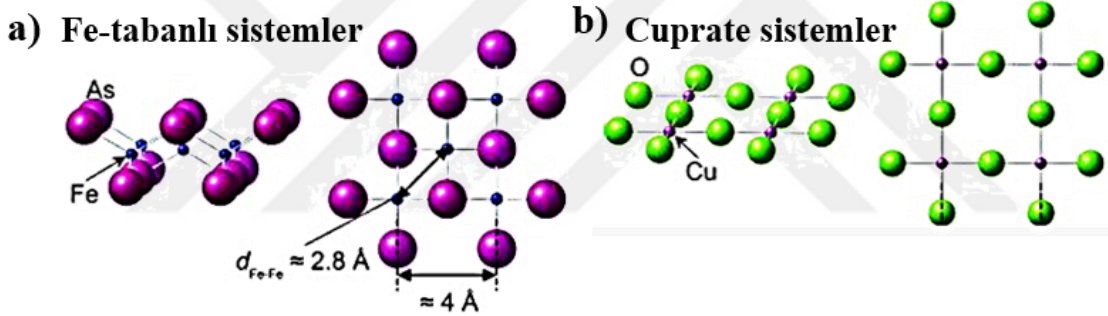
$\text{Nd}_{2-x}\text{Ce}_x\text{CuO}_{4-y}$  genel formülüne sahip NCCO sistemi 24 K süperiletkenlik geçiş sıcaklığı sergileyen bir diğer HTS sistem olarak karşımıza çıkmaktadır. Şekil 2.5h' de görüldüğü gibi LSCO sistemi ile benzer bir kristal yapıya sahiptir [25].

1997 ile 1999 yılları arasında keşfedilen HTS ailesinin sıradışı bir üyesi Ru-bazlı sistemlerdir. Sıradışı olması manyetik kökenli element barındıran bir sistemde süperiletkenliğin ortaya çıkmış olmasındandır.  $\text{RuSr}_2(\text{Gd}, \text{Sm}, \text{Eu})_{1,6}\text{Ce}_{0,4}\text{Cu}_2\text{O}_{10-\delta}$  (Ru-1222) ve  $\text{RuSr}_2\text{GdCu}_2\text{O}_8$  (Ru-1212) genel formülleri ile verilen iki farklı serisi mevcuttur ve bunların genel kristal yapısı Şekil 2.5i' de görülmektedir.  $\sim 40$  K' de süperiletken faza geçmektedir ve diğer cuprate sistemler ile bazı ortak özelliklere sahiptir [40-44].

### **Fe-Tabanlı Süperiletken Sistemler**

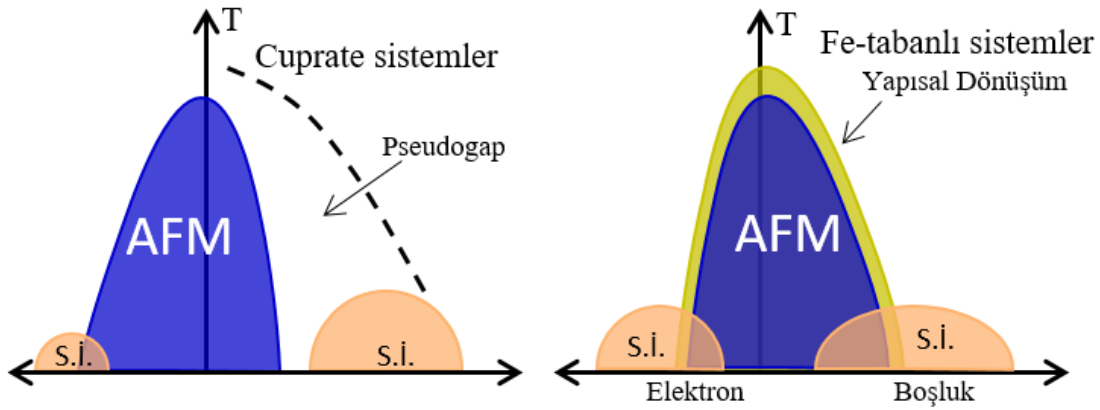
Fe-bazlı süperiletken sistemlerin keşfi bilim dünyasında büyük yankı uyandırmış ve günümüzde de çalışmalar yoğun bir şekilde devam etmektedir. Bu malzemeler ile ilk çalışma

LaOFeP bileşiğinin 4 K' de süperiletken olduğunun keşfi ile başlamış ve bunu izleyen süreçte birçok yeni Fe-bazlı süperiletken sistem ard arda bulunmuştur. Elde edilen maksimum kritik sıcaklık  $\sim 55$  K civarındadır [45-54]. Yapılan bu araştırmalar sadece en yüksek kritik sıcaklığı ortaya koymamış aynı zamanda Fe-bazlı süperiletken sistemlerin 4 ana faza sahip olduğunu da göstermiştir. Bunlar; ZrCuSiAs-tipi LnFeAsO (Ln; nadir toprak elementleri) ThCr<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>-tipi AeFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> (Ae; toprak alkali elementler), Fe<sub>2</sub>As-tipi AFeAs (A; Li veya Na) ve anti PbO-tipi Fe(Se,Te) olup sırasıyla 1111, 111, 122 ve 11-fazları olarak tanımlanmıştır. Fe-bazlı süperiletken sistemler, Fe-kare örgüsüne sahiptirler ve bu süperiletken sistemlerin ana fazlarında Fermi seviyesinin ilk olarak Fe' in 3d orbitallerinden oluştuğu düşünülmektedir ve uzun menzilli bir spin düzenine sahip olmadıkları kabul edilmektedir [55,56]. Şekil 2.6a' da Fe-bazlı sisteme ait temel kristal yapı Şekil 2.6b' deki cuprate sistemlerin temel kristal yapısı ile kıyaslamalı olarak verilmiştir.



Şekil 2.6. a) Fe-bazlı sistemlere ve b) cuprate sistemlere ait temel kristal yapı [57]

Şekil 2.7' de de Fe-bazlı sistemler ile cuprate sistemlere ait faz diyagramları görülmektedir. Faz diyagramlarına göre, Fe-tabanlı süperiletkenlerin ana bileşikler düşük sıcaklıklarda antiferromanyetik bir düzenleniş sergilemekte ve zayıf birer metal gibi davrandıkları göz önüne alınırsa, bu şekildeki antiferromanyetik mekanizma hareketli elektronların spin yoğunluk dalgası (SDW) düzenlenişine bağlanır. Buradaki durumun aksine, cuprate süperiletken sistemlerde antiferromanyetizma lokal momentlerin yer değiştirmesine bağlanmaktadır.



Şekil 2.7. Fe-tabanlı ve HTc sistemlere ait faz diyagramını [58,59]

Teknolojik uygulamalar açısından HT<sub>c</sub> süperiletken sistemler ailesinin üç önemli üyesi olan MgB<sub>2</sub> süperiletkeni, cuprate süperiletken sistemler ile Fe-bazlı süperiletken sistemlere ait temel özellikler Çizelge 2.2' de özetlenmiştir.

Çizelge 2.2. HTS sistemlerin temel özelliklerinin karşılaştırılması [60-62]

	Fe-tabanlı Süperiletkenler	MgB <sub>2</sub>	Yüksek Sıcaklık Süperiletkenleri
Ana Malzeme	AFM yarımetal (T <sub>N</sub> ~150K)	Pauli Paraman. metal	AFM Mott yalıtkanı (T <sub>N</sub> ~400 K)
Fermi Seviyesi	Fe 3d 5-orbatalleri	B 2p 2-orbitalleri	Cu 3d tek orbital
Maks. T <sub>c</sub>	55 (1111)	39	93 (YBCO), 110 (BSCCO)
Safsızlık	Sağlam	Hassas	Hassas
Sİ aralık Simetrisi	Genişletilmiş s-dalgası	s-dalgası	d-dalgası
Üst Kritik Alan, 0K, H <sub>c2</sub> (0) (T)	100-200 (1111), 100-50 (122), >50 (11)	40	>100
Tersinmezlik Alanı H <sub>irr</sub> (T)	>50 (4K), >14 (20K)	>25 (4K), >10 (20K)	>0 (77K, YBCO)
Anizotropi, γ	4-5 (1111), 1-2 (122)	2	(5-7) YBCO, (50-90) (BSCCO sis.)
Sİ durumunda kristalografik simetri	Tetragonal	Hegzagonal	Tetragonal
Kritik tane sınırı açısı, θ <sub>c</sub> °	8-9	-	3-5 (YBCO)
Avantajı	Yüksek H <sub>c2</sub> (0), kolay üretim	Kolay üretim	Yüksek T <sub>c</sub> ve H <sub>c2</sub> (0)
Dezavantajı	Tek kristal olmalı	Düşük H <sub>c2</sub> (0)	Yüksek maliyet

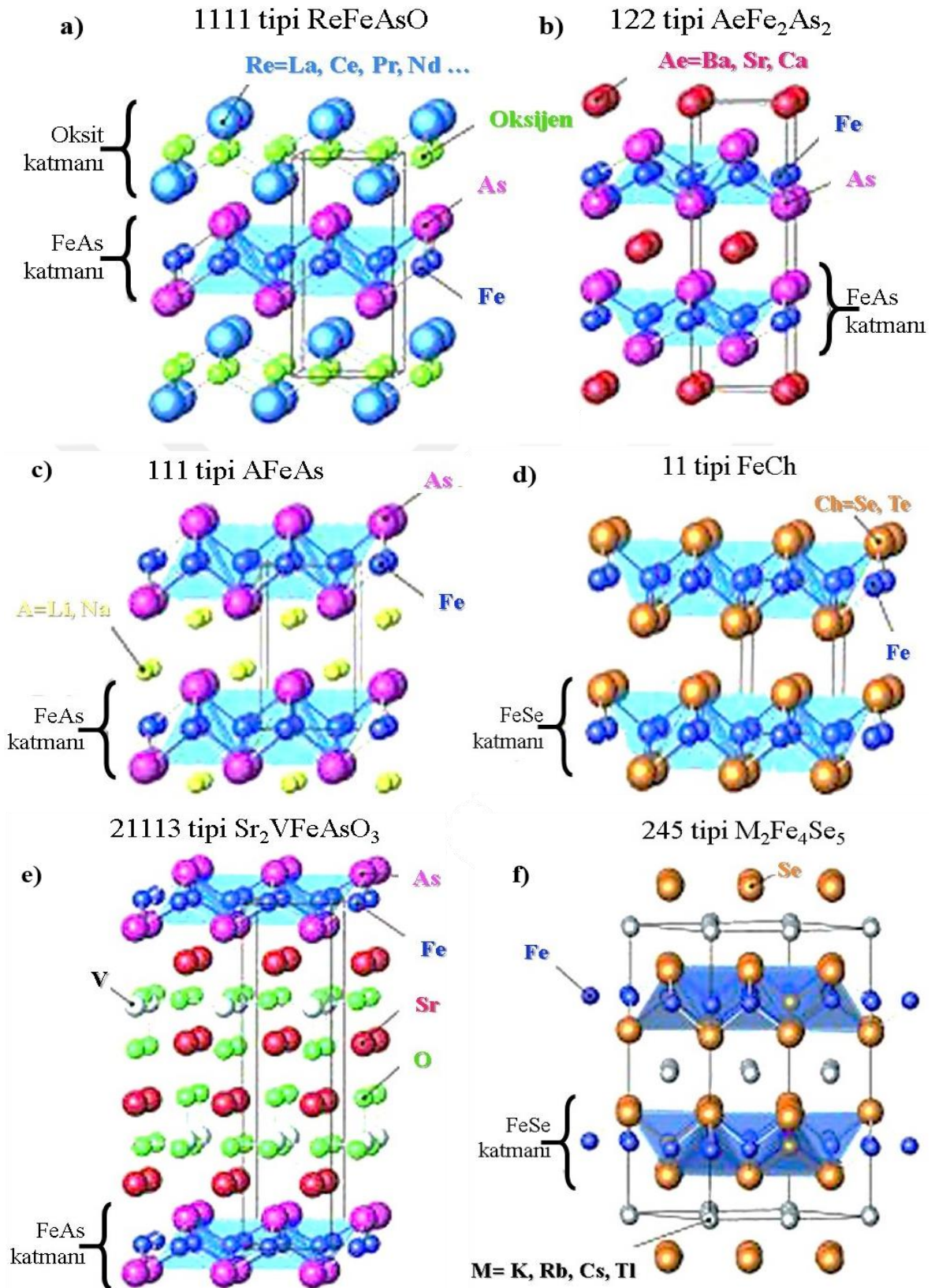
Buna göre, cuprate sistemler, antiferromanyetik Mott (AFM) yalıtkanı durumunda güçlü elektron bağlantılarından dolayı süperiletken sistemler arasında en yüksek kritik sıcaklığa sahiptirler. Fakat Fe-bazlı sistemler cuprate sistemler gibi sıvı azot sıcaklığında (77 K) uygulanabilir değildir. Buna rağmen, Fe-bazlı süperiletkenlerin ~10 K ile 50 K arasında teknolojik uygulamasının olması beklenmektedir. Şöyle ki, üst kritik manyetik alanlarının 50 T'nin üzerindedir ve oldukça yüksek bir değerdir dolayısıyla yüksek akım iletiminin gerçekleştirebileceği anlamına gelmektedir. Ayrıca, bu değer Nb-Ti (15 T) ve A15-tipi

$Nb_3Sn$  (29 T) gibi metalik süperiletkenler ve  $MgB_2$ 'den de daha yüksektir. Dolayısıyla, Fe-bazlı süperiletkenlerin uygulama hedefleri arasında özellikle yüksek manyetik alan magnetlerinin olması beklenmektedir. Magnetlerin de pratik uygulamalar açısından bir diğer önemli özelliği tersinmezlik alanı olup tersinmezlik alanı ( $H_{irr}$ ) kritik akım yoğunluğu sıfır olduğundaki maksimum alan değeri olarak tanımlanmaktadır. Fe-bazlı süperiletken sistemler için  $H_{irr} > 50$  T (4 K'de) olup bu değer  $MgB_2$ 'den daha yüksektir ve manyetik alan uygulamalarında daha fazla kullanım alanının olması beklentisini ortaya çıkarmaktadır [61].

Fe-bazlı sistemlerin tüm fazlarına ait kristal yapılar Şekil 2.8' de verilmektedir. 1111, 122 ve 111-fazları Fe-pniktonjen olarak bilinen ve FeAs tabakalarını içeren sistemlerdir. Fe-pniktojen süperiletkenlerde, alkali, toprak alkali veya nadir toprak elementleri ve oksijen-flor elementlerini içeren bloklanmış tabakalar ile Fe-As iletim tabakaları birbirleri ardına dizilir. 11-fazı ise Fe-kalkojen sistemi olarak adlandırılır. En iyi bilinen kalkojenler S, Se ve Te 'dür ve bunlar genel olarak FeSe, FeTe, FeTe(Se) ve FeTe(S) sistemleridir [63].

Fe-kalkojenit FeSe sistemi sadece  $Fe_2Se_2$  tabakalarından oluşur. Bloklanmış tabakaların olmayışından dolayı Fe-kalkojenit sistemler, Fe-tabanlı en basit kristal yapıya sahip olan sistemlerdir. Normal şartlarda  $\sim 10$  K' de süperiletkenlik gösterirler ve yüksek basınç altında geçiş sıcaklığı  $\sim 37$  K' e kadar yükselebilmektedir [64]. FeSe' un aksine, benzer kristal yapıya sahip olan FeTe  $\sim 70$  K' de antiferromanyetik bir dönüşüme uğramaktadır. Te' ün S veya Se ile kısmi olarak yer değiştirmesi sonucunda da antiferromanyetik düzen baskılanarak süperiletkenlik ortaya çıkmaktadır [65]. Fe-kalkojenit sistemlerdeki bu davranış, fiziksel özelliklerin S, Se ve Te elementlerinin kovalent yer değişimleri üzerinde etkili bir biçimde değişmesinden dolayıdır.

Bunlara ilaveten güncel çalışmalarda FeSe tabakaları arasına alkali metal veya moleküllerin eklenmesiyle  $\sim 40$  K' lere kadar süperiletkenlik geçişinin gözlemlendiği sistemler de çalışılmaktadır. Bunlar,  $AFeSe$  genel formülünde olup 122-fazına benzer bir yapı veya 245 fazı denilen ve farklı süperiletkenlik özelliklerine sahip yeni bir faz ortaya çıkarmaktadır [66]. Fe-kalkojenit sistemler, toksik bir element olan As içermediklerinden, Fe-tabanlı sistemlerin süperiletkenlik mekanizmalarının aydınlatılmasında kullanılabilecek anahtar faz olarak düşünülmektedir.



Şekil 2.8. Fe-bazlı süperiletken sistemlerin a) 1111-fazına, b) 122-fazına, c) 111-fazına, d) 11-fazına, e) 21113 fazına ve f) 245-fazına ait kristal yapılar [57]



## Fe-Bazlı Süperiletken Sistemler İçin Polikristal ve Tek Kristal Malzeme Üretim Teknikleri

Fe-bazlı süperiletken sistemlerin alışlageldik sistemlerden farklı kristal kimyasına sahip olmaları süperiletken fazı elde etmek için çeşitli yöntemler kullanılmasına yol açmıştır. Özellikle, As ve Se elementlerinin yüksek buhar basıncı oluşturmaları ve As elementinin toksik olması, alkali metal ve toprak alkali metallerin düşük erime noktasına sahip olmaları ve nem/oksijen reaktiviteleri Fe-bazlı süperiletken sistemlerin üretimini diğer süperiletken sistemlere göre daha zor kılmaktadır. Bu bağlamda, Fe-bazlı süperiletken sistemlerin hazırlık aşamaları inert bir atmosfer olan glove-box içerisinde yapılırken sentez reaksiyonları için ısı işlemler esnasında kuartz cam içerisinde yerleştirilerek vakum altında kapatılmaları gerekmektedir.

Uygun koşullar sağlandığında Fe-bazlı süperiletken sistemlerin polikristal ve tek kristal formda üretilmeleri mümkündür. Geleneksel katıhal reaksiyon metodu, yüksek basınç sentez metodu en iyi bilinen ve uygulanan polikristal üretim teknikleri arasında yer alırken, self flux metodu, Bridgeman metodu ve tek adımda sentez (one-step sentez) metodu en sık kullanılan tek kristal üretim metodları olarak literatürde yer almaktadır.

Fe-bazlı süperiletken sistemleri tek kristal formda elde etmek için öncelikle üretilecek olan fazın karakterine uygun metodun tercih edilmesi gerekmektedir. Bu da faz diyagramlarının incelenmesi ve yapı içerisindeki elementlerin özellikleri göz önüne alınarak belirlenebilmektedir. Yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında tek kristal formda üretimini gerçekleştirdiğimiz Fe-kalkojenit ailesinin bir üyesi olan Fe(Se, Te) sistemini tek kristal formda elde etmek için genellikle self flux metodu olarak bildiğimiz aslında bir çeşit Bridgeman metodu olan yöntem tercih edilmektedir [67]. Bu yöntemde üretilecek olan faza ait faz diyagramının incelenerek ısı işlem prosedürünün belirlenmesi ve daha sonra yüksek sıcaklıklara kadar malzemelerin ısıtılmaları yoluyla elementlerin tam bir eriyik formuna gelmesi sağlanmaktadır. Bunu takip eden süreç kristalleşme aşaması yüksek kalitede tek kristal formu elde etmek için aslında en önemli aşama olup yeterince uzun sürelerde soğutulmuş ya da belli bir sıcaklığa kadar uzun sürelerde soğutulmuş bu sıcaklıkta soğuk suda quench (ani soğutma) seçenekleri yardımıyla kristalleşme sağlanmaktadır. Bu metod iyonik difüzyonun ön planda olduğu bir yöntem olup yüksek kalitede tek kristal malzemelerin elde edilmesine olanak sağlamaktadır [68-70]. Ayrıca 122-fazının bir üyesi olan  $A_xFe_2Se_2$  ( $A=K, Rb, Cs$ ) sisteminde alkali metallerin  $Fe_2Se_2$  düzlemleri arasına

girmesi sağlanmaktadır ve bu malzemelerin tek kristal formda üretilmeleri için genellikle tek adımda sentez (one step sentez) metodu tercih edilmektedir.

Kullanılacak yöntemin, üretilmesi planlanan malzemenin yapısal, mikroyapısal, elektriksel ve manyetik davranışları üzerinde etkili olduğu bilinmektedir. Bu malzemelerin üretilmesi aşamasında uygun yöntemin ve en iyi üretim koşullarının belirlenmesi gerekmektedir.

### **Tel/Şerit Üretim Teknikleri**

Tel ve şerit formundaki üretimlerde amaç yüksek akım taşıyabilme kapasitesine sahip bir ürün ortaya çıkarmaktır. Bu bağlamda powder in tube metodu yüksek kalitede süperiletken tel ve şerit elde etmek için kullanılan en yaygın ve olumlu sonuçları olan bir yöntem olarak literatürde yer almaktadır. Bu yöntemde izlenecek adımları şöyle sıralayabiliriz;

- i. Tel/şerit haline getirilecek kor malzemesi istenilen fazda elde edilmelidir.
- ii. İleri derecede difüzyonun meydana gelmemesi için kullanılacak olan kılıf ile kor malzemesi arasında iyi bir uyum sağlanmalıdır.
- iii. Kor malzemesi kılıf içerisine sıkı bir şekilde doldurularak maksimum düzeyde doluluk oranı sağlanmalıdır. Yüksek doluluk oranı akım yoğunluğunu doğrudan etkileyen bir faktördür.
- iv. Kor malzemesi kılıf içerisine doldurulduktan sonra hazırlanan tüpün tel/şerit formuna getirmek için iki farklı prosedür izlenebilir. Bunlardan biri Groove Rolling sistemi, diğeri ise die çekme sistemi ile tel/şerit elde edilmesi şeklindedir.

Grove Rolling sistemi Resim 2.1a' da görüldüğü gibi hazırlanan tüp farklı çaplardaki 14 farklı oluktan geçirilerek istenilen incelikte tel üretimi sağlanmaktadır. Bu yöntem tamamen mekanik deformasyona dayalıdır. Resim 2.1b' de görülen die çekme sisteminde ise farklı kare ya da silindirik olacak şekilde istenilen geometride elde etmek için hazırlanan tüpün farklı boyutlardaki die' lardan çekilerek tel şeklinde elde edilmesidir.

Şerit formunu elde etmek için ise grove Rolling sisteminde çift silindir arasından geçirilerek yani ezme işlemi ile şerit formu kazandırılmaktadır. Dolayısıyla her iki yöntem de aslında tamamen mekanik olarak ezme-inceltme-uzatma şeklinde deformasyona dayalı mekanizmalardır. Yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında laboratuvarımızda bulunan önce die çekme sistemi ile kare kor' lu süperiletken tel üretimini gerçekleştirilmiş daha sonrada teller şerit formuna sokulmuştur. Kare kor' lu tel üretimi tercih etmemiz şerit

formuna getirilme işlemi sırasında dairesel forma göre kırılma, yarıлма ya da büzülme şeklindeki deformasyonların önüne geçmiştir.



Resim 2.1. Powder in tube yönteminde kullanılan a) grove Rolling sistemi, b) die çekme sistemi

## MATERYAL VE YÖNTEM

Fe-bazlı süperiletken sistemler oldukça farklı kristal kimyasına sahiptir. Özellikle, As ve Se elementlerinin yüksek buhar basıncı oluşturmaları ve toksik olmaları, alkali metal ve toprak alkali metallerin düşük erime noktasına sahip olmaları ve nem/oksijen reaktivitelerinden dolayı Fe-tabanlı süperiletkenlerin üretimleri diğer süperiletken sistemlere kıyasla biraz daha zorlu bir süreç gerektirmektedir. Özellikle malzeme hazırlık işlemleri inert bir atmosfer olan glove box içerisinde gerçekleştirilmektedir. Reaksiyon aşaması için ise kuartz tüplere doldurulan malzemelerin vakum altında kapatılmaları ile ısıtma işlemi uygulanmaktadır.

Fe-bazlı sistemlerin polikristal formdaki üretimleri için katıhal reaksiyon ve yüksek basınç (HP) sentez metotları kullanılırken tek kristal formdaki üretimleri için one-step sentez, Bridgeman, self-flux, optik floating zone, kimyasal buhar biriktirme ve sıvı amonyum (liquid ammonia) metodları tercih edilmektedir. Fe-bazlı süperiletkenler ailesinin birbirinden oldukça farklı özellikler sergileyen farklı fazlara sahip olmaları nedeniyle termodinamik özellikleri göz önünde bulundurularak üretilmesi planlanan faza en uygun metot ve faz diyagramları dikkate alınarak en uygun ısıtma işlem prosedürü tercih edilmektedir.

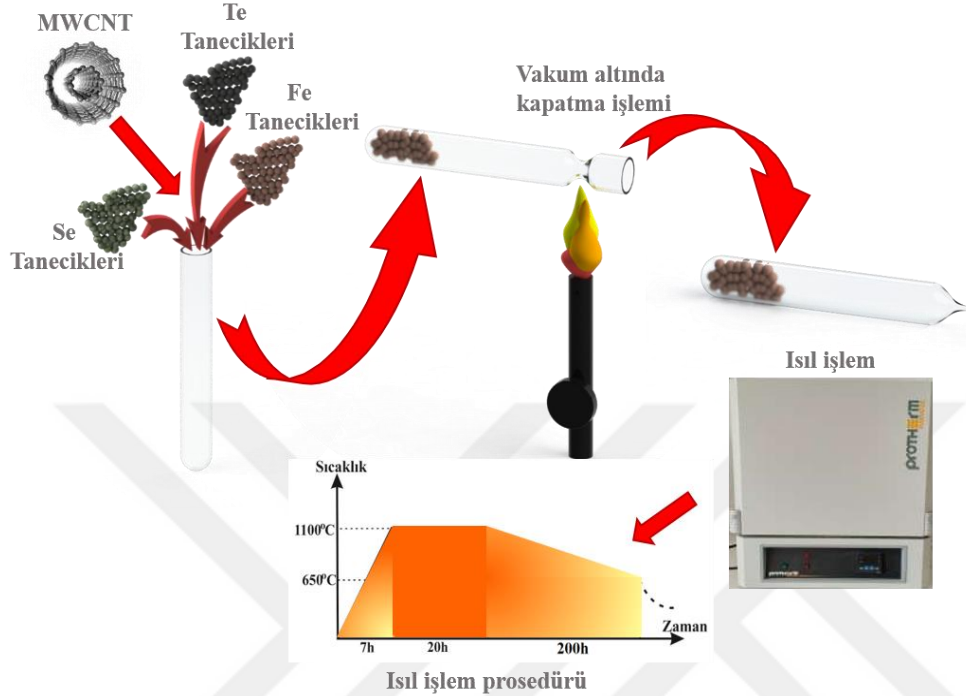
Yüksek lisans tezimiz kapsamındaki çalışmalarımız üç temel aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada,  $\text{FeTe}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  baz sisteminde Fe konumlarına çok duvarlı karbon nanotüp (Multi Wall Carbon Nanotube-MWCNT) yer değiştirmesi yapılarak  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) genel formülüne göre “self flux” yöntemi ile tek kristal formda elde edilmiştir. En iyi süperiletkenlik parametrelerine sahip olan sitokiyometri belirlenerek bir sonraki aşama için üretim gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada, tek kristal formda üretilen  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) süperiletken malzemesi ball mill yöntemi ile tanecik boyutu  $<10\mu\text{m}$ ’ ye kadar indirgenerek süperiletken tel ve şerit üretimi için kor malzemesi formuna getirilmiştir. Hazırlanan  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  süperiletken kor malzemesi Fe ve Ag olmak üzere çift kılıf kullanılarak Powder In Tube (PIT) yöntemi ile kare kor’ lu tel ve daha sonra şerit formuna getirilmiştir. Üçüncü aşamada ise hazırlanan  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  süperiletken şerit kullanılarak racetract bobin prototip üretimi gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada, yapısal, mikroyapısal, elektriksel ve manyetik karakterizasyonlar yapılarak en iyi sitokiyometri belirlenmiştir. İkinci aşamada, yapısal, mikroyapısal ve elektriksel performans testleri ( $I-V$  karakteristikleri) yapılmıştır. Son aşamada ise elde edilen racetract bobin prototipinin elektriksel performans testleri gerçekleştirilmiştir.

### **Birinci Aşama: Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> Süperiletken Sisteminin Tek Kristal Formda Üretimi**

Başlangıç materyalleri olarak ~10 µm tanecik boyutunda yüksek saflıkta Fe tozu (%99,999), 0,5 - 1 mm boyutunda Te tanecikleri (%99,999) ve ~10 µm tanecik boyutunda Se tanecikleri (%99,999) ile %98 saflıkta ve dış çapı 18 nm'den daha küçük MWCNT'ler kullanılmıştır. Karbon Nanotüplerin üstün elektrik ve optik özelliklere sahip maddelerdir. İnce ve içi boş silindir şeklinedirler. MWCNT'ler ise iç içe girmiş karbon nano tüplerden oluşmaktadırlar. En sert malzeme olarak bilinen elmasın elastik modülünün değeri 1,2 TPa civarındayken bu değer karbon nanotüpler de yaklaşık olarak 1 TPa'dır ve 100 GPa'lık bir gerilme kuvvetine ulaşabilirler. Bu mukavemet, herhangi bir endüstriyel elyafinkinden de daha yüksektir. Bu da karbon nano tüpleri aynı kütledeki çelikten dahi daha kuvvetli bir malzeme haline sokmaktadır. Ancak bu özelliklerinin yanında bizi esas ilgilendiren kısmı ise bakır ve gümüşten yaklaşık 1000 kat daha fazla elektrik akımı taşıyabilmeleridir. Öyle ki, MWCNT'ler normalde metaliktirler ve  $10^9$  A cm<sup>-2</sup>'ye kadar akım taşıma kapasitesine sahiptir ve özdirenç değeri  $10^{-4}$  Ω cm'dir. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda bile bu özelliklerini koruyabilmektedirler. Bu avantajlarından dolayı da endüstrideki birçok malzemenin yerine belirli oranlarda geçebilmekte, kolay bağ yapabilmekte ve katıldığı malzemede özellikleri pozitif yönde etkilemektedirler.

Tüm bu avantajlarından dolayı ve daha önce diğer HTS sistemler üzerindeki karbon nanotüp ikamesinin olumlu sonuçlarını göz önüne alarak yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında Fe-bazlı sistemlerde MWCNT ikamesini inceledik. Bununla birlikte literatürde ilk kez Fe-bazlı sistemlerde denenecek olması tez çalışmamızın özgünlüğü açısından önem taşımaktadır. Buna göre, Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x= 0,00, 0,01, 0,02 ve 0,03) genel formülüne göre uygun sitokiyometride tartılan kimyasal malzemeler, bir ucu kapalı ~6 mm iç çapına ve ~8 mm dış çapında kuartz tüp içerisine doldurularak vakum altında diğer ucu kapatılmıştır. Se elementinin yüksek buhar basıncı oluşturma özelliğinden dolayı olası patlamaları önlemek amacıyla hazırlanan tüp iç çapı ~9 mm ve dış çapı ~11 mm olan ikinci bir kuartz cam içerisine konularak yine vakum altında kapatılmıştır. Hazırlanan tüpler fırın içerisine ~65° lik bir açı ile yerleştirilerek 7 saatte 1100°C'ye kadar ısılmış ve bu sıcaklıkta 20 saat tutulmuştur. Bu aşamada elementlerin sıvı faza geçmeleri/erimeleri ve dolayısıyla homojen sıvı karışımın oluşumu sağlanmıştır. Daha sonra fırın 1100°C' den 650°C' ye 200 saat içerisinde düşürülerek kristalleşme sağlanmıştır. Son aşamada ise fırın kapatılarak izole bir şekilde oda sıcaklığına kadar kendi kendine soğutulmuştur. Self-flux yöntemi ile tek

kristal  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  sisteminin üretim aşamaları ve ısıl işlem prosedürü Şekil 3.1’ de şematik olarak gösterilmiştir.

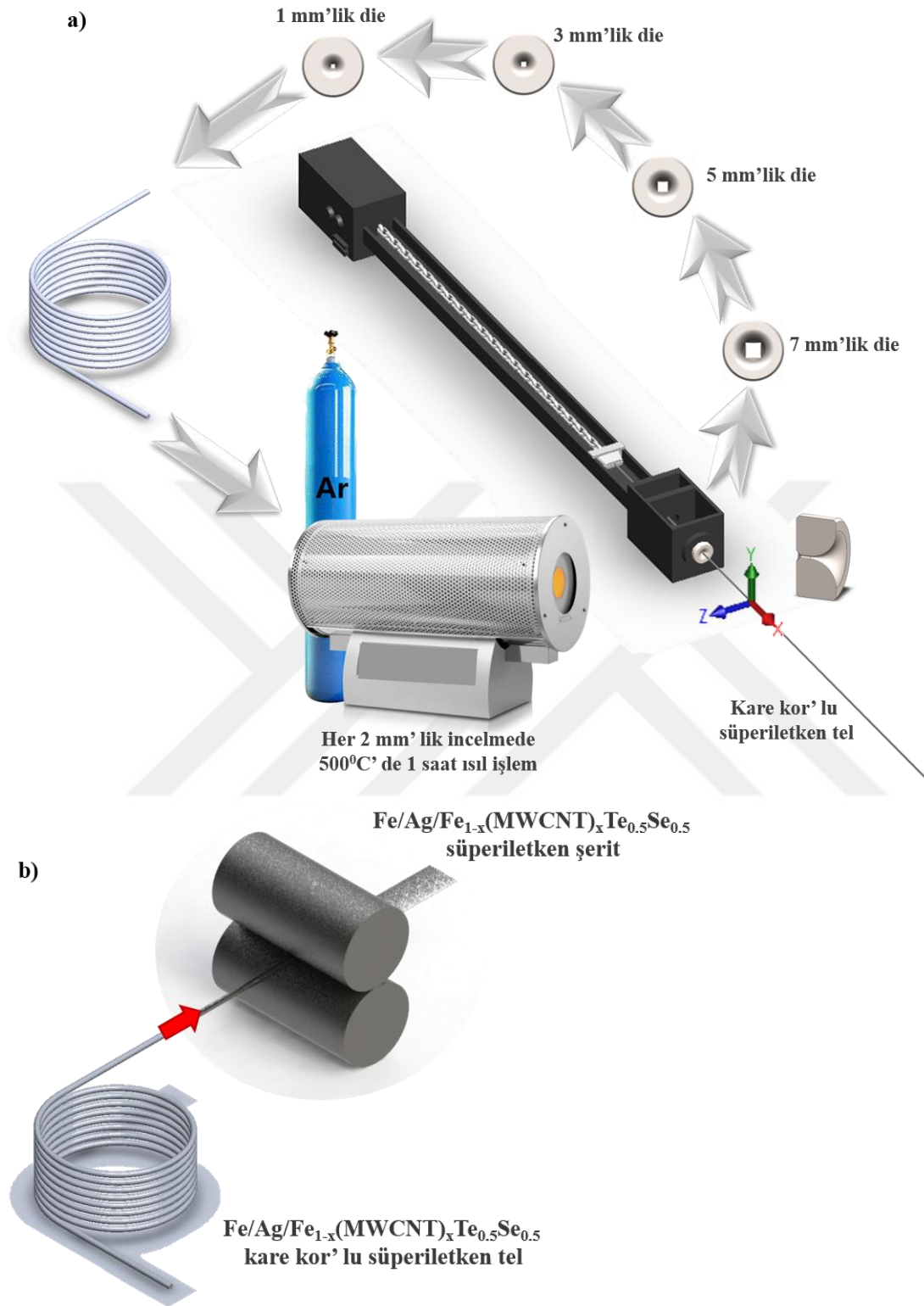


Şekil 3.1. Tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  süperiletkeninin Self-flux yöntemi ile üretimi ve ısıl işlem prosedürü

### İkinci Aşama: Powder In Tube (PIT) metodu ile $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ kare kor’ lu tel ve şerit Üretimi

Fe-bazlı süperiletken sistemler  $HT_c$  ve  $MgB_2$  süperiletken sistemlere kıyasla daha düşük kritik sıcaklığa sahip olmalarına rağmen yüksek  $H_{c2}$  ve  $J_c$  değerleri sergilemelerinden dolayı dikkat çekicilerdir. Bu da yüksek manyetik alanlar altında yüksek akım taşıyabilme kapasitesine sahip olduklarını göstermekte ve tel/şerit uygulamaları için potansiyeli olan malzemeler sınıfına girmektedirler.

Yüksek lisans tezimiz kapsamındaki çalışmalarımızın ikinci aşamasında “Powder In Tube (PIT)” metodu ve die çekme sistemi kullanılarak  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  kare kor’ lu süperiletken tel ve şerit üretimini gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.2a’ da powder in tube metodu ile  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  kare kor’ lu süperiletken tel üretimi ve Şekil 3.2b’ de şerit üretimi şematik olarak verilmektedir.



Şekil 3.2 a) Powder in tube (PIT) metodu ile  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  kare kor' lu süperiletken tel b) şerit üretimi

Çizelge 3.1.  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  kare kor' lu süperiletken tel üretimi işlemi için kullanılan Fe ve Ag kılıf malzemesine ait fiziksel özellikler

Fe kılıf malzemesine ait özellikler	Ag kılıf malzemesine ait özellikler
-------------------------------------	-------------------------------------

Boy	50 cm	Boy	50 cm
İç çap	6.1 mm	İç çap	4 mm
Dış çap	9.6 mm	Dış çap	6 mm
Safılık	%99.5	Safılık	%99.5

Bu bağlamda üretim aşamalarını özetlenecek olursa;

- i. Birinci aşamada tek kristal formda ürettiğimiz  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  süperiletken malzemesinin “ball mill” yöntemi ile tanecik boyutu  $<10 \mu m$ ’ ye indirgenmiştir.
- ii. Çizelge 3.1’ de özellikleri verilen Fe ve Ag borular kılıf malzemesi olarak kullanılmıştır.
- iii. Fe borunun mekanik özellikleri dikkate alındığında, üzerindeki mekanik stresi azaltmak ve olası kırılmaları önlemek amacıyla herhangi bir dolum işlemine geçilmeden önce  $500 ^\circ C$ ’ de 1 saat ısıl işlem uygulanmıştır.
- iv.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  süperiletken kor malzemesi Çizelge 3.1’ de özellikleri verilen Ag kılıf içerisine çelik çivi ile harbilerek sıkı bir şekilde doldurulmuştur. (Ag kılıfın uçlarından 1,5 cm’lik kısımlara Ag parçaları çakarak kor malzemesinin boşalması önlenmiştir.)
- v. Hazırlanan Ag kılıf yine Çizelge 3.1’ de özellikleri verilen Fe kılıf içerisine yerleştirilerek uçlarından 5’ er cm’ lik kısımlara Al folyo çakılmıştır.
- vi. Fe/Ag kılıf içerisine doldurulan  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  süperiletken kor malzemesine ait hesaplanan/ölçülen parametreler Çizelge 3.2’ de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Die çekme ile Fe/Ag/  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor’ lu tel üretimi için ölçülen/hesaplanan dolum özellikleri.

Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$ kare kor’ lu tel üretimi	
Doldurulan hacim	11.304 cm <sup>3</sup>
Doldurulan kütle	36.01 g
FeTe <sub>0.5</sub> Se <sub>0.5</sub> malzemesinin yoğunluğu	6.04 mg/m <sup>3</sup>
Doluluk oranı	%52.74

- vii. Die çekme sistemi kullanılarak 7 mm’ lik die çapından başlanılarak her 2 mm’lik incelmede Ar akışı altında  $500 ^\circ C$ ’ de 1’ er saatlik ısıl işlemler uygulanarak olması muhtemel kopmaların önüne geçilmiştir.



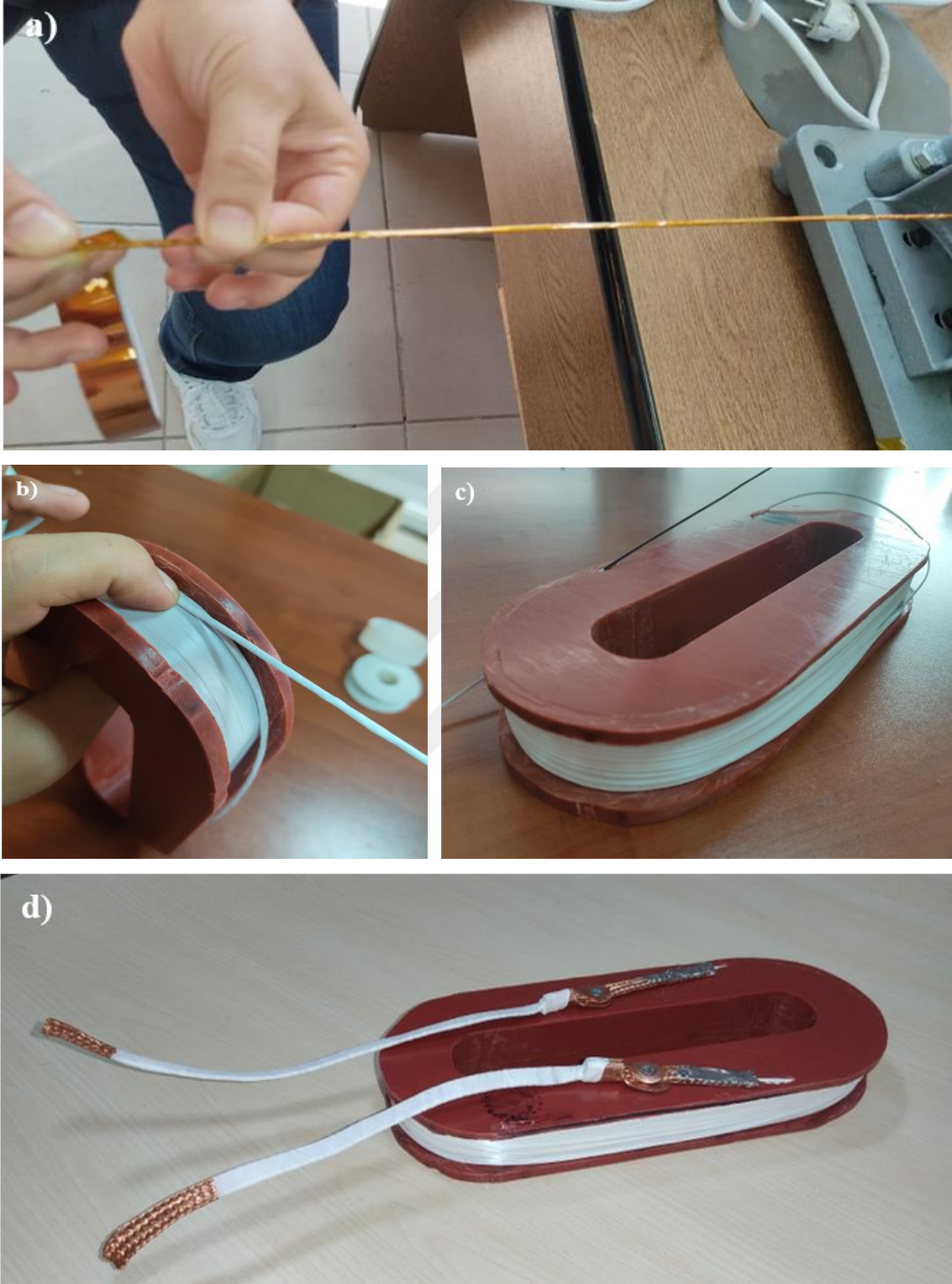
- viii.  $\sim 1 \times 1$  mm boyutunda Fe/Ag/  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  kare kor'lu süperiletken ve 30 m uzunluğunda tel üretmeyi başardık. Karşılaştırma yapabilmek amacıyla  $\sim 2 \times 2$  mm ve  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarında kesitler alarak yapısal, mikroyapısal ve elektriksel incelemeler gerçekleştirilmiştir.
- ix. Elde ettiğimiz Fe/Ag/  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  kare kor'lu süperiletken teli groove Rolling sisteminde bulunan silindir ekipmanı yardımıyla şerit formuna getirdik.

### Üçüncü Aşama: Racetract Bobin Prototip Hazırlanması

Yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında çalışmalarımızın birinci aşamasında en iyi süperiletkenlik parametrelerine sahip stokiometrinin  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) olduğunu tespit edilmiş ve büyük ölçekte üretimini gerçekleştirilmiştir. İkinci aşamada die çekme sistemi ile  $\sim 1 \times 1$  ve  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında tel ve şerit üretimlerini gerçekleştirilmiştir.

İlk deneysel çalışmalarımız sonucunda Fe ve Ag kılıflarının mekanik açıdan oldukça farklı özellikler sergilemeleri sebebiyle şerit formuna geçildiğinde kor şeklini koruyamaması ve Ag kılıfın Fe' e göre çok incilmesi hatta yer yer kopmaların yaşanması gibi olumsuzluklar tespit edilmiştir. Bu sebeple racetract bobin üretilmesi durumunda şeritte meydana gelen süreksizliğin racetract bobininin elektriksel performansını etkileyeceği düşüncesi ile 1 mm duvar kalınlığına sahip Ag kılıflar yerine 3,2 mm duvar kalınlığına sahip Ag kılıflar kullanılarak racetract bobin sarımında kullanılmak üzere yeni bir şerit üretimi gerçekleştirilmiştir.

Önce, die çekme sistemi ile toplamda  $\sim 27,4$  m uzunluğunda ve  $\sim 1 \times 1$  mm boyutunda  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor'lu tel üretilerek  $\sim 1,5$  mm genişliğinde,  $\sim 500$   $\mu\text{m}$  eninde ve  $\sim 28,3$  m uzunluğunda şerit formuna getirilmiştir. Elde edilen şerit'in farklı bölgelerinden (uç ve orta kısımlarından olmak üzere) kesilen üç farklı ve 1 cm uzunluğunda parçaların mikro yapısal ve elektriksel taşınım özellikleri incelenmiştir. Racetract bobin sarım aşamaları Resim 3.1 a-d' de görülmektedir.



Resim 3.1. Racetract bobin sarım aşamaları:  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0.03$ ) süperiletken şeritin elektriksel ve ısısal yalıtım amaçlı a) copton bant ile sarımı, b) teflon bant ile sarımı ve c) Racetract bobin, d) elektriksel performans testleri için hazırlanan şekli

3. aşamada, racetract bobin prototipi üretimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Üretilen süperiletken şerit'in hem elektriksel yalıtımı için  $\sim 100 \mu m$  kalınlığında "campton-tape" ile

üst üste iki kez sarılmıştır. Son olarak “campton-tape” üzerine de yalıtımı güçlendirmek için teflon bant sarılmıştır. İzolasyon işlemi tamamlanan şeritler Resim 3.1 c ve d’ de görüldüğü gibi racetrack formunda sarılarak bobin formuna dönüştürülmüştür. Fe-bazlı sistem için racetrack formundaki bobinin sarım aşaması malzemenin sert olması bağlamında diğer bobin türlerine göre daha fazla dikkat ve özen isteyen bir işlem gerektirmektedir. Bunun için uç kısımları (kıvrımın çapı) 10 cm genişliğinde ve toplam boyu ise 30 cm olacak şekilde, olabildiğince yavaş ve sıkı bir şekilde önceden hazırlanmış teflon kalıp üzerine sarılmıştır. Sarım işlemi 20 dönüm (sarım-20,56 m) olmak üzere hazırlanmıştır.

### **Analizler**

Yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında üretilen  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerimizin XRD analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve araştırma Merkezinde bulunan Malvern Panalytical Empyrean X-Ray difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Tek kristal formda elde ettiğimiz örnekler tabakalı birer yapıya sahip olup ince ve düzgün yüzeyli bir tabaka alınarak örnek tutucuya yerleştirilmiştir. Ölçümler,  $2\theta=10-80^\circ$  aralığında  $2^\circ/dak$  tarama hızı ile  $1,5405 \text{ \AA}$  dalga boyuna sahip  $CuK_\alpha$  radyasyonu kullanılmıştır.

Tek kristal formda üretilen  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerimizin ve daha sonraki aşamalarda geliştirdiğimiz  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken tel ve şerit formundaki örneklerimizin mikroyapısal analizleri ve sitokiyometrik incelemeleri için İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve araştırma Merkezinde bulunan EDS analizleri UltraDry EDS Detektör ve Quasor II EBSD ile donatılmış Thermo Scientific-FEI Apreo S SEM cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Tek kristal formdaki örneklerin yüzey morfolojileri Everhart-Thornley dedektörü (ETD) ve T1 lens içi dedektörü (Trinity Detection System) ile  $5000x-20000x$  aralığında değişen farklı büyütme oranlarında  $5-10 \text{ kV}$  hızlanma voltajı ve yüksek vakum altında incelenmiştir. EDS ölçümleri,  $10 \text{ mm}$  çalışma mesafesi ile  $20000x$  büyütmeyle sahip  $10 \text{ kV}$  ivmelendirme gerilimi ile alınmıştır.

Üretimi gerçekleştirilen hem tek kristal örneklerimizin hem de tel ve şerit formundaki örneklerimizin elektriksel ölçümleri İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezinde bulunan  $\pm 9 \text{ T}$  ya kadar manyetik alan uygulayabilen ve  $1,9-300 \text{ K}$  sıcaklık aralığında ölçüm yapabilen Quantum Design Physical Property Measurement System

(PPMS) ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümler, tek kristal formdaki örneklerin parlak, düzgün ve tek katman üzerinden dört nokta kontak yöntemi ile ve tel/şerit formundaki örnekler için ise kılıf malzemesinin bir neşter yardımıyla kesilerek kor malzemesi üzerinden dört nokta kontak yöntemi ile ince bakır tel ve gümüş boya kullanılarak gerçekleştirilmiştir, Özdirenç-sıcaklık ( $\rho-T$ ) ölçümleri 4,2-300 K ile sıfır manyetik alan altında ve 4,2-25 K sıcaklık aralığında ve  $8T'$  ya kadar manyetik alan altında  $M\rho-T$  ölçümleri alınmıştır.

Çalışmalarımız kapsamında üretilen tüm örneklerimizin manyetik özellikleri uygulanan alana karşı manyetik momentlerinin sıcaklığa karşı değişimi ( $M-T$ ) ve manyetik momentlerin uygulanan alana karşı değişimi ( $M-H$ ) ile belirlenmiştir.  $M-T$  ölçümleri 5-50 K sıcaklık aralığında ve 10 Oe alan altında ve alan soğutmalı (FC) ile sıfır alan soğutmalı (ZFC) olmak üzere iki modda yapılmıştır.  $M-H$  ölçümleri ise  $\pm 5$  T aralığında 5-7-10 K olmak üzere üç farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

Üretilen tüm örneklerimizin mekanik özellikleri Gaziosmanpaşa üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü laboratuvarlarında bulunan Bruker-UMT Microindenter cihazı ile yapılmıştır. Girinti deneyleri, Vickers ucu ve 1 mN yükleme ile 5 nm yer değiştirme çözünürlüğü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yük-deplasman (P-h) eğrileri, maksimum 5000 mN yük ve 100 mN/s yükleme hızı altında elde edilmiştir.

Yüksek lisans tez çalışmalarımızın son aşamasında hazırlanan racetract bobini oluşturan şeridin test çalışmaları iki farklı basamakta ve sistemde gerçekleştirilmiştir. Birinci basamakta yapılan analizler için; şeridin farklı bölümlerinden (baş ve son kısımlarından 3'er adet) kesilen 5 mm uzunluğundaki standart parçaların PPMS sisteminde 300 - 4,2 K arasında hem  $\rho-T$  hem de  $I-V$  karakteristiği ölçümü yapılmıştır. Ölçümler için "4 nokta kontak" kontak metodu ve 80 mA'e kadar doğru akım,  $dc$ , uygulanarak elektriksel taşınım özellikleri test edilmiştir. Testler sonucunda elektriksel iletim ile ilgili olarak her hangi bir problem olmadığı tespit edildikten sonra ikinci basamağa geçilmiş ve bu kez bobinin tamamı bütün olarak teste tabi tutulmuştur.

İkinci basamak test için; 1 cm et kalınlığında ve 40 cm çapında ve 50 cm boyunda konteyner (dewar kabı) kullanılmıştır. Ölçümler sırasında da bu konteyner ayrıca  $\sim 55$  cm çapında ve 50 cm boyunda ikinci bir plastik konteyner içerisine oturtulmuş ve iki konteyner arasına da sıvı azot, LN2, doldurularak esasen ölçümün yapılacağı konteynerin ön soğuması

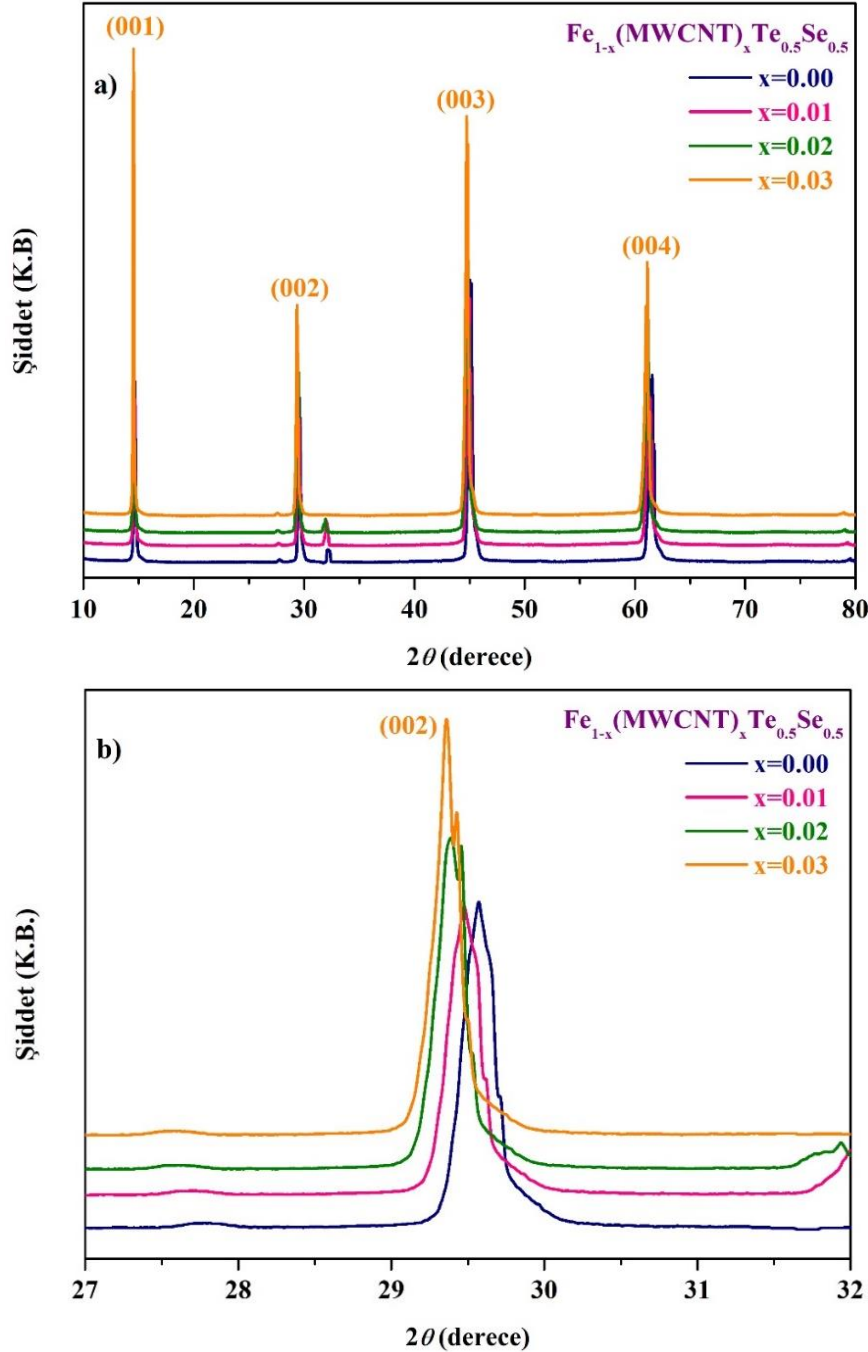
sağlanmıştır. İçteki ve ölçümün yapılacağı konteynere bobin yerleştirildikten sonra ise yavaş bir şekilde sıvı helyum doldurulmuş ve ölçümler gerçekleştirilmiştir. Bobin testi sırasında 0,1-200 A arasında ayarlanabilen “Jet-Pro 200” *dc* akım kaynağı kullanılmıştır. Bobin üzerinden geçirilen akım değeri de “Blue Sea System 8237” *dc* dijital ampermetre ile ve  $\pm 0,1$  A hata ile gözlenmiştir. Ayrıca, bobinin taşıyabileceği maksimum akım değeri daha hassas bir şekilde sisteme paralel bir formda bağlanan “Keithley 182” dijital voltmetre ile uluslararası standart olan  $1 \mu\text{V}/\text{cm}$  kriteri kullanılarak da gözlenmiştir. Bobin ile güç kaynağı ve ölçüm sistemi arasındaki bağlantı kablosu olarak düşük dirençli kalınlığı 1,5 mm ve eni 10 mm olan örgü tip kablolar kullanılmıştır.

Sıvı helyumun tedariği ile ilgili problemlerden dolayı mümkün olan kısa süre içerisinde ölçümler gerçekleştirilmeye çalışılmıştır. Ölçümlerin başlamasından önce, konteynere yavaş bir şekilde sıvı Helyumun doldurulmuş, yaklaşık 12 lt, sonrasında da 10 dakika sistemin dengeye gelmesi beklenmiş ve akım değeri yavaş bir şekilde 1 A basamakla artırılmış ve 1 A den itibaren 160 A kadar akım artırılarak ölçümler başlatılmış ve sonucunda *I-V* grafiği çizilmiştir. Her 10 A artışta 3 dakika beklenerek sistemin termal olarak yorulmaması sağlanmıştır. Özellikle akım değeri artırıldıkça helyum buharlaşması ve bobinin bloklanmasını önlemek için belirli aralıklar ile konteynere sıvı helyum takviyesi yapılmıştır.

## ARAŞTIRMA BULGULARI

Tek Kristal Formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ )  
Süperiletken Sistemine Ait Deneysel Bulgular

Yapısal incelemeler (XRD analizleri)



Şekil 4.1. a) Tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) süperiletken örneklerine ait XRD desenleri, b) (002) piklerindeki kayma

Şekil 4.1’ de  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örneklerine ait XRD desenleri verilmiştir. Tüm örnekler için  $(00\ell)$  piklerinin baskın olduğu görülmektedir ki bu malzemelerin tek kristal doğası ile ilişkilidir. Elde edilen tüm örneklerde tek kristal formasyon ve faz oluşumu tamamen gerçekleşmiş olup özellikle  $x=0,03$  sitokiyometrisinde en şiddetli ve keskin pikler elde edilmiştir. Bununla birlikte herhangi bir safsızlık pikine ya da farklı düzlem tabakalarına ait piklere rastlanılmamıştır. Bu da  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  reaksiyon sıcaklığının bu malzemelerde yapısal oluşum için uygun bir sıcaklık değeri olduğunun kanıtıdır.

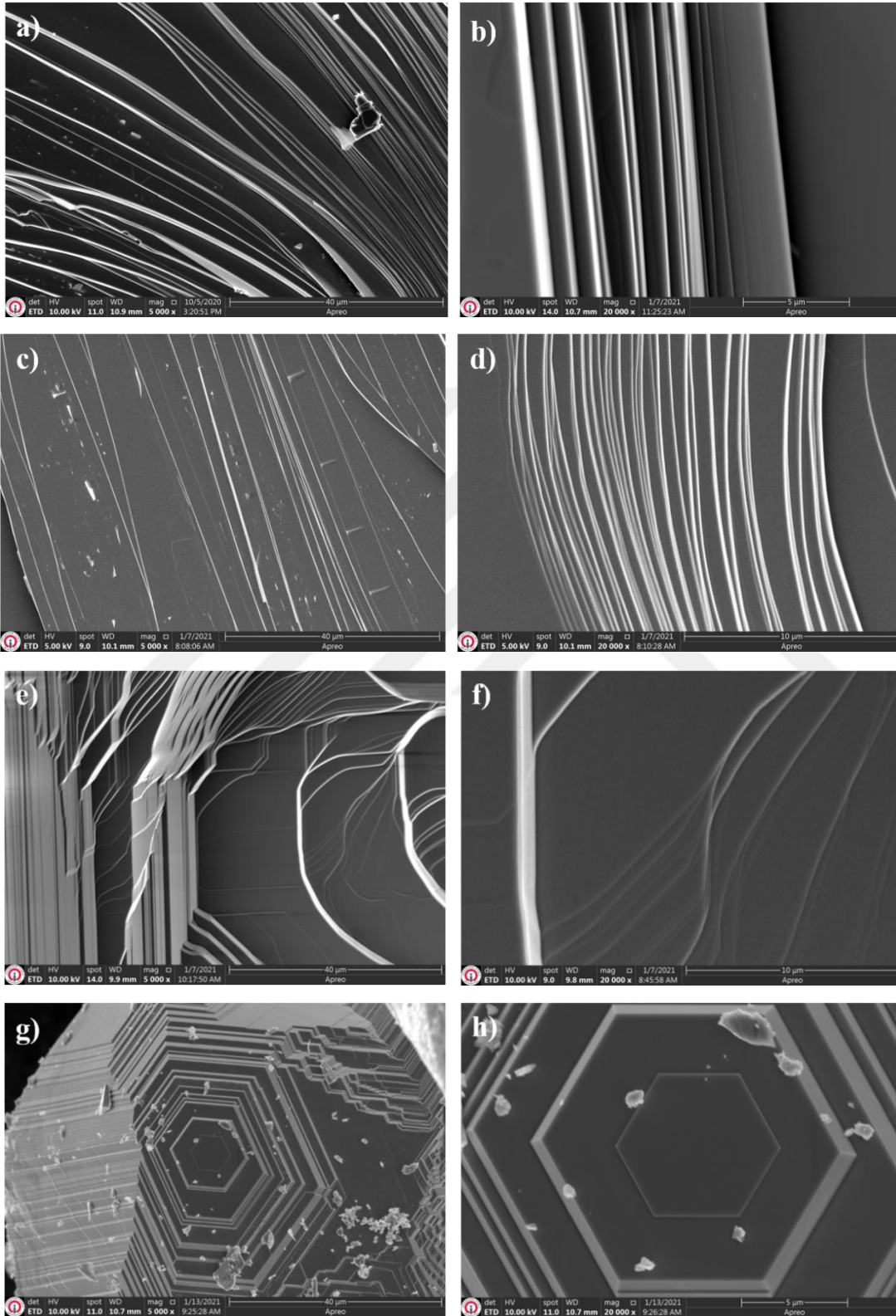
Rietveld analizine göre elde edilen tek kristal örneklerin  $P4/nmm$  uzay grubunda ve tetragonal kristal simetrisinde olduğu bulunmuştur, hesaplanan  $a$  ve  $c$  örgü parametreleri Çizelge 4.1’ de verilmiştir. MWCNT’ ün yapı içerisindeki konsantrasyonu arttıkça  $a$  örgü parametresinde bir artış meydana gelirken  $c$  örgü parametresi azaldığı bulunmuştur.

Kristal yapı içerisinde atom ya da iyonların dağılımı/konumları düşünüldüğünde sisteme yapılan bir ilave/katkılama/yer değiştirme sonucu ve olası kimyasal buharlaşmadan dolayı kristalografik parametrelerde bir değişim olabilmektedir. Bu durum kristal yapı içerisinde ilave edilen/katkılanan/yer değiştiren atomların çapları ile de ilişkilidir. Bu durumda, farklı iyonik çapların yapı içerisine girmesi pik pozisyonlarında da bir kayma şeklinde ortaya çıkmaktadır. Şekil 4.1’ in içerisinde örnek olarak  $(002)$  piklerindeki kayma verilmiştir. Literatürde mevcut metalik katkılamaalarda da benzer sonuçlar ortaya çıkmıştır [60,71-74].

Çizelge 4.1. Tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) süperiletken örneklere ait kristalografik parametreler.

Reaksiyon sıcaklığı	Örnek	$a$ -örgü parametresi	$c$ -örgü parametresi	Kristal yapı	Uzay grubu	
1100 $^{\circ}\text{C}$	$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$	$x=0.00$	3.8103 Å	6.2394 Å	Tetragonal	$P4/nmm$
		$x=0.01$	3.8139 Å	6.2356 Å	Tetragonal	$P4/nmm$
		$x=0.02$	3.8152 Å	6.2339 Å	Tetragonal	$P4/nmm$
		$x=0.03$	3.8181 Å	6.2305 Å	Tetragonal	$P4/nmm$

### Tek kristal form için mikroyapısal incelemeler (SEM/EDX)



Resim 4.1. a,b)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,00$ , c,d)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,01$ , e,f)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,02$ , g,h)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,03$  tek kristal formdaki örneklere ait 5000x ve 20000x büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri



$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) süperiletken sistemine ait  $5000x$  ve  $20000x$  büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri Resim 4.1 a-h'ta verilmiştir. Parlak siyah yüzeylere sahip olan örnekler tabakalı birer yapı sergilemektedirler. Tabakaların kalınlıkları  $\sim 30nm$  ile  $1 \mu m$  arasında değişmektedir. Fe konumlarına  $x=0,03$ ' e kadar yapılan MWCNT yer değiştirme oranına bağlı olarak morfolojik bir farklılık ortaya çıkmadığı bulunmuştur. Ancak, EDX sonuçları incelendiğinde, sistemde yer değiştirme miktarına bağlı olarak düzenli bir konsantrasyon farkı ortaya çıkmaktadır. EDX sonuçlarından elde edilen  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  sistemine  $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$  oranlarında eklenen MWCNT'lerin oransal olarak atomik ağırlıktaki değişimi sırasıyla  $\%0,88 \pm 0,1$ ,  $\%1,96 \pm 0,1$  ve  $\%2,89 \pm 0,1$  olarak elde edilmiştir.

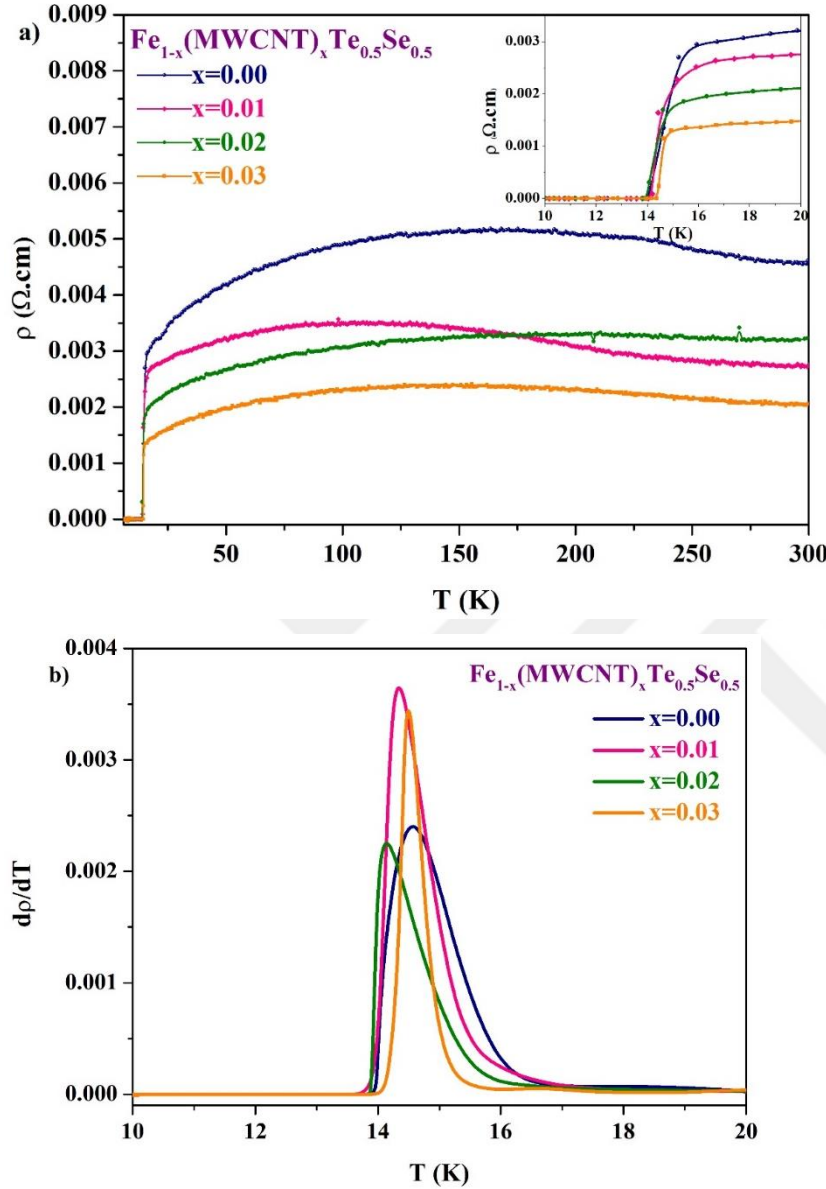
Herhangi bir safsızlık belirtisi ya da farklı fazlarda kümeleşmelere rastlanılmamıştır. Özellikle  $x=0,03$  oranındaki yer değiştirmede kristal büyümesi oldukça düzgün hegzagonal tabakalar şeklindeki görünümü ile oldukça ilginç bulunmuştur ve Resim 4.1 g ve h'de net bir şekilde görülmektedir. Bu tek kristal örnekte kristal tabakaların kalınlığının  $\sim 48-150$  nm arasında olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak düzgün ve istenilen saflıkta, olabildiğince ince ve tek fazlı, belirli bir yönde yönelmiş (XRD sonuçlarında verildiği gibi) tek kristaller elde edilmiştir.

### **Elektriksel incelemeler**

$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) sistemine ait  $4,2-300$  K aralığındaki  $\rho-T$  eğrileri ve  $\rho-T$  eğrilerinin diferansiyel formu ( $d\rho/dT-T$ ) Şekil 4.2 a ve b' de verilmiştir. Tüm örnekler için  $\rho-T$  eğrilerinde  $100$  K- $200$  K aralığında bir tümsek gözlenmektedir. Bu durum genel olarak Fe-tabanlı süperiletkenlerin tüm fazlarında ortaya çıkmaktadır ve sistemde bulunan manyetik elementten (Fe) kaynaklandığı ve FeCh-tabanlı sistemin spin düzenlenmelerinin sıcaklıkla düşük tepkili değişimlerinden dolayı manyetik kökenli Fe elementinden saçılmaların malzemenin direnci üzerinde bir kısmi direnç artımı meydana getirmesi olarak değerlendirilmektedir. Bu duruma literatürde de sıkça rastlanmaktadır [75].

Elde edilen tüm örneklerin süperiletkenlik geçiş sıcaklıklarının birbirine çok yakın olmasından dolayı en keskin süperiletkenlik geçişine sahip örneği tespit edebilmek için  $\Delta T = T_c^{\text{başlangıç}} - T_c^{\text{sıfır}}$  değeri belirlenmiş ve aynı zamanda  $d\rho/dT-T$  eğrileri yardımıyla pik yarı

genişlikleri (FWHM) hesaplanmıştır. Elde edilen tüm süperiletkenlik parametreleri Çizelge 4.2' de verilmiştir.



Şekil 4.2. a) Tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x = 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) süperiletken örneklerle ait 4-300 K sıcaklık aralığındaki  $\rho$ - $T$  eğrileri, b)  $d\rho/dT$ - $T$  eğrileri

$\text{FeTe}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  baz sistemi ile kıyaslandığında Fe konumlarına MWCNT yer değiştirmesinin süperiletkenlik geçiş sıcaklığında 1,2 K kadarlık bir iyileşmenin  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,03$  örneğinde olduğu tespit edilmiştir.  $\Delta T$  ve FWHM değerleri de üretilen süperiletken malzemenin kalitesini ortaya koymaktadır.  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,03$  örneğinde 75-175 K aralığında elektriksel direnç değerinde belirgin bir artış (geniş bir tepe oluşturacak şekilde) olmakta ve sonrasında da metalik örneklerde olduğu gibi belirgin bir düşüşe

geçmektedir. Katkı oranı  $x=0,03$ ' ün üzerine çıktığında süperiletken faz tamamen baskılanmaktadır. Bu durum bu malzemede MWCNT katkısına karşılık bir çözünürlük limiti olduğunu ve FeSeTe matrisi içerisinde bu çözünürlük limitinin de süperiletkenlik fazını doğrudan etkilediğini göstermektedir. Buna göre maksimum çözünürlük limitinin de  $x=0,03$  ile sınırlı olduğu tespit edilmiştir.

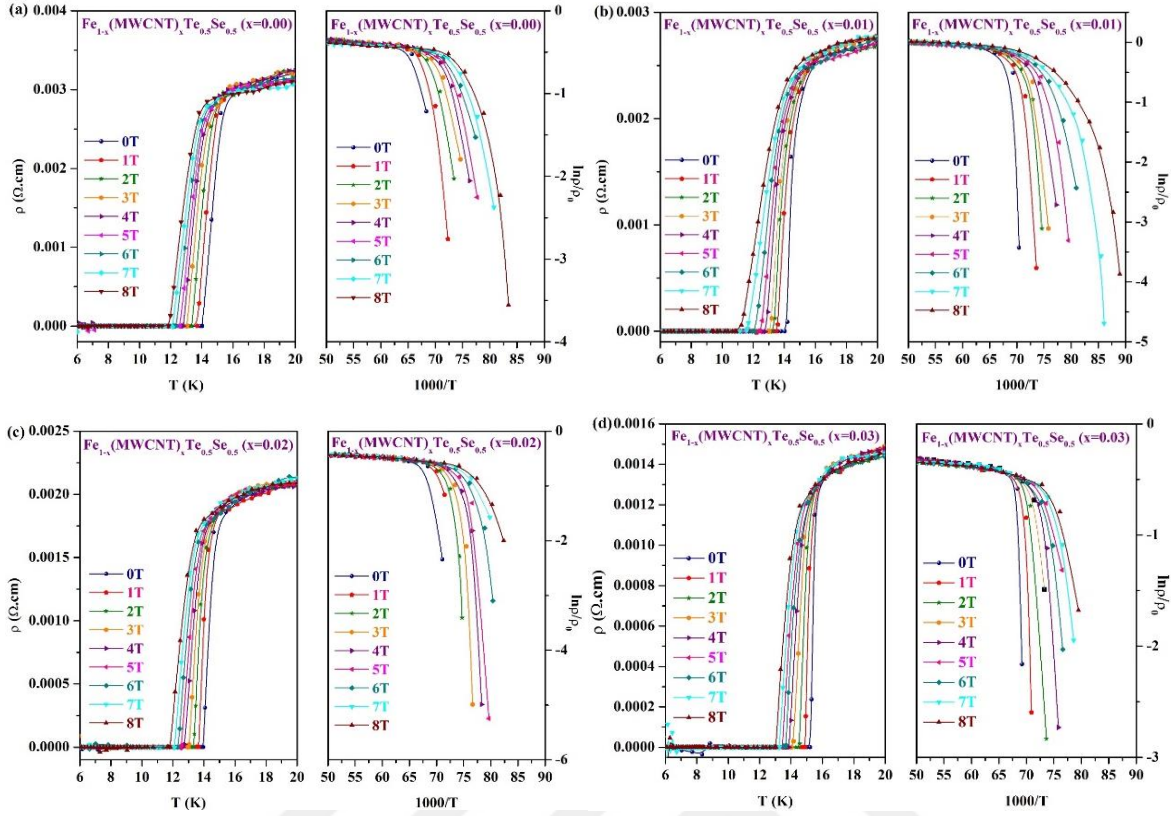
Şekil 4.3 a, b, c ve d' de  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) sistemine ait  $8T$ ' ya kadar manyetik alan altında alınan  $M\rho-T$  ve  $\ln\rho/\rho_0-1000/T$  eğrileri görülmektedir.  $M\rho-T$  ölçümlerinde, artan manyetik alanla birlikte süperiletkenlik geçiş aralığı genişlemekte ve süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları daha düşük sıcaklıklara doğru kayma eğilimindedir. Bu durum TAFF (Thermally activated flux flow) mekanizması ile ilişkilidir [76-78].

Şöyle ki, termal olarak aktive edilen akı akışı, yine termal dalgalanmalardan dolayı girdapların en yakın pinning merkezlerine sıçramasına neden olur. Böylece manyetik alan artışıyla birlikte süperiletkenlik geçiş sıcaklığı daha düşük sıcaklıklara kaymaktadır. Bu hem Fe-tabanlı süperiletkenler hem de cuprate sistemlerde karşılaşılan bir durumdur.

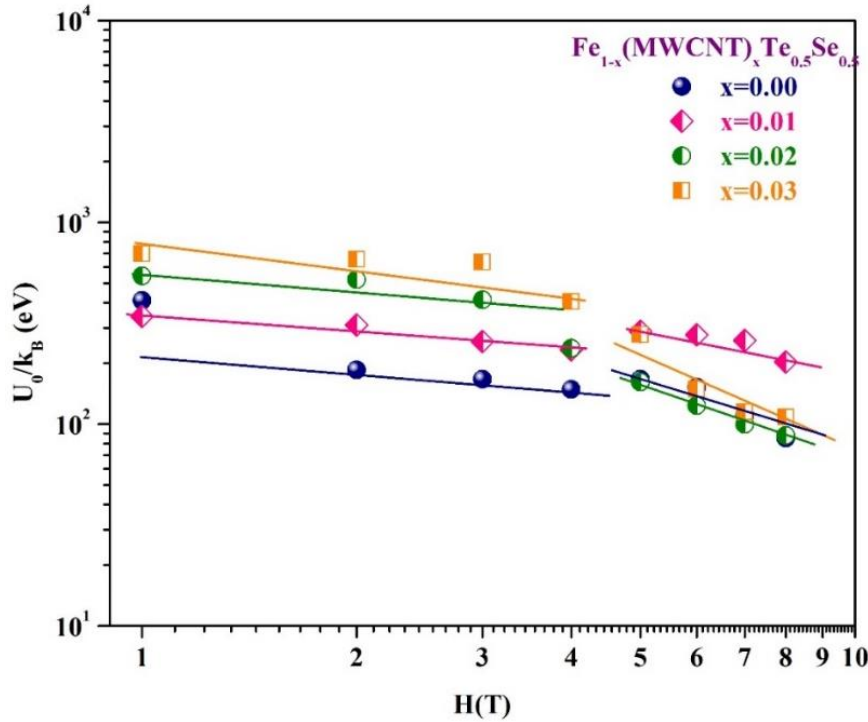
$M\rho-T$  dataları kullanılarak Arrhenius eşitliği yardımıyla aktivasyon enerjisi hesaplamaları ( $U_0$ ) ve Werthamer-Helfand-Hohenberg (WHH) eşitliği ile üst kritik alan ( $H_{c2}$ ) hesaplamaları gerçekleştirilmiştir. Arrhenius eşitliği [79];

$$\rho = \rho_0 e^{-U_0/k_B} \quad (4.1)$$

ile verilmektedir. Burada  $\rho_0$ , normal durum direnci,  $k_B$ , Boltzmann sabiti ve  $U_0$ , aktivasyon enerjisidir.  $U_0$ , şekil 4 a, b, c ve d' de verilen  $\ln\rho/\rho_0 - 1000/T$  grafiğinin lineer kısmının eğimi alınarak belirlenir. Şekil 4.4' te  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örneklerine ait  $U_0/k_B$  değerlerinin manyetik alanla değişimi görülmektedir. Aktivasyon enerjisinin manyetik alanla  $U_0(H) \sim H^{-\alpha}$  ile verilen zayıf güç yasasına uygun olarak ölçeklendirilebilmesi mümkün olup, burada üstel terim olan  $\alpha$ ,  $U_0$ ' daki düşüşü ifade eder.



Şekil 4.3. a)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,00$ ), b)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,01$ ), c)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,02$ ) ve d)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken örneklerine ait tek kristal formunda  $M\rho-T$  ve  $\ln\rho/\rho_0-1000/T$  eğrileri



Şekil 4.4. Tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örnekleri için Arrhenius denklemi ile hesaplanan  $U_0/k_B-H(T)$  eğrileri

0-4T aralığında  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  sisteminde  $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$  sitokiyometrilere için ortalama  $\alpha \sim 0,22$  değerinde iken 5-8T aralığında ortalama  $\alpha \sim 0,50$  değerine ulaşmaktadır. 4T' ya kadarki düşük alan değerlerinde birbirinden bağımsız tek vorteks sabitlenmesi baskın olup uygulanan manyetik alana güçlü bir direnç gösterirler. Ancak yüksek alan değerlerinde (5-8T) vorteksler arasındaki etkileşimin artarak toplu vorteks hareketinin ortaya çıkması ve bunun aktivasyon enerjisini baskılaması sonucu  $U_0$  değerlerinde bir miktar düşüş ortaya çıkmaktadır.

$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örnekleri için 0-8T uygulanan alan altında manyetodirenç ölçümleri gerçekleştirilmiş ve  $\rho-T$  eğrisinin % 10, % 50 ve % 90 kriterleri baz alınarak,

$$H_{c2}(0) = -0.693T_c(dH/dT)_{T=T_c} \quad (4.2)$$

ile verilen Werthamer-Helfand-Hohenberg (WHH) eşitliği yardımıyla  $H_{c2}(0)$  değerleri hesaplanmıştır ve elde edilen değerler Çizelge 4.2' de verilmektedir [80]. Sistemde MWCNT içeriği arttıkça  $H_{c2}(0)$  değerlerinin arttığı görülmektedir. Bu durum, MWCNT' nin iletken katmanlarda güçlü bir düzensizliğe sebep olmadığı bir sonucu olabileceği düşünülmektedir.

Elde edilen değerler literatürde Fe- tabanlı malzemeler için bulunan değerler ile kıyaslandığında daha iyi sonuçlar olduğu görülmüştür. Bununla birlikte, hesaplanan  $H_{c2}(0)$  değerleri kullanarak,

$$\xi(0) = (\phi_0/2\pi H_{c2}(0))^{1/2} \quad (4.3)$$

ile verilen Ginzburg-Landau (GL) eşitliğine göre  $\xi(0)$ , koherens uzunluk değeri hesaplanmıştır ve elde edilen değerler Çizelge 4.2' de verilmektedir. Tüm örnekler için elde edilen değerler kristal örgü parametresi,  $a=3,8181 \text{ \AA}$  ile karşılaştırıldığında  $a/2$ ' den daha büyük olduğu ve bu sonuca göre de örneklerin II. tip süperiletken sınıfında olduğunu ortaya koymaktadır.

Ayrıca yeterince yüksek manyetik alanlarda bozulan süperiletkenlik durumu için  $H_c$ ' nin sıcaklıkla değişimi;

$$H_{c2}(T) = H_{c2}(0) \frac{[1 - (T/T_c(0))^2]}{[1 + (T/T_c(0))^2]} \quad (4.4)$$

ile verilmektedir. Burada,  $H_c(0)$ ; mutlak sıfırdaki kritik alan değeridir.  $H_{c2}(T)$ - $T$  eğrileri Şekil 4.5’ de verilmektedir. Elde edilen veriler sadece  $T_c$ ’ ye yakın bir sıcaklık aralığındadır. II. Tip bir süperiletken için “ $H_{c2}$ -termodinamik kritik alan “ olarak ifade edilir. Süperiletken durum I. ve II. Tip süperiletkenler için iki farklı şekilde ortadan kalkmaktadır.

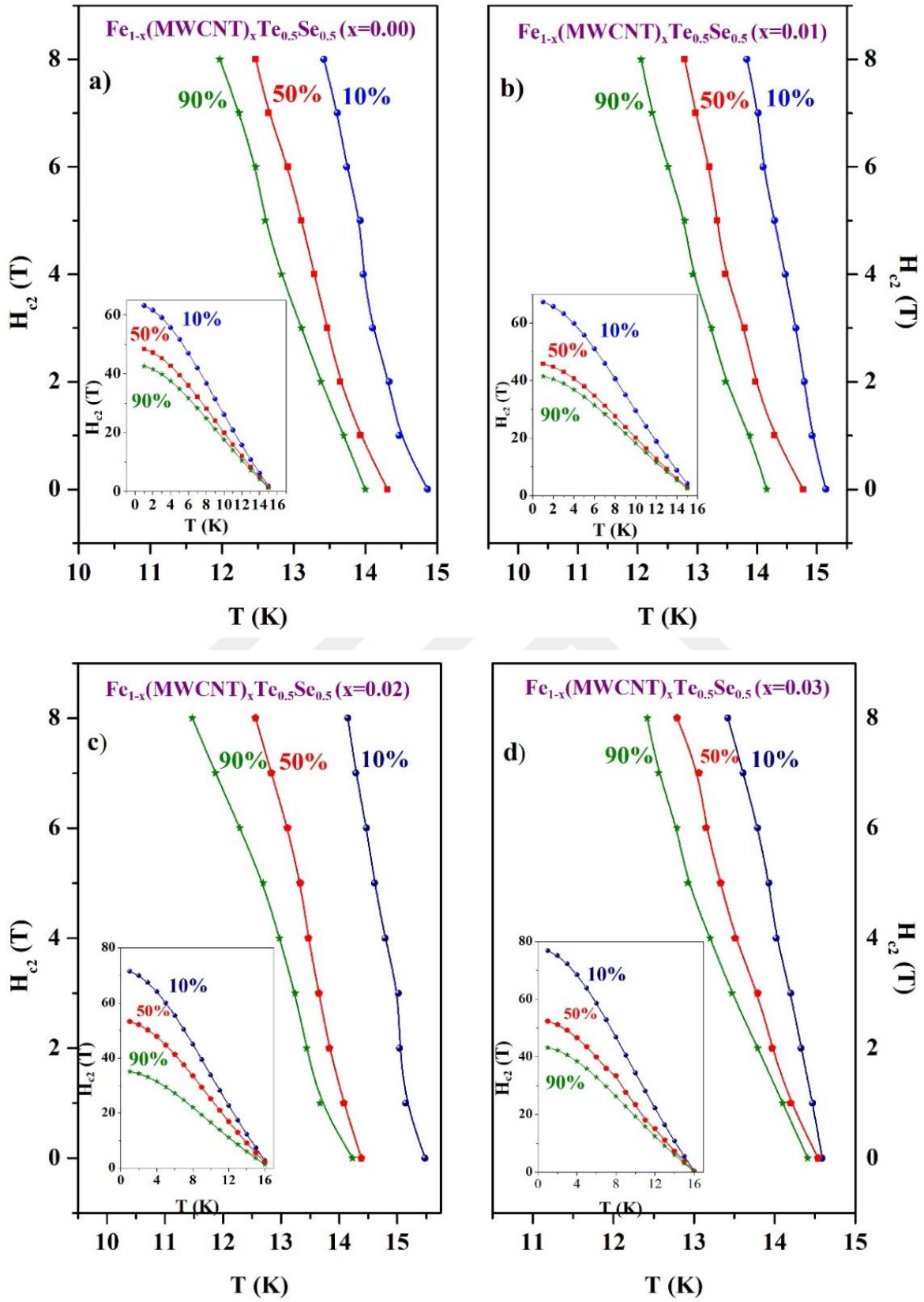
Bu durum iki farklı etkinin sonucunda gerçekleşmektedir. Bunlar “diamanyetik etki” ve “pauli paramanyetik etki” olarak ifade edilmektedir. Orbital akımlarının manyetik alanı dışarlamasından dolayı artan kinetik enerji ile süperiletken durumun ortadan kalkması diamanyetik etkiyi, spin-tekli etkileşmesi için süperiletken durumun Zeeman bölünmesiyle, bozulmasıyla, Pauli paramanyetik etkisini tanımlar [81]. Dolayısıyla, zayıf bir BCS süperiletkeni için Pauli paramanyetik limiti,

$$H_P^{BCS} = 1.84T_c \quad (4.5)$$

ifadesi ile verilmektedir. Bizim örneklerimiz için hesaplanan  $H_P^{BCS}$  değerleri Çizelge 4.2’ de verilmiştir ve elde edilen değerlerin tüm örnekler için hesaplanan  $H_{c2}$  değerlerinden daha küçük olduğu görülmektedir. Bu da malzemelerdeki süperiletkenliğin alışılmadık doğasını doğrular niteliktedir.

Çizelge 4.2. Tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait süperiletkenlik parametreleri.

Sample	$T_c^{onset}$	$T_c^{zero}$	$\Delta T$	FWH M	$H_{c2}(0)(T)$ 10%-50%-90%	$H_P^{BCS}$ (T)	$\xi_c(nm)$ 10%-50%-90%	
$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$	0.00	15.31	13.94	1.37	1.2	64-49-43	28.17	2.3-2.6-2.8
	0.01	15.79	14.53	1.26	0.91	68-46-42	29.05	2.2-2.7-2.8
	0.02	16.04	15.08	0.96	0.71	72-54-35	29.51	2.1-2.5-3.1
	0.03	16.50	15.62	0.88	0.43	78-53-44	30.36	2-2.5-2.7

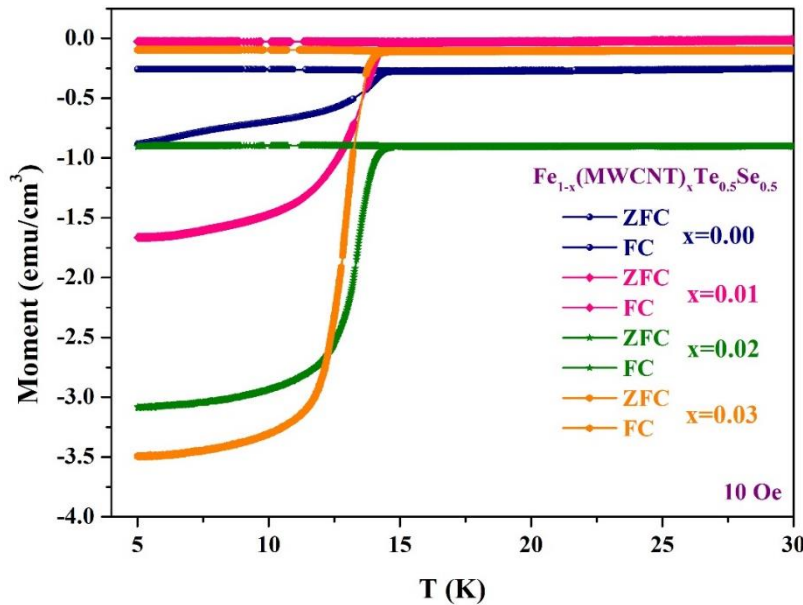


Şekil 4.5. Tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örnekleri için Werthamer Halfand Hohenberg (WHH) eşitliği ile hesaplanan  $H_{c2}(T)$ - $T$  eğrileri

## Manyetik incelemeler

Şekil 4.6' de tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait  $M-T$  eğrileri verilmektedir. Manyetizasyon ölçümleri sıfır alan altında soğutulma-zero field cooled (ZFC) ve alan altında soğutulma-field cooled (FC) olmak üzere iki farklı modda gerçekleştirilmiştir. ZFC ölçümlerinde manyetik alan uygulanmaksızın tek kristal örnekler 30 K' den 4,2 K' e kadar soğutulup tekrar 30 K' e kadar ısıtılarak ölçümler elde edilirken, FC ölçümlerinde 10 Oe şiddetinde bir manyetik alan uygulanarak tek kristal örnekler 4,2 K' e kadar soğutulmuş ve bu işlem esnasında diyamanyetik sinyal elde edilmiştir. Diyamanyetik sinyalin elde edildiği sıcaklık değeri aslında manyetik momentlerin hızla değişmeye başladığı sıcaklık değeri olup  $\rho-T$  eğrilerinden elde edilen süperiletkenlik büyük bir yaklaşıklık ile geçiş sıcaklığına karşılık gelmektedir.

Yaklaşık olarak denmesinin sebebi  $\rho-T$  ölçümü alınırken dört nokta kontak yöntemini kullanıyoruz ve akım her zaman kendisine sıfır dirençli bir yol bularak ilerler. Ancak  $M-T$  ölçümü alınırken örneklerin tüm hacmi üzerinden alınan bilgi veri olarak aktarılır ve uygulanan küçükte olsa bir manyetik alana (10 Oe) maruz kalmasından dolayı  $\rho-T$  eğrilerindeki süperiletkenlik geçiş sıcaklığı ile  $M-T$  eğrilerindeki diyamanyetik sinyalin gözleendiği sıcaklıkta küçükte olsa bir miktar fark (gecikme) ortaya çıkabilmektedir.



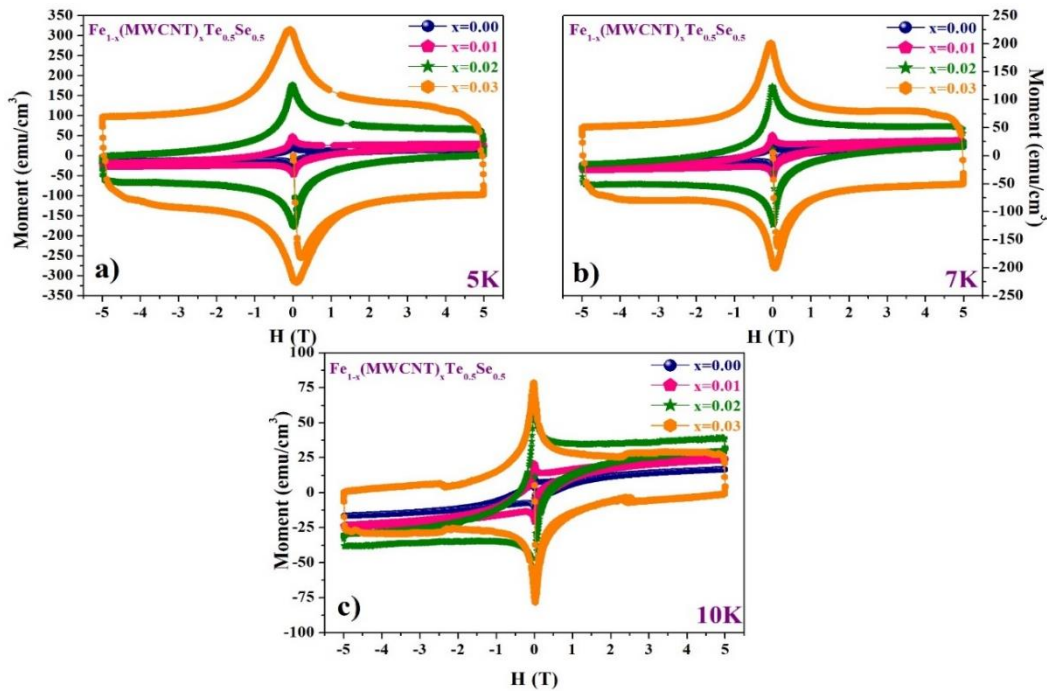
Şekil 4.6. Tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait  $M-T$  eğrileri



Bununla birlikte, Şekil 4.6’ de ZFC eğrilerindeki diyamanyetik sinyalin FC eğrilerine göre daha güçlü olduğunu görüyoruz. Bu, yapıda bulunan manyetik Fe elementinin dış manyetik alan altında soğutulduğunda bir miktar manyetize olmasından kaynaklanmaktadır. Sonuçta, tam olarak süperiletken faza geçildiğinde diyamanyetik sinyal ferromanyetik sinyale göre daha baskın olmaktadır. Bu durum Fe-tabanlı süperiletkenler ailesinin tüm üyelerinde ortaya çıkmaktadır ve genel bir karakteristiktir.

Şekil 4.7 a, b ve c’ de tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait sırasıyla 5 K, 7 K ve 10 K’ de ve  $\pm 5$  T’ daki  $M-H$  eğrileri verilmektedir. Tüm örnekler tipik olarak II. Tip süperiletkenlerin histerisis döngüsüne benzer davranış sergilemektedirler.

Bununla birlikte,  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örneklerimizin geniş bir histerisis döngüsüne sahip olduğunu ve her üç sıcaklık değerinde de yapılan ölçümlerde  $\pm 5$ T’ da uygulanan manyetik alanın etkisiyle normal duruma geçmediği net bir şekilde görülmektedir. Özellikle de  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) tek kristal örneğine ait sonuçların oldukça iyi olduğu açıkça görülmekte ve elektriksel direnç ölçümü sonuçlarını da doğrulamaktadır.

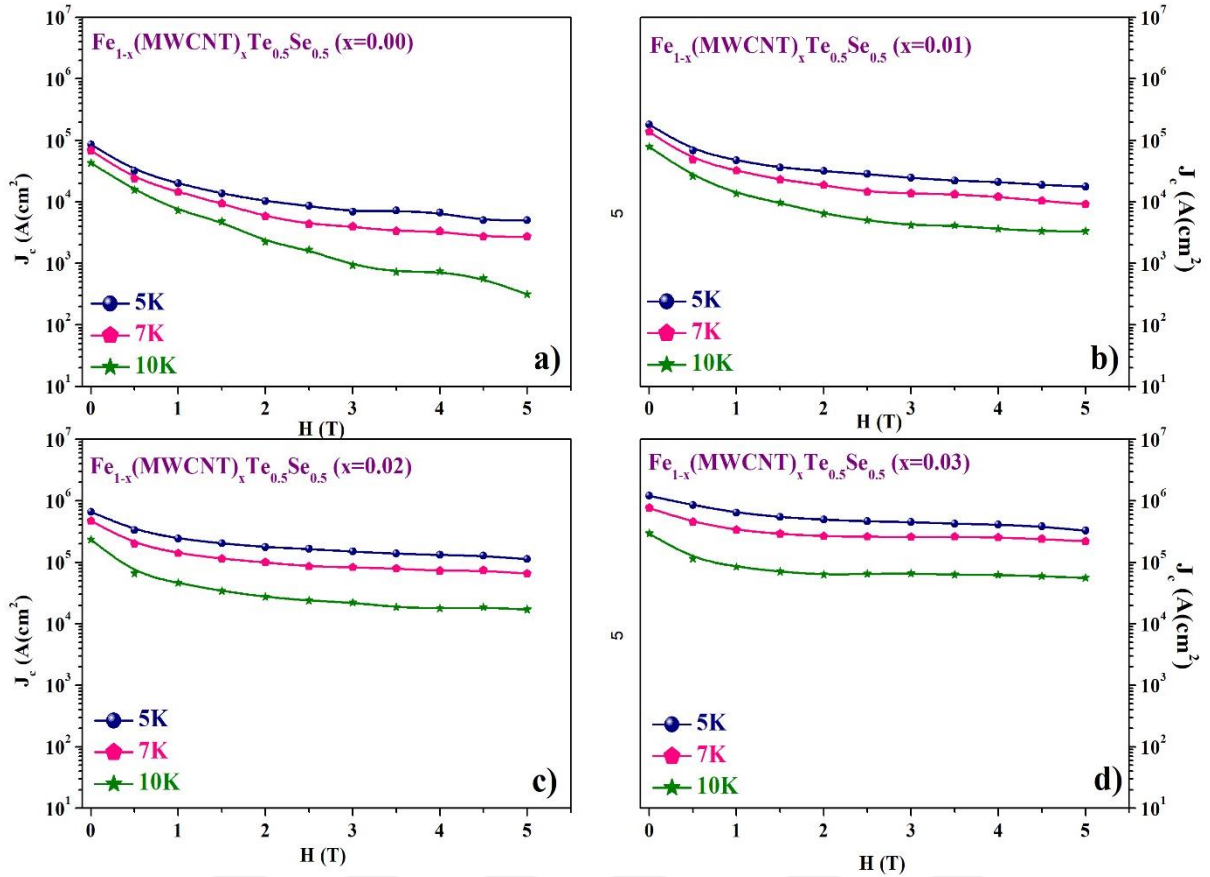


Şekil 4.7. Tek kristal formdaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait a) 5 K, b) 7 K ve c) 10 K’deki  $M-H$  eğrileri

Ayrıca stokiyometrik açıdan kıyasladığımızda Fe konumlarında MWCNT ikamesinin artmasıyla  $M-H$  eğrilerinde bir genişleme meydana gelmektedir. Sonuç olarak, manyetizasyon ölçümlerinde de en kaliteli örneğin  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) olduğu tespit edilmiştir. Bunlara ilave olarak, katkı oranı  $x=0,03$ ' ün üzerine çıktığında ise (süperiletken faz içerisinde kimyasal çözünmede limit değer) artık yapıda ferromanyetik fazın baskın olduğu tespit edilmiştir.

$M-H$  eğrilerinden ve  $J_c^{mag} = 20\Delta M / a(1 - a/3b)$  ile verilen Bean formülü ile hesapladığımız  $J_c$  değerleri kullanılarak elde edilen  $J_c-H$  eğrileri Şekil 4.8 a, b, c ve d' de verilmektedir [83].  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  sisteminde sitokiyometrik değişimin etkisi  $M-H$  eğrilerinde bir iyileşme olarak ortaya çıkmış ve bu sonuç  $J_c$  değerlerindeki iyileşmeyi de beraberinde getirmiştir.

Bilindiği gibi süperiletkenlerin üç temel parametresi kritik sıcaklık ( $T_c$ ), kritik manyetik alan ( $H_{c2}$ ) ve kritik akım yoğunluğu ( $J_c$ )' dur. Kritik akım yoğunluğu bağlamında düşünüldüğünde ise, manyetizasyon ölçümleri daha fazla önem taşımaktadır. Yapı içerisinde olması muhtemel safsızlıklar ya da kristal yapı kusurları akı hareketini engelleyen birer faktör olarak davranırlar ve bunlar da aynı zamanda çivileme (pinning) merkezlerinin oluşmasına neden olurlar. Bu durumda, kritik akım yoğunluğu,  $J_c$ , süperiletkenin çivileme özelliği ile yakından ilişkili olup yüksek manyetik alanlar altında yüksek akımlar taşınabilmesi için mümkün olduğunca çok sayıda uygun çivileme merkezlerinin bulunması istenir. Yüksek lisans tez çalışmalarımız kapsamında tek kristal formda elde ettiğimiz örnekler yapısal olarak mükemmele yakın ideal kristallerdir. Dolayısıyla böyle bir yapı içerisinde kritik akım özelliklerinin gelişmesine neden olabilecek iki durum söz konusudur. Birincisi, FeCh-tabanlı sistemlerde atomik düzeyde Fe boşluklarının mevcut olması ve 0,03' lük MWCNT ikamesinin bu boşluklara yerleşmesi sonucu yapısal düzensizliklerinin oluşması çivileme merkezi olarak davranabilmesi, ikincisi ise yine atomik boyutta ağırlıklı olarak MWCNT içeren atomik boyutta olabilecek safsızlık fazlarının (bunlar elimizdeki mevcut analiz sistemleri ile tespit edilememektedir) tek kristal yapıda kusurlarmış gibi davranması ve birer çivileme merkezi oluşturarak kritik akım özelliklerini iyileştirmesi olarak düşünülmektedir.

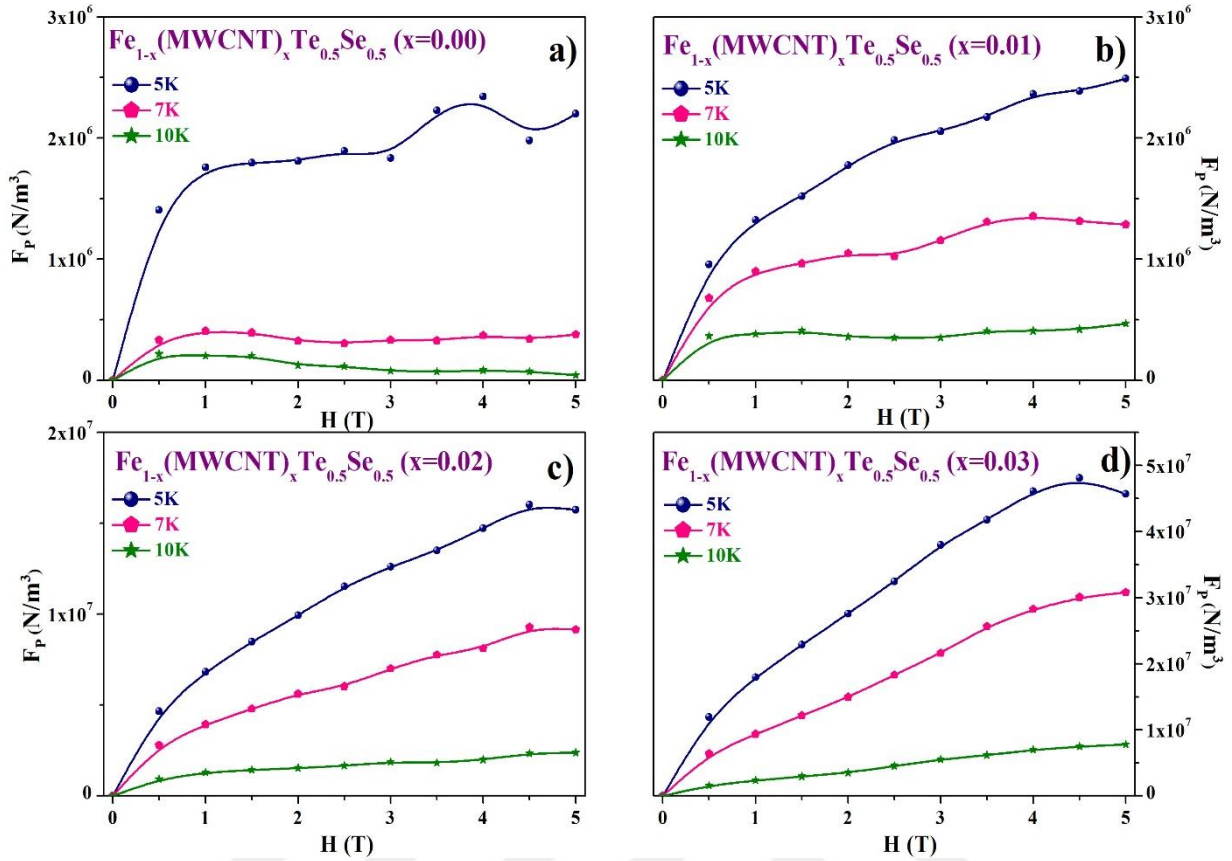


Şekil 4.8. Tek kristal forunda, 5 K, 7 K ve 10 K'deki a)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,00$ , b)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,01$ , c)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,02$  ve d)  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$   $x=0,03$  örneklerine ait  $J_c$ - $H$  eğrileri

Bu bağlamda, elde edilen  $M$ - $H$  eğrileri literatürdeki katkısız FeSeTe malzemesi ile kıyaslandığında daha yüksek doyum manyetizasyonuna ulaşmakta ve geniş bir histerisiz eğrisi elde edilmektedir. Bu da çivileme şiddetinin büyük ve kritik akım yoğunluğunun yüksek olması anlamına gelmektedir. Bu doğrultuda, kritik akım yoğunluğuna paralel olarak çivileme kuvvetinin de yüksek olduğu Şekil 4.9 a, b, c ve d' de verilen  $F_P$ - $H$  grafiğinde görülmektedir ve önceki bölümlerde yaptığımız açıklamaları desteklemektedir. Akı çivileme kuvveti (Pinning Force- $F_P$ ),

$$\vec{F}_P = \vec{J}_c x \mu_0 \vec{H} \quad (4.6)$$

eşitliği ile ifade edilmektedir [83-85] ve  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örneklerimiz için 5 K' de oldukça yüksek bir değere ulaşmaktadır, Bu durumda elde edilen sonuçlar, üretilen malzemelerin teknolojik uygulanabilirliği açısından uygun olduğunu ortaya koymaktadır.



Şekil 4.9. Tek kristal forunda, 5 K, 7 K ve 10 K'deki a)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$   $x=0,00$ , b)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$   $x=0,01$ , c)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$   $x=0,02$  ve d)  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$   $x=0,03$  örneklerine ait  $F_p-H$  eğrileri

### Mekanik incelemeler

Genel olarak, Fe-bazlı süperiletken malzemelerin sertlik ve elastik modülü gibi mekanik özelliklerinin araştırılması teknolojik uygulamalar açısından oldukça önemlidir. Özellikle Fe-kalkojenit sistemler, ferromanyetik özellikleri ve uyumlu kafes yapılarından dolayı spin elektronik cihazlar için en uygun adaylardır [86]. Aynı zamanda Fe-kalkojenit sistemlerin basit kristal yapıya sahip olmaları ve toksik olmayan elementler içermeleri gibi avantajları olmasına rağmen bu malzemelerin mekanik olarak sert ve kırılğan bir yapıya sahip olmaları sebebiyle teknolojik uygulamaları kolay değildir [87]. Bu bilgilerin yanı sıra karbon nanotüplerin elastik modülü  $\sim 1$  TPa olup 100 GPa'lık bir gerilme kuvvetine ulaşabilirler. Bu da karbon nano tüpleri aynı kütlerdeki çelikten de daha kuvvetli bir malzeme haline getirmektedir. Dolayısıyla, bu karakterde bir malzemenin Fe-kalkojenit tabanlı bir ana malzeme içerisindeki ikamesi önemlidir.

Literatürdeki mevcut çalışmalarda elastik modülün  $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$  süperiletken malzemesi için 20-25 GPa ve polikristal formdaki  $\text{FeSe}_x$  sistemi için  $43\pm 6$  Gpa arasında olduğu bulunmuştur [86,88]. Bu bilgiler ışığında yüksek lisans tez çalışmalarımız kapsamında ürettiğimiz tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) sisteminin Elastik modülü ve ortalama Sertliği hesaplanmıştır. Elastik modül profilleri Oliver Pharr yöntemi ve Bruker-UMT mikro indenter ile Vickers Tip ve 1 mN yükleme ve 5 nm yer değiştirme çözünürlüğü ile elde edilmiştir. Oliver-Pharr yöntemi,  $P-h$  eğrisinin boşaltma kısmına güç kanunu denkleminin fit edilmesine dayanır:

$$P = a(h - h_f)^m \quad (4.7)$$

burada  $a$  ve  $m$  fit parametreleri ve  $h_f$  son derinliktir. Fit parametreleri  $\varepsilon$  elde edildikten sonra,  $S$  temas sertliği;

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_m} \quad (4.8)$$

ile verilen eşitliğin türevi alınarak hesaplanır. Temas derinliği  $h_c$  ise,

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{S} \quad (4.9)$$

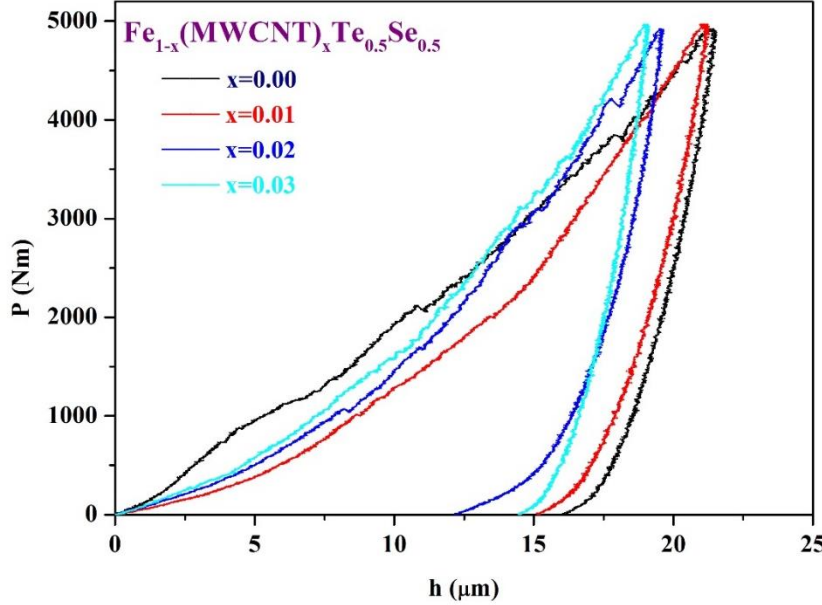
eşitliği yardımıyla hesaplanır. Burada  $P_{max}$  ve  $h_{max}$  sırasıyla maksimum yük ve maksimum derinlik olup  $\varepsilon$  ise tip geometrisine bağlı bir parametredir ve konik bir girinti için 0,72' dir. Böylece  $h_c$  elde edildikten sonra sertlik ( $H$ ) ve indirgenmiş elastik modül;

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (4.10)$$

$$E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (4.11)$$

denklemleriyle kolayca hesaplanmaktadır. Burada  $A_c=24,5hc^2$ , Vickers girintisi için temas alanı ve  $\beta$  Vickers girintisi için hesaplanan 1,034 değerine sahip düzeltme faktörüdür. Deneyler sırasında  $c$ - eksenine dik maksimum 5000 mN yük altında ve 100 mN/s yükleme hızında yük-deplasman ( $P-h$ ) eğrileri elde edilmiştir. Şekil 4.10' de indentasyon için  $\text{Fe}_{1-}$

$x(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örnekleri için  $c$ - eksenine dik yükleme-boşalma ( $P$ - $h$ ) eğrileri verilmiştir.



Şekil 4.10. Tek kristal formdaki  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x= 0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait yükleme-boşalma eğrileri ( $P$ - $h$ )

$x=0,0$  ve  $0,01$  numuneleri için, yükleme bölümünde bazı girişimlerin olduğu bulunmuştur. Bunun muhtemelen ucun numuneye girişi sırasında oluşan yüzeysel çatlaklardan veya ucun numuneye girdiği bölgede çok katmanlı bir yapılanmanın olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.  $x=0,02$  ve  $x=0,03$  MWCNT katkılı numuneler için daha yumuşak bir geçiş elde edilmiş ve yer değiştirme kademeli olarak  $\sim 22 \mu\text{m}$ 'ye kadar çıkarılmıştır.

Ürettiğimiz tek kristal numunelerin hesaplanan ortalama sertlik,  $H$ , ve ortalama İndirgenmiş Elastik modülü,  $E_r$ , değerleri Çizelge 4.3' de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; Sertlik profilleri değeri  $0,99 - 0,68$  GPa aralığında, elastik modülü ise MWCNT katkı seviyesine bağlı olarak  $24,6 - 11,27$  GPa arasında olduğu bulunmuştur. Bu sonuçların literatürdeki Fe-kalkojenit malzemelerden elde edilen değerlere göre çok az da olsa düşük olduğu bulunmuştur, ancak bunun da hata sınırları içerisinde kaldığı ve ayrıca üretim prosedürlerine bağlı olarak küçük değişimler gösterebileceği düşünülmektedir [87,89].

Ayrıca, hem  $H$  hem de  $E_r$  değerlerindeki değişimin katkı miktarı ile doğrusal bir formda değişmediği görülmektedir. Bu da örneklerimiz için “indentation size effect (ISE)” etkisinin

ortaya çıktığını göstermektedir. Bu durum aslında süperiletken malzemelerde sık karşılaşılan bir durum olarak kabul edilmektedir [90].

Fakat MWCNT katkı seviyesinin artırılmasına bağlı olarak yapının esnekliğinin pozitif yönde değişmesi, yani Sertlik ve elastik modülün azalması teknolojik uygulamalar açısından örneğin; bu tez kapsamında olduğu gibi şerit/kablo üretimlerinde, kırılabilirliğin azalması olarak değerlendirilmiş ve uygulamalar için önemli bulunmuştur.

Çizelge 4.3.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) örneklerine ait  $H$  ve  $E_r$  değerleri ile bu değerlere ait standart sapma ve hata yüzdeleri

Örnek	Sertlik (H, GPa)	Standart sapma, %	Hata, %	Elastik Modülü (Er, GPa)	Standart sapma, %	Hata, %	
$Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$	x=0.00	0.998	0.131	0.057	24.602	4.112	0.782
	x=0.01	0.811	0.116	0.075	19.393	4.163	1.101
	x=0.02	0.773	0.138	0.068	17.284	3.124	0.776
	x=0.03	0.681	0.155	0.072	11.272	2.452	0.641

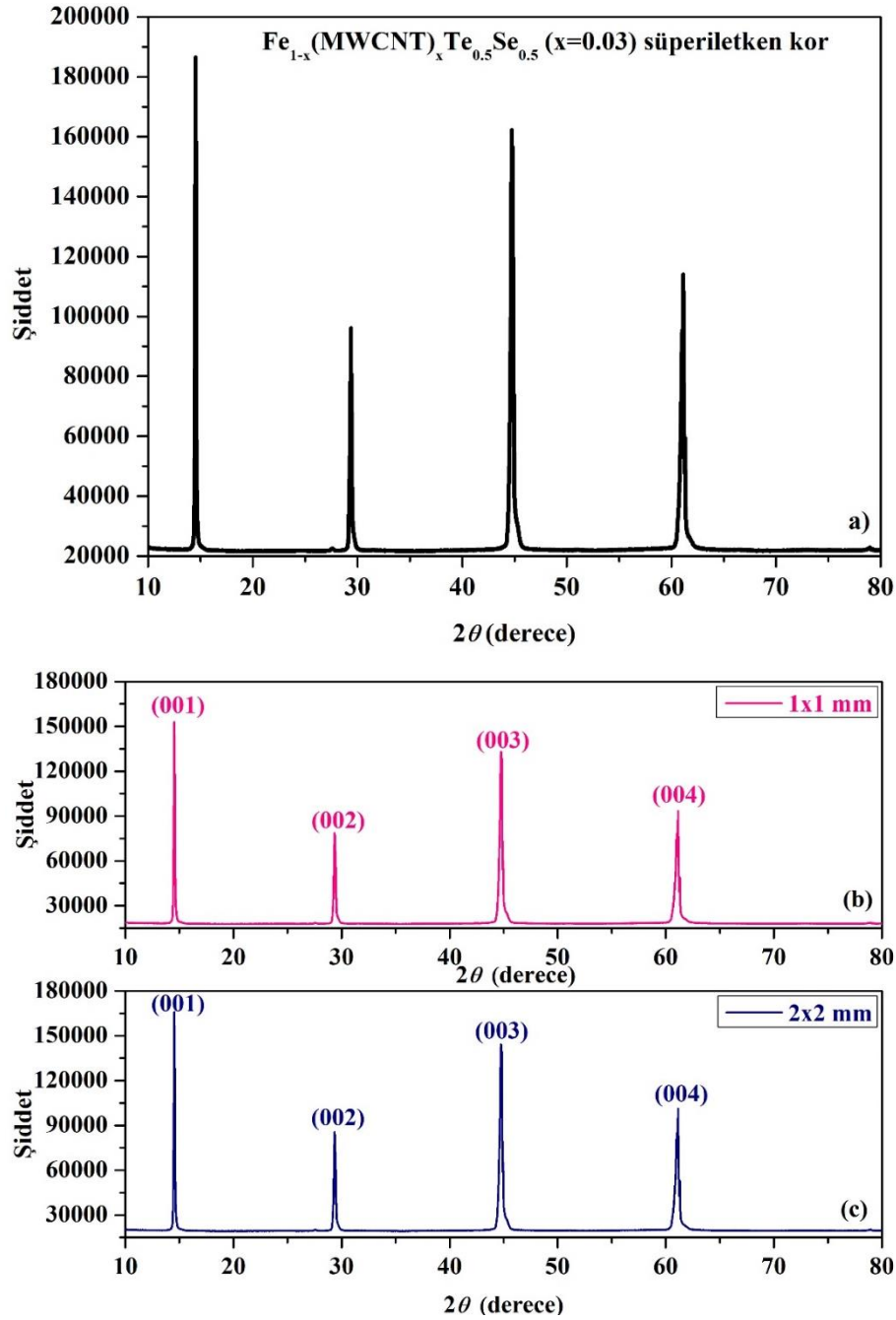
### Fe/Ag/ $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$ Tel/Şeritlere Ait Bulgular

Yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında hazırladığımız  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,00, 0,01, 0,02$  ve  $0,03$ ) tek kristal örneklerimiz için gerçekleştirdiğimiz analizler neticesinde en iyi süperiletkenlik parametrelerine sahip sitokiyometrinin  $x=0,03$  olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmalarımızın bu aşamasında,  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$   $x=0,03$  örneğini büyük ölçekte (200 g) hazırlayıp ball mill yöntemi ile  $\sim 10$   $\mu m$  boyutuna indirgeyerek Fe/Ag/  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$   $x=0,03$  kare kor' lu tel ve şerit formunu PIT yöntemi ile kazandırdık.  $\sim 2 \times 2$  mm ve  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarında ve sırasıyla 10 m ve 30 m uzunluklarında tel üretimi gerçekleştirerek şerit formuna dönüştürdük. Gerçekleştirdiğimiz yapısal, mikro yapısal incelemeler ile elektriksel performans testleri aşağıda sıralanmaktadır.

### Yapısal incelemeler

Şekil 4.11 a, b ve c' de karşılaştırma yapabilmek amacıyla  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) kor malzemesinin  $\sim 10 \mu m$  boyutuna inildikten sonra ve  $\sim 2 \times 2$  mm ve  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarında kare kor' lu tel formuna getirildikten sonraki xrd desenleri verilmiştir. Şekil 4.11 a' da tek kristal oluşum gereği beklenildiği üzere sadece  $(00l)$  düzlemlerine ait pikler elde edilmiştir.



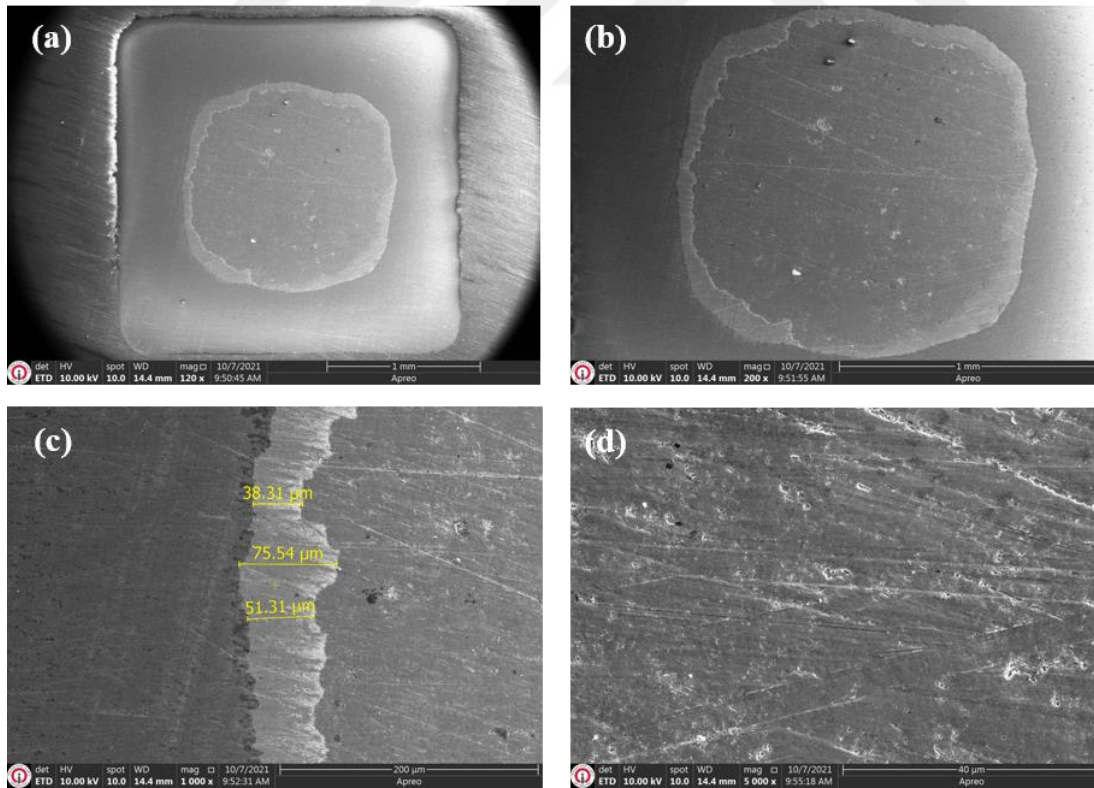
Şekil 4.11. a)  $\sim 10 \mu m$  boyutundaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$   $x=0,03$  kor malzemesine ait b)  $\sim 1 \times 1$  mm ve c)  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarındaki süperiletken tellere ait XRD deseni



Herhangi bir safsızlık pikine ya da farklı düzlem tabakalarına ait piklere rastlanılmamıştır. Rietveld analizine göre elde edilen tek kristal örneğin P4/nmm uzay grubunda ve tetragonal kristal simetrisinde olduğu bulunmuştur, hesaplanan  $a$  ve  $c$  örgü parametreleri sırasıyla 3,8181 Å ve 6,2305 Å' dur. Şekil 4.11 b ve c' de sırasıyla  $\sim 1 \times 1$  mm ve  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında üretilen tellerde ise uygulanan basınca ve çekme gerilmesine (mekanik deformasyon) rağmen kristal yöneliminde herhangi bir değişim meydana gelmemektedir. Bununla birlikte ikincil bir safsızlık fazına da rastlanmamıştır. Ancak, kesit kalınlığı azaltıldıkça pik şiddetlerinde yaklaşık olarak % 3 kadarlık bir azalmanın olduğu görülmüştür. Bunun hata sınırları içerisinde kaldığı ve malzemenin geneli düşünüldüğünde herhangi bir olumsuz durumun ortaya çıkmayacağı şeklinde yorumlanmıştır.

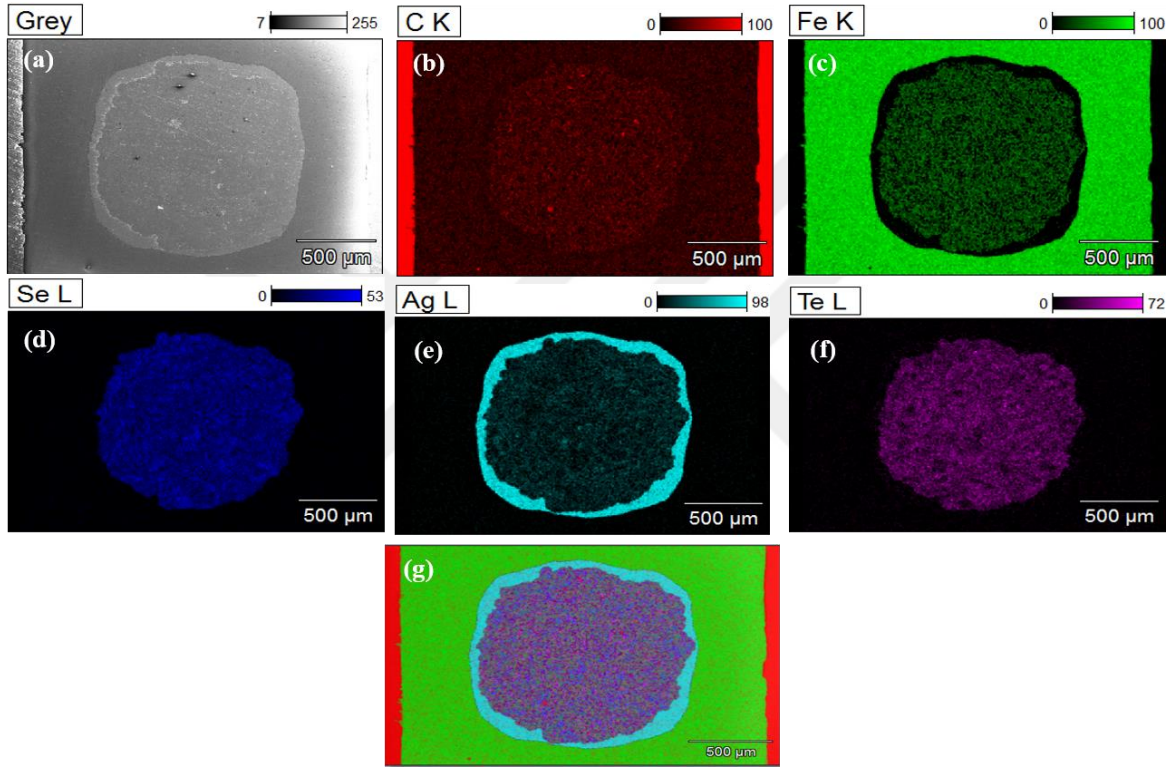
### Tel/Şerit formu için mikroyapısal incelemeler

Resim 4.2 a, b, c ve d' de  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında  $x=0,03$  MWCNT katkılı kare kor'lu tele ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerden alınan SEM görüntüleri verilmiştir.



Resim 4.2.  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında Fe/Ag/  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait farklı büyütme oranlarındaki (a) 120x, b) 200x, c) 1000x büyütme (gri çizgi gümüş kılıfı göstermektedir) ve d) 5000x ( $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kor malzemeyi göstermektedir)) SEM görüntüleri

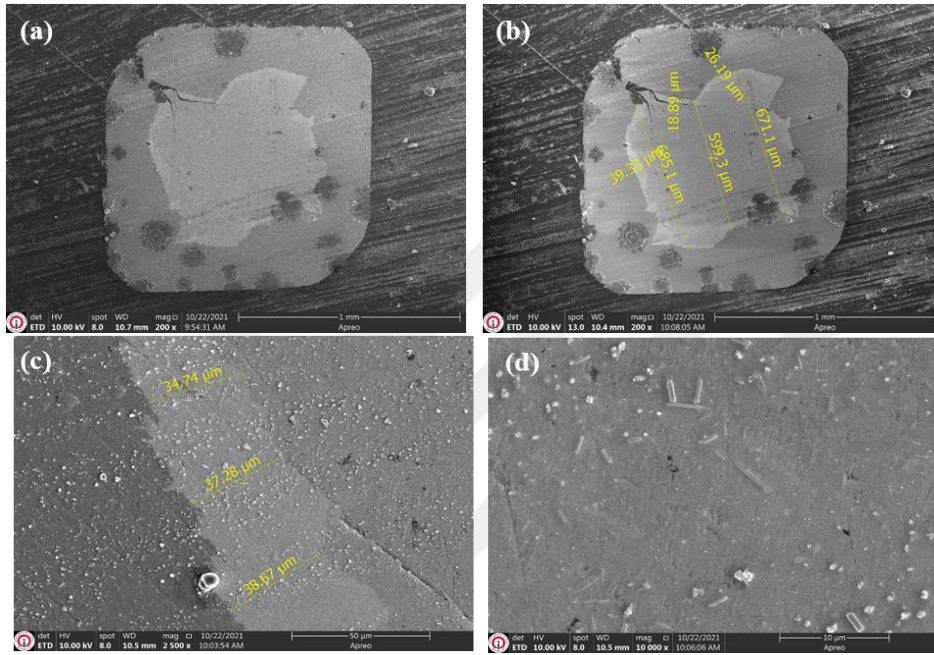
SEM görüntüleri değerlendirildiğinde herhangi bir boşluk, çatlak ya da deformasyon bulunmamaktadır (Yüzeydeki çizikler SEM incelemeleri esnasında yüzeyden görüntü alabilmek için bakalit ve zımpara işlemlerinden kaynaklanmaktadır). Ayrıca, Resim 4.2 d' de süperiletken kor dolgu malzemesi görülmekte olup her hangi bir boşluk veya çatlak gibi deformasyonların olmadığı görülmüştür. Aynı zamanda doluluk oranının değeri %52,74 olarak hesaplanmış olup bu oldukça iyi bir sonuç olduğu değerlendirilmiştir. Farklı parçalar üzerinde yapılan incelemelerde de benzer sonuçlar elde edilmiştir.



Resim 4.3. a-f)  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait EDX mapping görüntüleri, g) Tüm fazların bir arada olduğu EDX-Mapping görüntüsü

Resim 4.3 a-g' de die çekme sistemi ile üretilen  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait EDX-mapping (nokta haritalandırma) fotoğrafları verilmiştir. Elde edilen görüntülerde yapıyı oluşturan elementlerin homojen bir dağılım sergilediği ve bölgesel kümeleşmelerin ya da safsızlık fazlarının yapı içerisinde bulunmadığı tespit edilmiştir. Fe kılıfta her hangi bir patlama, dağılım veya yırtılma olmamış ancak Ag kılıfın oldukça incelendiği hatta telin farklı bölgelerinden yapılan incelemelerde Ag kılıfta kopmalar olduğu görülmüştür. Fe kılıf boyuna kesildiğinde bu durum daha net olarak tespit edilmiştir. Bu çalışmada Fe/Ag olmak üzere iki kılıf kullanılması kor malzemesi ile Fe kılıf arasındaki difüzyonun önüne geçmektir. Bununla

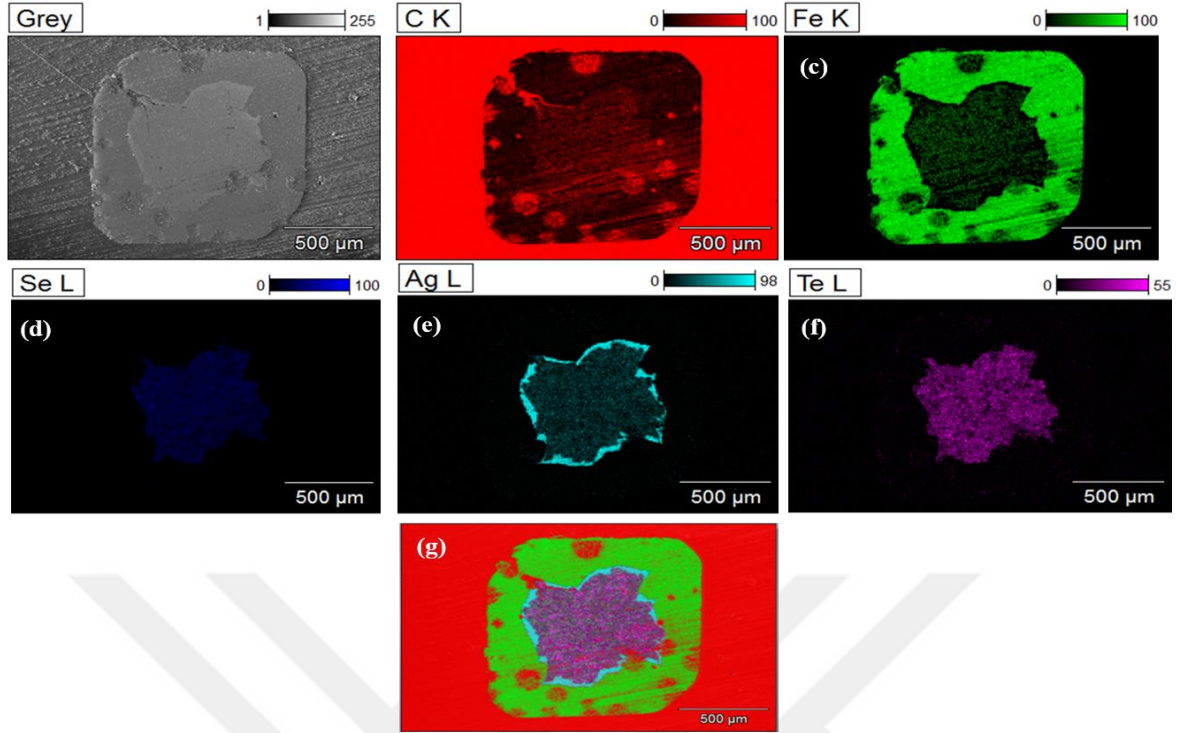
birlikte literatürdeki çalışmalar incelendiğinde  $\text{FeTe}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  süperiletken sistemine Ag katkısı süperiletkenlik parametrelerini olumlu yönde etkilemektedir [91-93]. Dolayısıyla, kor malzemesi ile Ag kılıf arasındaki difüzyon olumsuz bir etki ortaya çıkarmayıp Fe kılıf ile arada bir bariyer oluşturmaktadır. Ancak, Fe ve Ag kılıfların mekanik özellikleri dikkate alındığında kullanılan Ag kılıfın duvar kalınlığının yetersiz kaldığı hatta yer yer kopmaların meydana geldiği görülmüştür.



Resim 4.4.  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarında  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait farklı büyütme oranlarında (a) 200x, b) 200x boyutlar, c) 2500x ve d) 10000x ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri

Resim 4.4 a, b, c ve d' de  $\sim 1 \times 1$  mm boyutunda  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri verilmiştir. Üretilen tel yüzeyinde ortaya çıkan koyu renk noktalar, tellerin SEM incelemelerine hazırlık aşamasında uygulanan bakalit işlemi ve sonrasındaki zımpara/parlatma işlemlerinden kullanılan solüsyondan kaynaklanmaktadır. Die çekme sistemi kullanarak ürettiğimiz bu tellerde de yine Ag kılıfın kare şeklini koruyamaması problemi ile karşılaşmıştır. Bununla birlikte ürettiğimiz teli boyuna kestiğimizde Ag kılıfta süreksizlikler olduğunu görülmüştür. Bu durum  $\sim 2 \times 2$  mm' lik telde de gözlenen temel olumsuzluk olarak karşımıza çıkmaktadır.

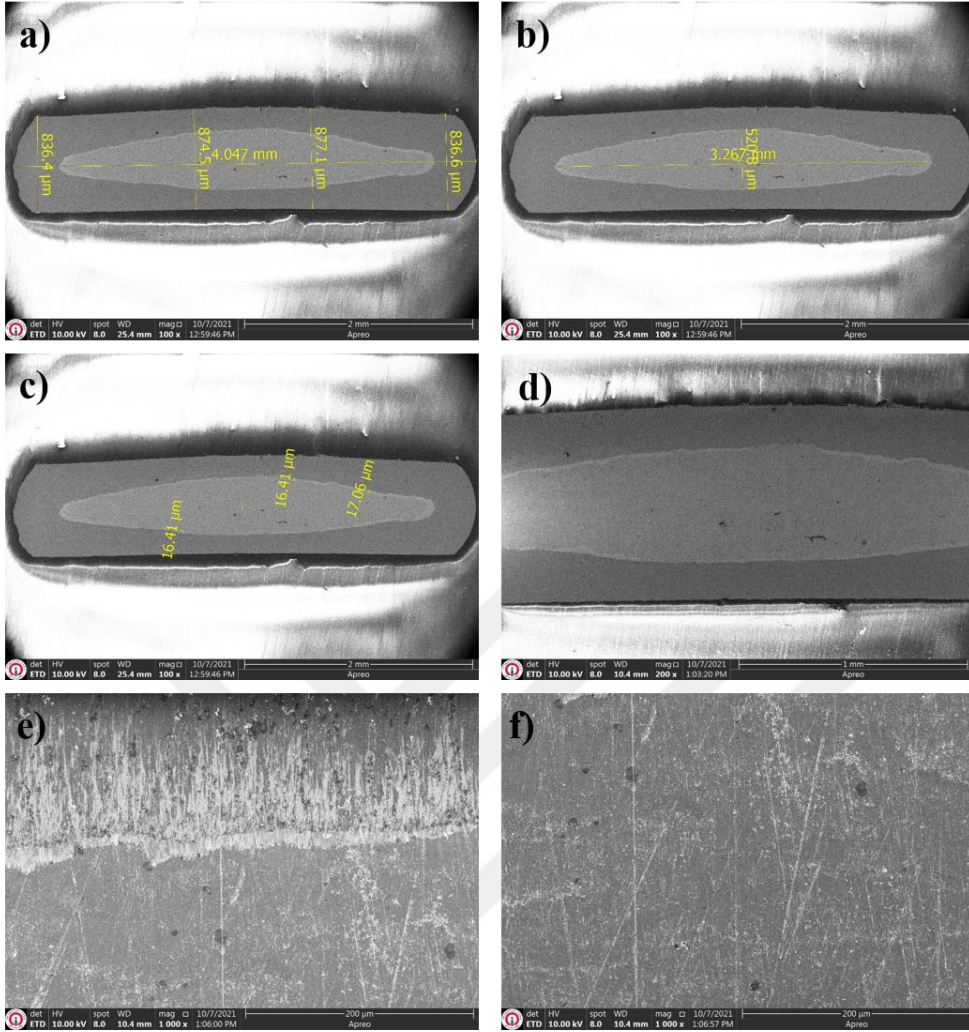
Resim 4.5 a-g' de die çekme sistemi ile üretilen  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarında  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu tele ait EDX-mapping (nokta haritalandırma) fotoğrafları verilmiştir.



Resim 4.5. a-f)  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarında Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu tele ait EDX mapping görüntüleri, g) Tüm fazların bir arada olduğu EDX-Mapping görüntüsü

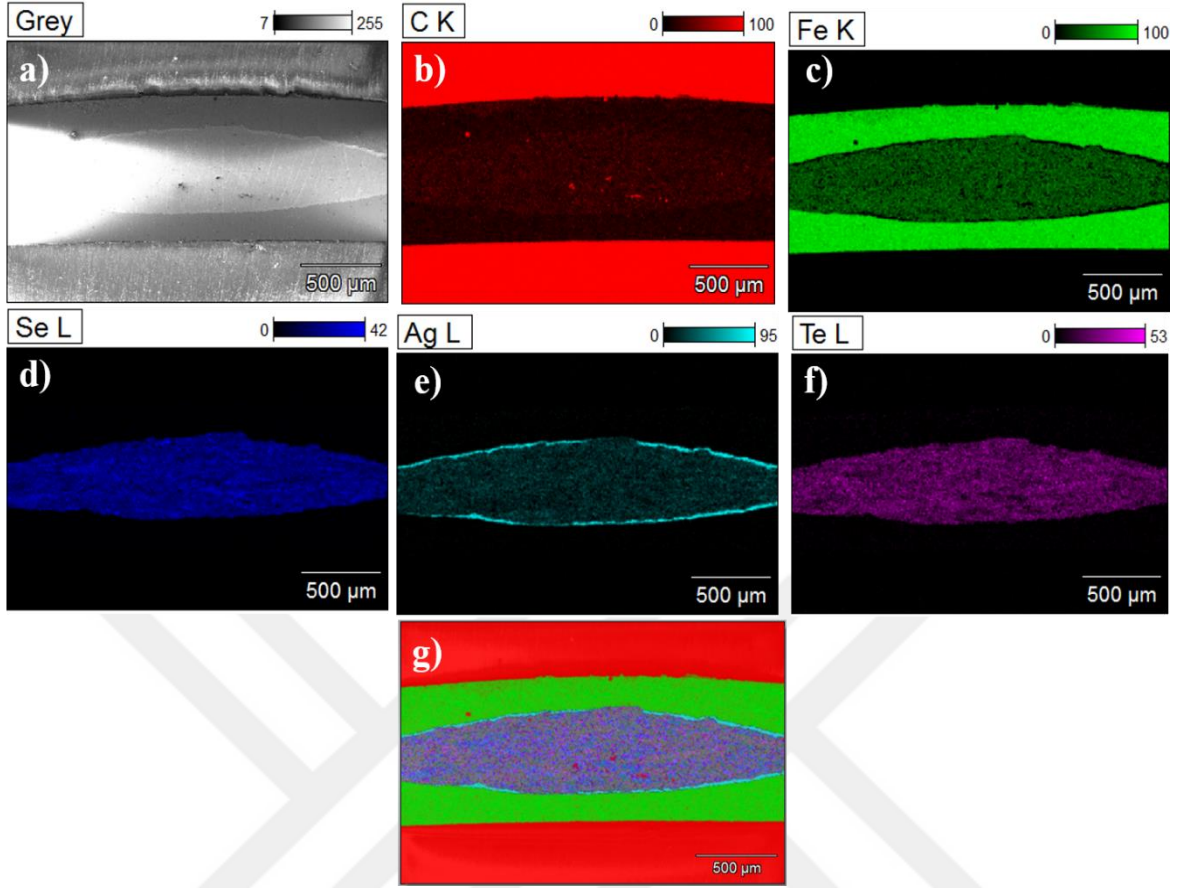
Tüm fazların bir arada olduğu Resim 4.5 g' deki EDX- Mapping görüntülerine göre kor malzemesinin homojen bir şekilde dağıldığı ve herhangi bir safsızlığın mevcut olmadığı anlaşılmaktadır. Bu üretimdeki tek sorun Fe ve Ag kılıflar arasındaki sertlik özelliklerinin oldukça farklı olmasının yanı sıra Ag kılıfın duvar kalınlığının da Fe kılıfa göre daha az olmasından kaynaklanmaktadır.

Resim 4.6' de  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu süperiletken telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarındaki SEM resimleri verilmiştir. Resim 4.6 a, b ve c' de elde edilen şeritin toplam kalınlığı  $\sim 850$   $\mu\text{m}$ , içerdeki süperiletken korun kalınlığı  $\sim 500$   $\mu\text{m}$  ve Ag kılıfın kalınlığı ise  $\sim 16$   $\mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Şerit formuna getirme işlemi sırasında Fe kılıfta herhangi bir çatlak söz konusu değildir. Süperiletken kor malzemesinin uygulanan deformasyon işlemi ve bununla birlikte ısı işlemlerle sıkı bir görünüm sergilemektedir.



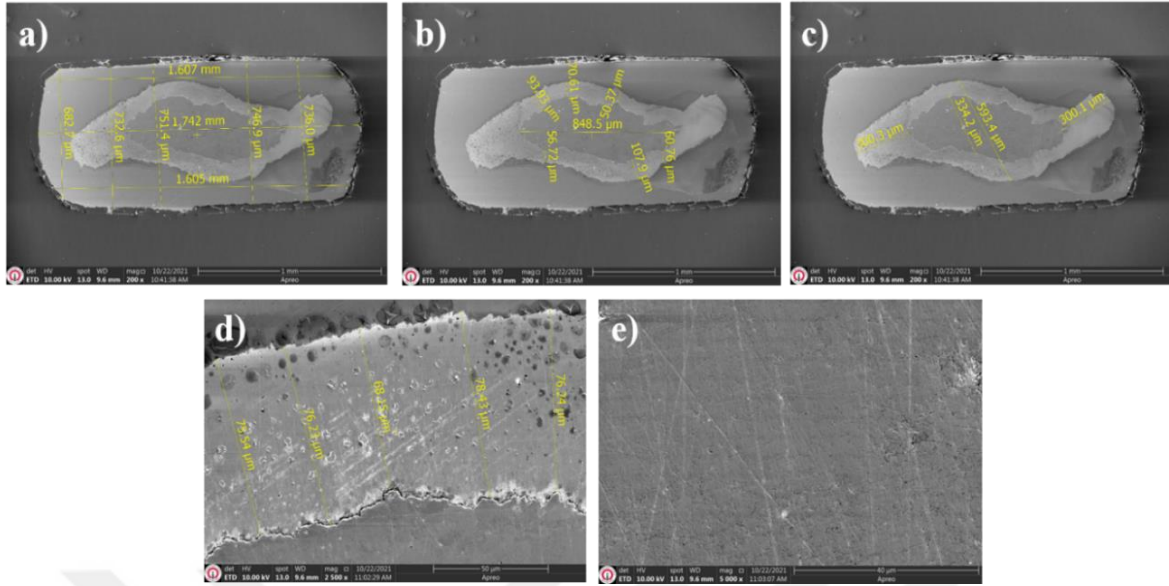
Resim 4.6. a, b, c, d)  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri, e) gri çizgi gümüş kılıfı belirtmektedir ve f) kordan alınan görüntü

Resim 4.7' de  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/ Fe<sub>1-x</sub>CNT<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu süperiletken telden elde edilen şerite ait EDX Mapping görüntüleri verilmiştir. Resim 4.7 a-f' de elementel olarak yapıda herhangi bir bozulmanın olmadığı görülmüştür. Özellikle Resim 4.7 g' de tüm fazların bir arada verildiği Mapping incelemesinde homojen ve sıkı bir elementel dağılım olduğu ve herhangi bir safsızlık fazın olmadığı görülmektedir. Ayrıca, çatlama veya kırılmaya ait herhangi bir belirtide görülmemiştir.

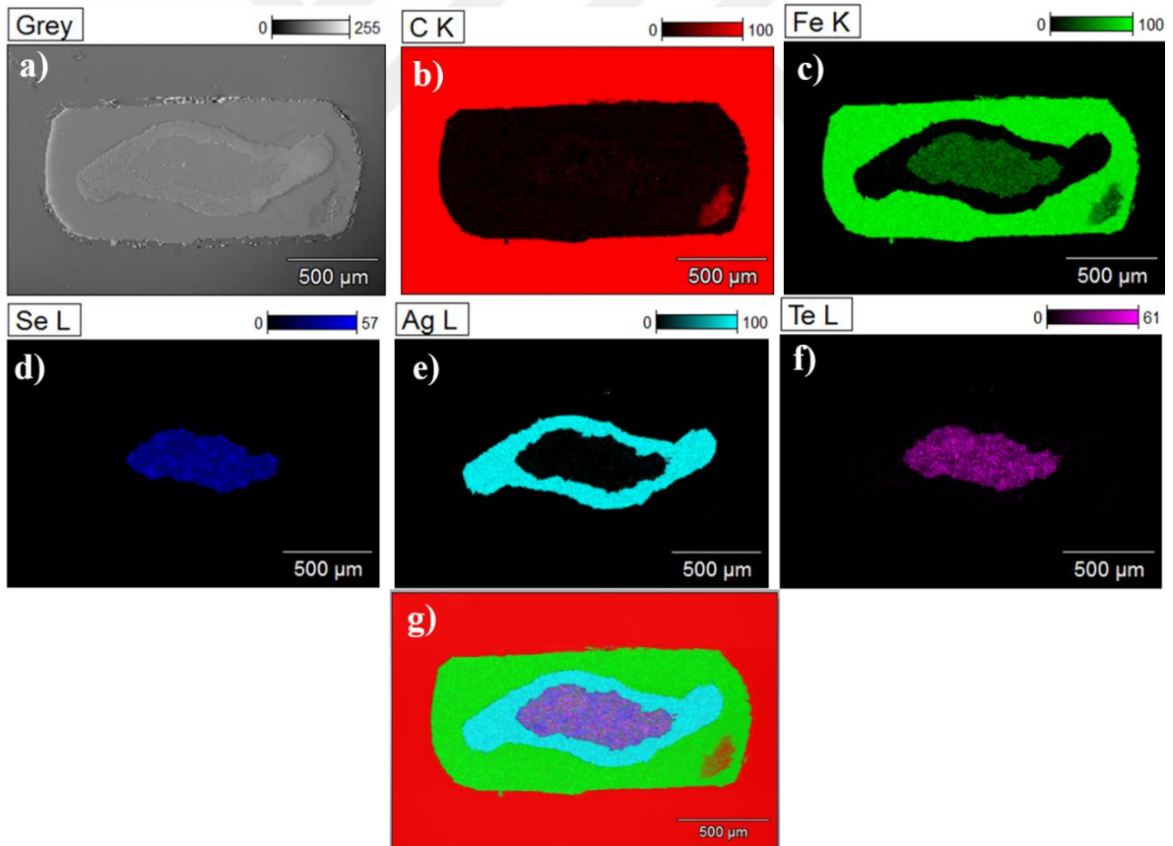


Resim 4.7. a-f)  $\sim 2 \times 2$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait elementel olarak EDX Mapping görüntüleri, g) genel faz dağılımı

Resim 4.8' de  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerdeki SEM resimleri verilmiştir. Elde edilen telden üretilen şerit  $\sim 850$   $\mu\text{m}$  kalınlığında, kor malzemesi ise  $\sim 400$   $\mu\text{m}$  kalınlığındadır. Bununla birlikte  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki telden üretilen şerit'in de düzgün bir morfolojiye sahip olmadığı görülmektedir. Benzer şekilde Resim 4.9' da aynı örneğe ait ( $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki Fe/Ag/Fe<sub>1-x</sub>(MWCNT)<sub>x</sub>Te<sub>0,5</sub>Se<sub>0,5</sub> (x=0,03) kare kor' lu telden) EDX-Mapping görüntüleri verilmiştir ve kılıf malzemelerinin şeklini koruyamadığı net bir şekilde görülmektedir. Bununla birlikte Resim 4.9 a-d' den de görüleceği gibi yapıda herhangi bir safsızlık fazı ya da kırık/çatlak şeklinde deformasyonun olmadığı görülmektedir. Resim 4.9 e' de ise Süperiletken kor malzemesinin homojen bir elementel dağılıma sahip olduğu görülmektedir.



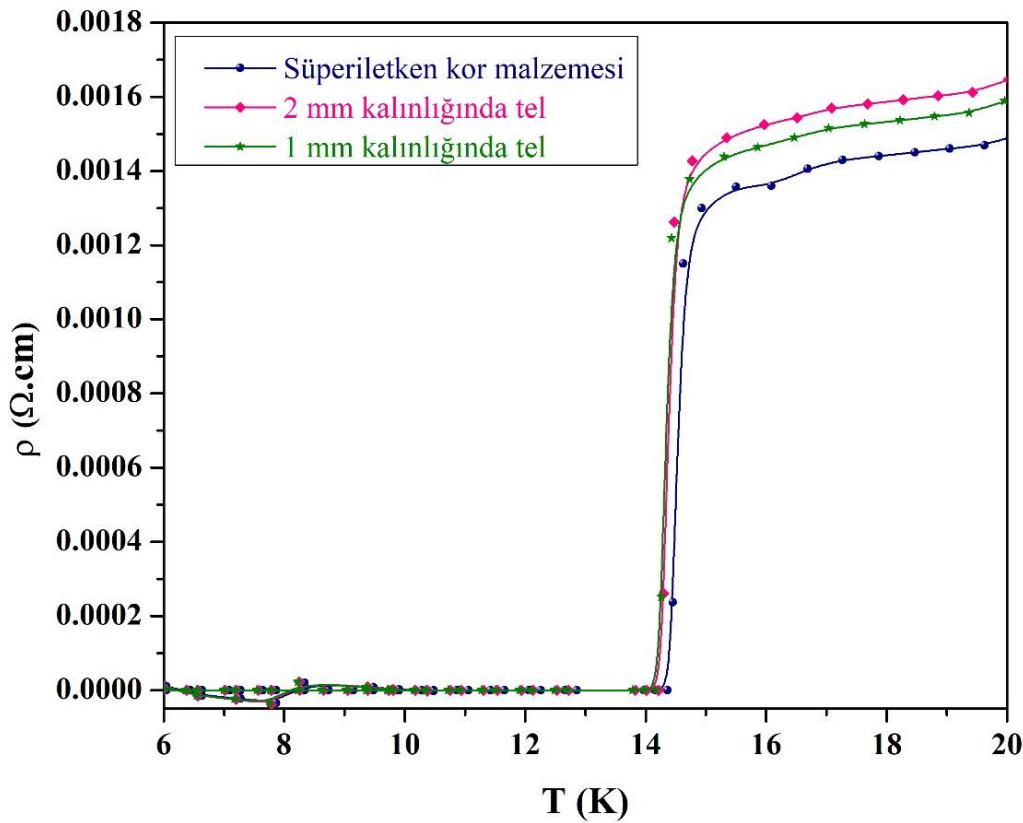
Resim 4.8. a-d)  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait farklı büyütme oranlarında ve farklı bölgelerdeki SEM görüntüleri, e) süperiletken kordan alınan bir kesit



Resim 4.9. a-f)  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kare kor' lu telden elde edilen şerite ait EDX-Mapping görüntüleri, g) genel faz dağılımı.

### Elektriksel performans testi ( $I-V$ )

Büyük ölçekte hazırlanan  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken kor malzemesine ait  $\rho-T$  ve Fe/Ag kılıflar içerisine doldurularak  $\sim 2 \times 2$  mm ve  $\sim 1 \times 1$  mm kesitli tel formuna getirildikten sonra ölçülen  $\rho-T$  eğrileri kıyaslamalı olarak Şekil 4.12’de verilmiştir. Kor malzeme,  $\sim 1 \times 1$  mm ve  $\sim 2 \times 2$  mm’lik tellerin  $\rho-T$  eğrilerinde önemli bir değişim gözlenmemiş ancak tel formuna getirildikten sonra  $T_c^{\text{başlangıç}}$  ve  $T_c^{\text{sifir}}$  değerlerinde  $< \%1$  bir bozulma olduğu görülmüştür ki, bu da hata sınırları içerisinde kalmaktadır. Bu durumun tek kristal formda üretilen kor malzemesinin maruz kaldığı öğütme ve kılıf içerisine sıkıştırma işlemleri nedeniyle bir bozulmaya uğramadığını ortaya koymaktadır.

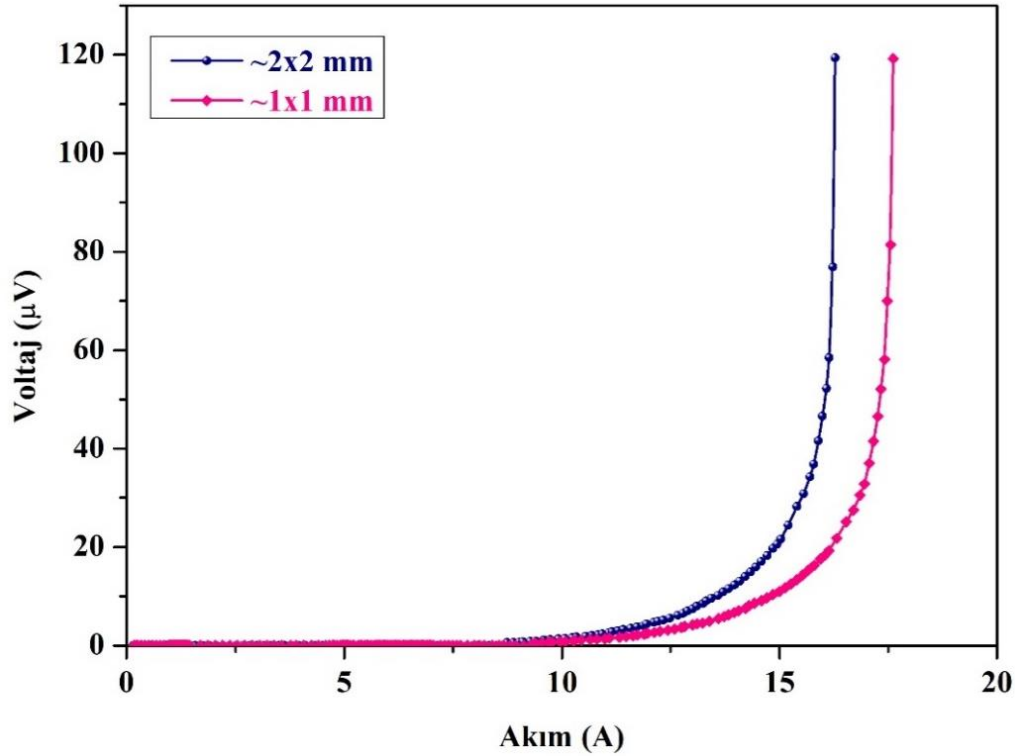


Şekil 4.12.  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken kor malzemesine ait dolun öncesi ve dolun sonrası  $\rho-T$  eğrileri

Şekil 4.13’ de  $\sim 1 \times 1$  mm ve  $\sim 2 \times 2$  mm kesitli tellere ait  $I-V$  eğrileri verilmiştir.  $I-V$  karakteristiği çıkarılırken uluslararası standart olarak kabul edilen  $1 \mu\text{V}$  kriteri göz önüne alınmıştır ve ölçüm yapılırken akım olabildiğince küçük aralıklar ile yavaş yavaş artırılmaya çalışılmıştır.  $J_c^{\text{transport}} = I_c/A$  ifadesine göre hesaplanan transport akım yoğunluğu değerleri Çizelge 4.4’ te verilmiştir. Elektriksel ölçümlere benzer şekilde ölçülen taşıyıcı



akım yoğunluğu (transport current density) kritik akım değerlerinde de bir bozulmanın olmadığı hatta 1 mm'lik telde % 5'den biraz fazla bir artışın olduğu görülmüştür. Bu durum da zaten beklenen bir durum olup telin inceltmesi sırasında daha da sıkıştırılarak daha yoğun bir kor elde edilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4.13. ~2x2 mm ve ~1x1 mm boyutlarındaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken tellere ait  $I$ - $V$  eğrileri

Sonuç olarak, kesit alanı daraldıkça (~1x1 mm telinde) tel daha iyi sıkı paketlenmiş bir yapı haline gelmektedir ve ayrıca kristalografik yönelmesinde de bir bozulmanın olmadığı görülmektedir, yani ürettiğimiz  $c$ - eksenine yönünde yönelmiş olan süperiletken kristallerin basınç altında yönelimini değiştirmedeği anlaşılmıştır. Bunun sonucu olarak da daha yüksek transport akım yoğunluğu değerine ulaşılmıştır. Ayrıca bu durum şerit üretim aşamasında seçilen yöntemin de uygun olduğunu ortaya koymaktadır.

Çizelge 4.4. ~2x2 mm ve ~1x1 mm boyutlarındaki  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0.5}Se_{0.5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken teller için hesaplanan transport akım yoğunluğu değerleri.

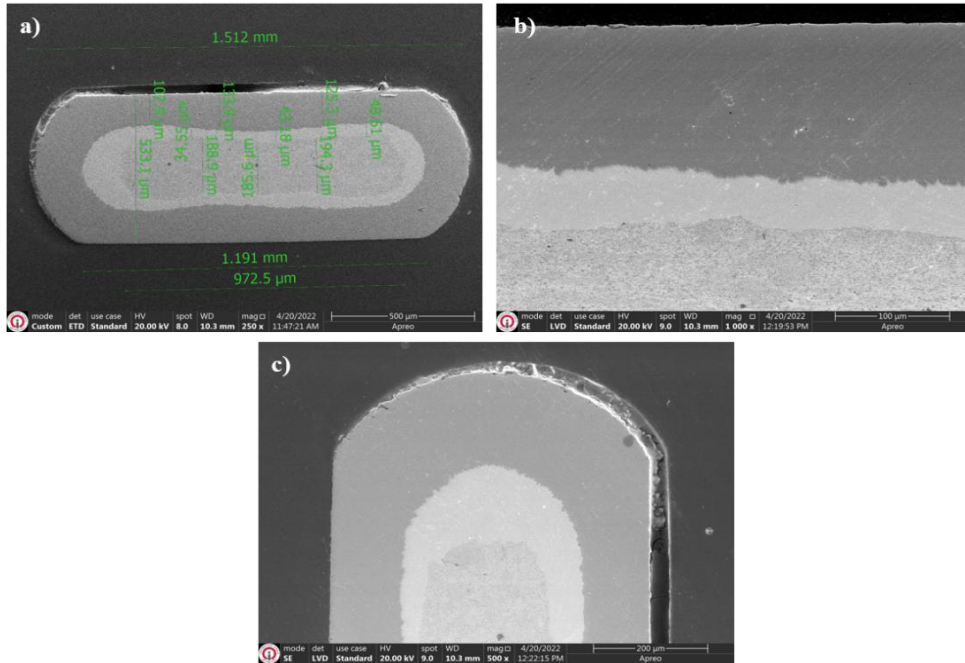
Üretilen tel	Transport Akım Yoğunluğu ( $J_c^{transport} = I_c/A$ ) ( $A/cm^2$ )
~2x2 mm	848.69
~1x1 mm	1153.08

## Racetract Coil

Tel üretim aşamasında 1 mm duvar kalınlığında kullanılan Ag kılıfların yetersiz kaldığı düşünülerek bu kez 3,2 mm duvar kalınlığına sahip gümüş borular kullanılarak şerit üretimi tekrarlanmış ve Racetract bobin sarımı gerçekleştirilmiştir. Bu şerite ait mikroyapısal incelemeler ile elektriksel performans testleri tekrarlanmıştır.

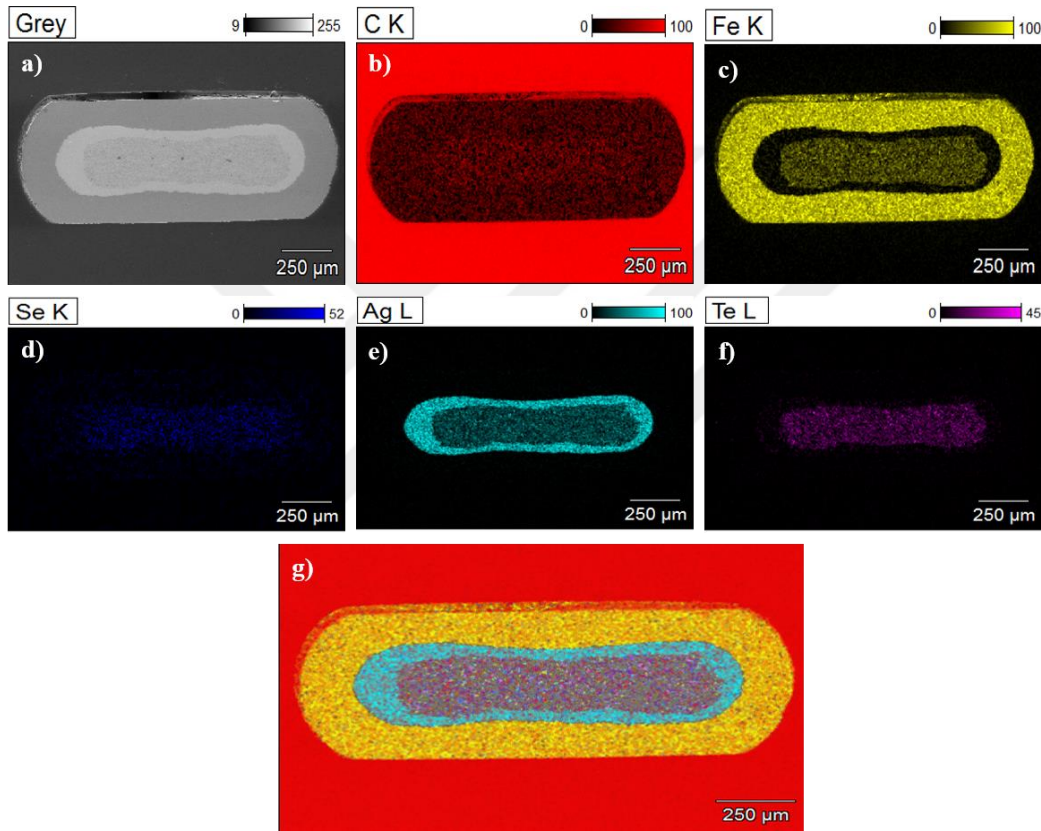
### Racetract coil uygulaması için mikroyapısal incelemeler

Resim 4.10 a, b ve c' de racetract bobin sarımı için üretilen  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan kesite ait SEM resimleri görülmektedir. Elde edilen şeritin  $\sim 1,5$  mm genişliğinde,  $\sim 500$   $\mu m$  kalınlığında olduğu görülmektedir. İlk şerit üretimi denemelerimizde Ag kılıfın Fe kılıfa göre çok incelmesi ve hatta yer yer kopmaların meydana gelerek bir süreksizliğin olduğu problemi daha geniş duvar kalınlığına sahip Ag kılıf kullanımı ile aşılmıştır. Bununla birlikte, Fe ve Ag kılıflarda herhangi bir deformasyon da (çatlak, yarılma gibi) gözlenmemiştir. Resim 4.10 b' de görüldüğü gibi kor malzemesi ile kılıflar arasındaki bağlantı son derece düzgün olup, kor malzemesi oldukça sıkı bir görünüm sergilemektedir.



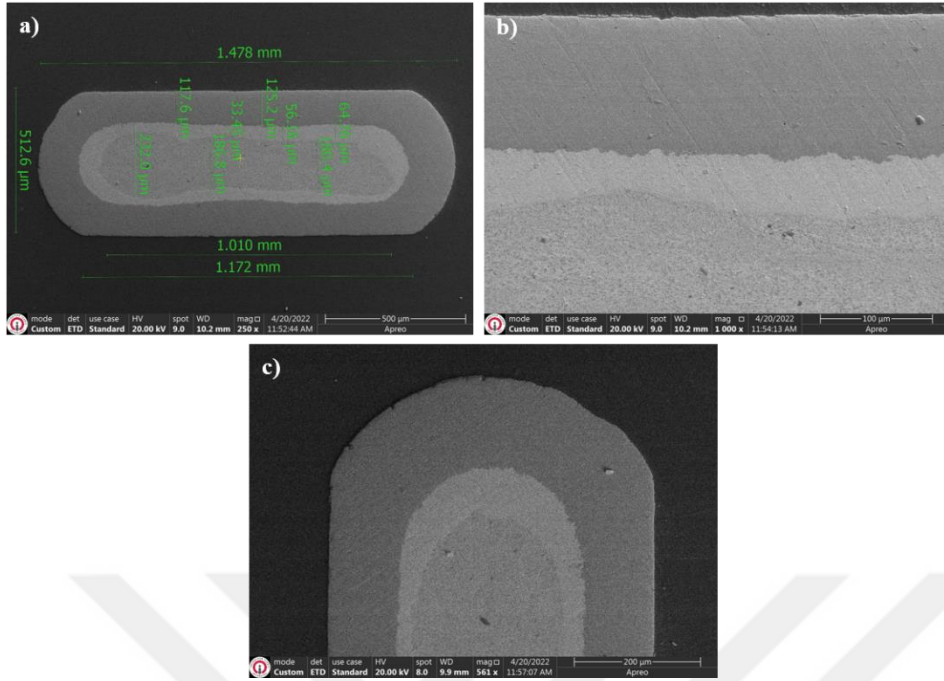
Resim 4.10.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıflar ile kor malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) şeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü

Resim 4.11 a-g' de racetract bobin sarımı için üretilen  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan kesite ait EDX nokta haritalandırma (Mapping) görüntüleri verilmiştir. Resim 4.11 a-f' de ayrı ayrı elementel dağılım verilirken Resim 4.11 g' de tüm fazların bir arada verildiği noktasal haritalandırma incelemesinde homojen ve sıkı bir elementel dağılım olduğu, herhangi bir safsızlık fazının ya da yer yer kümeleşmelerin olmadığı görülmektedir. Bununla birlikte, çatlama veya kırılmaya ait herhangi bir belirtide görülmemiştir.

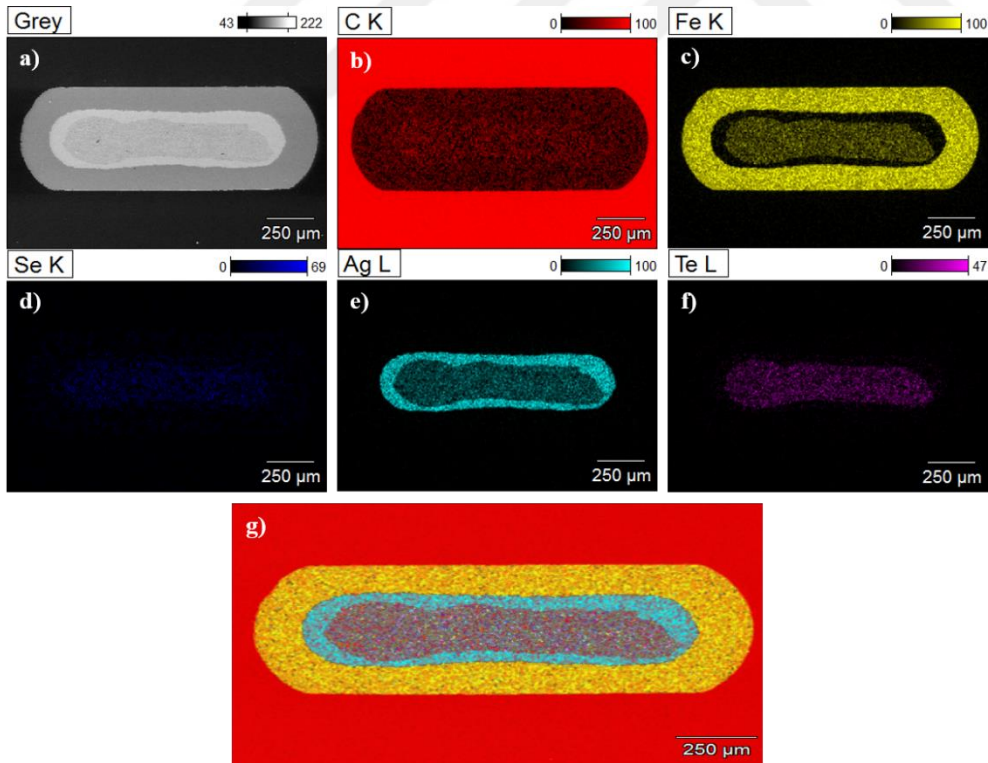


Resim 4.11.  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin başlangıç kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait noktasal haritalandırma (mapping) görüntüleri

Resim 4.12 a, b ve c' de racetract bobin sarımı için üretilen  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin orta kısmından alınan kesite ait SEM resimleri görülmektedir. Resim 4.12 a' da verilen değerler şeritin başlangıç kısmından ölçülen genişlik, kalınlık değerleri ile hatta Fe ve Ag kılıfları ile kor malzemesinin genişliği de dahil olmak üzere uyum içinde olduğu görülmektedir. Bu durum, üretilen  $\text{Fe}/\text{Ag}/\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin tümü dikkate alındığında homojen bir şerit elde edildiğine inanılmaktadır. Bu kesitte de herhangi bir deformasyona rastlanılmamıştır.



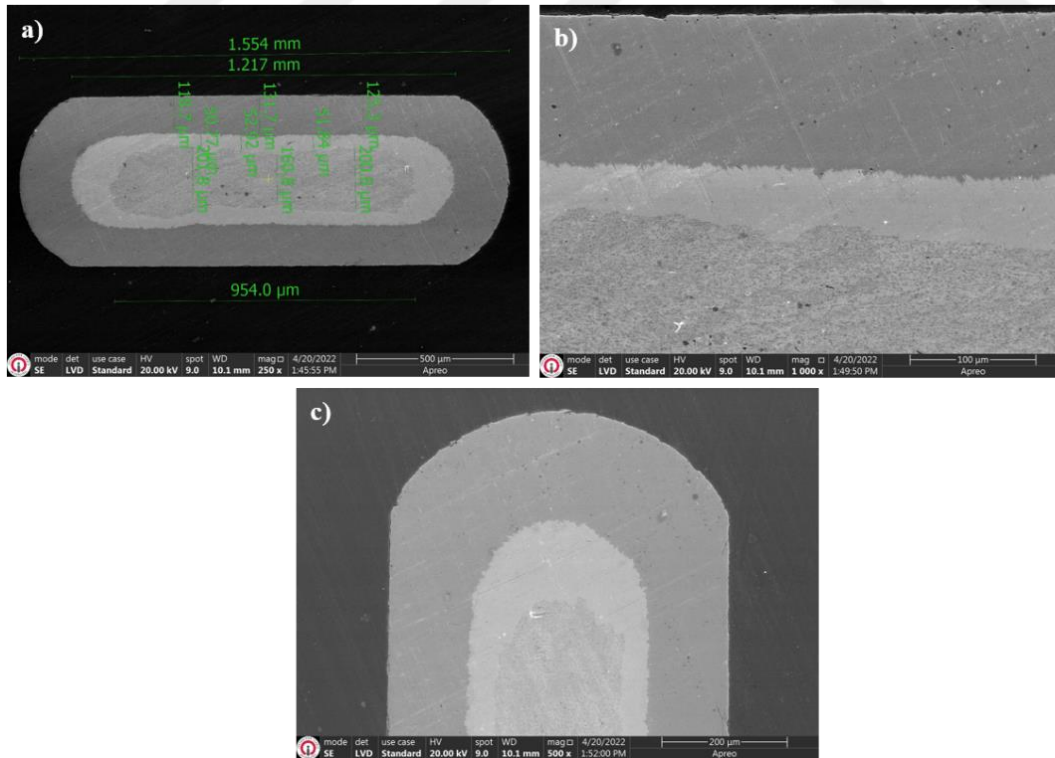
Resim 4.12.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken řeritin orta kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıfları ile koruma malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) řeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü



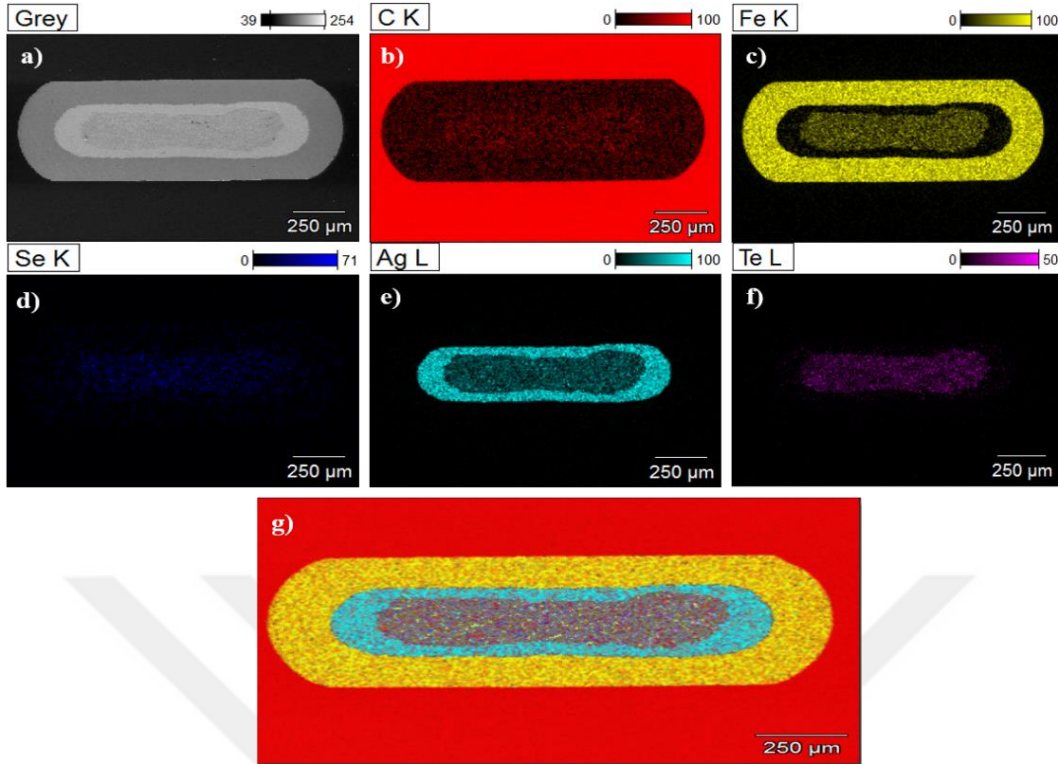
Resim 4.13.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken řeritin orta kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait noktasal haritalandırma (mapping) görüntüleri

Resim 4.13 a-g' de racetract bobin sarımı için üretilen  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin orta kısmından alınan kesite ait EDX noktasal haritalandırma (Mapping) görüntüleri verilmiştir. Özellikle Resim 4.13 g' de tüm fazların bir arada verildiği nokta haritalandırma incelemesi dikkate alındığında homojen ve sıkı bir elementel dağılım olduğu, herhangi bir safsızlık fazının ya da yer yer kümeleşmelerin olmadığı görülmektedir.

Resim 4.14 a, b ve c' de racetract bobin sarımı için üretilen  $Fe/Ag/Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin son kısmından alınan kesite ait SEM resimleri görülmektedir. Yine bu kesitte de hem boyutlarda bir uyum olduğu hem de herhangi deformasyonun olmadığı açıkça görülmektedir. Bu da üretilen şeritin hem homojen olduğunu hem de kılıf boyutlarında büyük bir değişim olmaması sebebiyle kopmaların yaşanarak bir süreksizliğin olmadığını göstermektedir. Dolayısıyla üretilen şeritin bu yapısının elektriksel performans testlerine olumlu yansıtacağı düşünülmektedir. Şeritin başlangıç ve orta kesimlerinden alınan EDX nokta haritalandırma görüntülerinde olduğu gibi Resim 4.15' de verilen şeritin son kısmından alınan EDX nokta haritalandırma görüntülerinde de homojen bir elementel dağılım söz konusudur.



Resim 4.14.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin son kısmından alınan a) genel görünümü ve boyutlarına, b) Fe ve Ag kılıflar ile kor malzemesi arasındaki bağlantıya ve c) şeritin kenar kısmına ait SEM görüntüsü

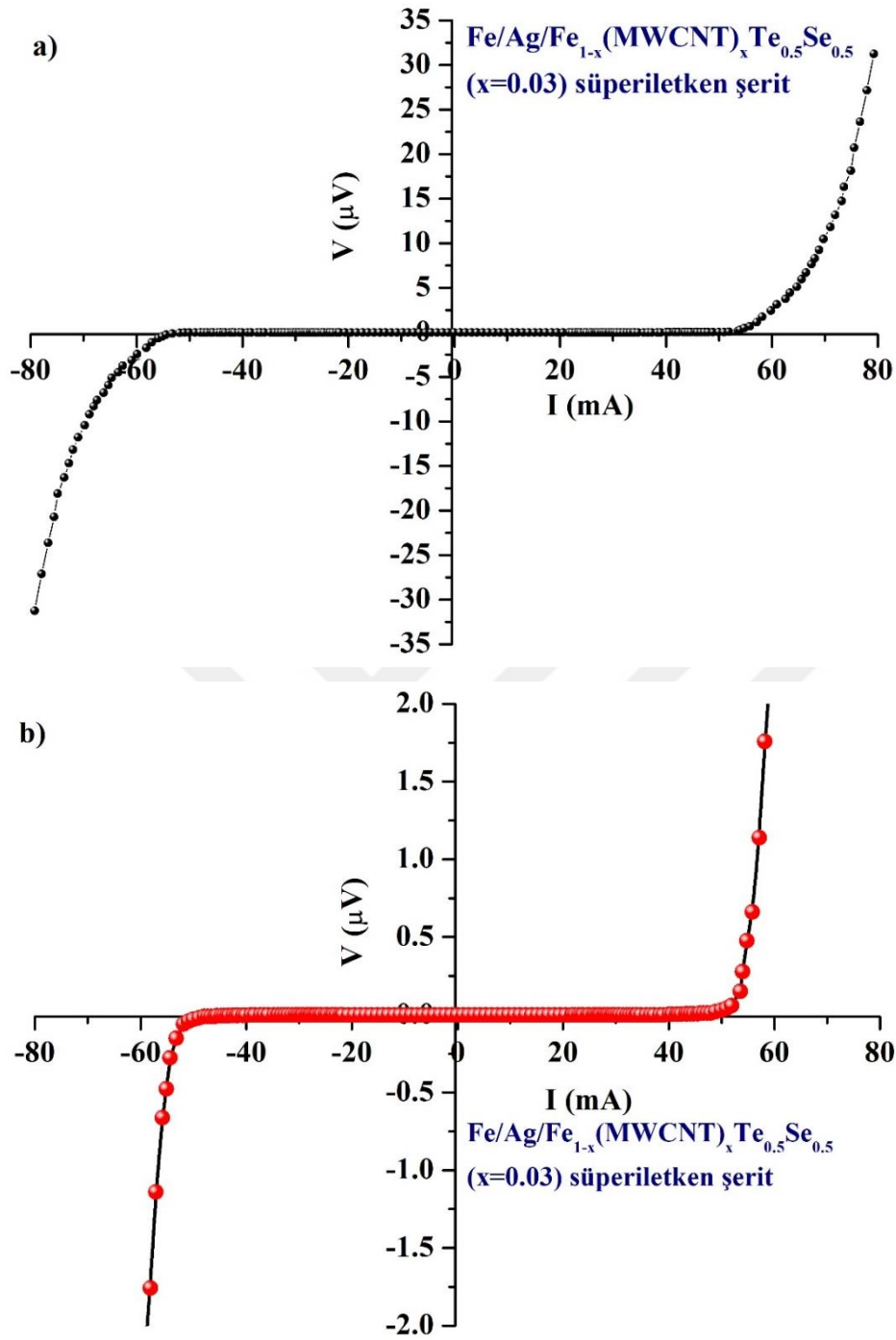


Resim 4.15.  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritin son kısmından alınan a) genel SEM, b) C, c) Fe, d) Se, e) Ag, f) Te elementleri ile g) Tüm fazlara ait nokta haritalandırma (mapping) görüntüleri

### Racetract bobine ait elektriksel performans testleri

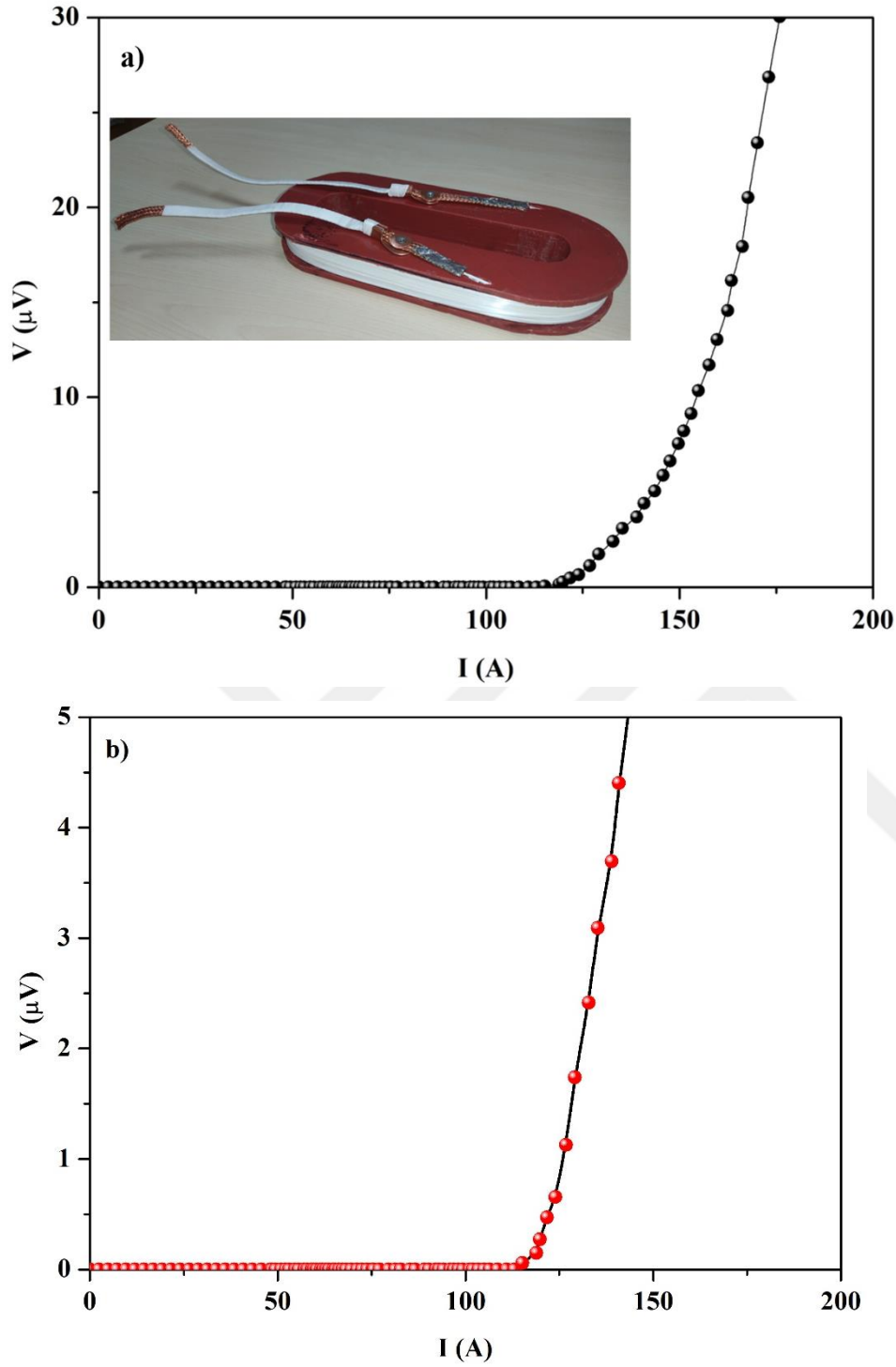
Deneysel çalışmamız boyunca en iyi süperiletkenlik özelliği gösteren  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) malzemesi kullanılarak üretilen şeridin elektriksel iletim performansı, yani taşıyıcı akım yoğunluğu değeri akım-gerilim,  $I-V$ , testleri ile gerçekleştirilmiştir.

Testlerin ilk aşaması PPMS sisteminde gerçekleştirilmiştir. Buna göre elde edilen test sonuçları Şekil 4.14 a ve b' de verilmiştir ve görsel olarak da klasik süperiletken sistemlerin grafiği ile uyumlu olduğu görülmüştür. Şekil 4.14 a' da sistemin limitleri olan  $\pm 80$  mA değerine kadar çıkmış ve  $\pm 53$  mA' den itibaren voltaj değerinde değişim başlamıştır. Ancak bu değişim uluslararası standart olan  $1 \mu V$  mertebesinde akım değeri  $57$  mA olarak tespit edilmiştir, Şekil 4.14 b. Ölçümü yapılan örneğin birim kesit alanının ise  $0,00015 \text{ cm}^2$  olduğu düşünülecek olursa birim kesitten geçebilecek maksimum akım yoğunluğu değerinin  $380 \pm 5 \text{ A/cm}^2$  olduğu hesaplanmıştır. Bulunan bu değer benzer yöntemle hazırlanan katkısız  $FeSeTe:1,0/0,5/0,5$  sisteminden  $\sim 10\%$  oranında daha iyi bir değer olduğu görülmüştür [76].



Şekil 4.14. a)  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  ( $x=0.03$ ) süperiletken şerite ait  $I$ - $V$  grafiği ve b) y-ekseninin (2, -2  $\mu$ V) şekline ölçeklendirilmiş hali

Testlerin ikinci kısmı ise kendi düzenlediğimiz ölçüm sisteminde ve racetract bobinin tümü üzerinden gerçekleştirilen testi kapsamaktadır. Bu test sonuçları ise Şekil 4.15 a ve b'de verilmiştir.



Şekil 4.15. a) Fe/Ag/  $\text{Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şeritten hazırlanan racetract bobine ait *I-V* grafiği ve b) y-ekseninin (0-5  $\mu\text{V}$ ) şeklinde ölçeklendirilmiş hali

Voltaj regülasyonunda ilk hareketlenme  $117 \pm 5$  A değerinde başlamış olup, Şekil 4.15 a,  $123 \pm 5$  A değerinde de uluslararası standart olan 1  $\mu\text{V}$  değerine ulaşmıştır ve ölçüm sonucu merteye olarak da  $123 \pm 5$  A değeri göz önüne alınmıştır, Şekil 4.15 b. Bulduğumuz bu değeri literatürde karşılaştıracığımız, aynı ölçülerde ve aynı malzeme cinsinden bir değer



bulunmamaktadır. Ancak bunu  $MgB_2$  veya diğer HTS (multicore) süperiletkenler ile karşılaştırdığımızda başa baş giden bir değeri yakaladığımızı görüyoruz. Sonuç olarak, değerlendirdiğimizde  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) malzemesinden elde edilen değerlere göre bu malzemenin rahatlıkla başta magnet uygulamaları olmak üzere diğer teknolojik cihaz üretimlerinde de kullanılabilceği ve hem eski nesil LTS (düşük sıcaklık süperiletkenler) malzemelere hem de yeni nesil HTS malzemeler için önemli ve maliyeti düşük bir alternatif malzeme olduğu ortaya konmuştur.



## SONUÇ VE ÖNERİLER

Yüksek lisans tezimiz kapsamındaki çalışmalarımız üç ayrı aşamada gerçekleştirilmiştir. Çalışmalarımızın birinci ve ikinci aşaması üretim son aşaması ise mühendislik uygulamasına yöneliktir. Bu bağlamda ilk aşamada Fe-bazlı süperiletkenler ailesinin en basit kristal yapıya sahip olup toksik element içermemesi bakımından tercih sebebi olan 11-fazına ait  $FeTe_{0,5}Se_{0,5}$  baz sisteminde Fe konumlarına  $x=0,03$ ' e kadar çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) ikamesi yapılarak self-flux yöntemi ile tek kristal formda üretilmiştir. Buna göre, üretilen tün örneklerin yapısal, mikroyapısal, elektriksel, manyetik ve mekanik incelemeleri yapılmış ve kristalografik parametreleri incelenerek üst kritik alan ( $H_{c2}$ ), kritik akım yoğunluğu ( $J_c^{mag}$ ) ve çivileme (pinning) kuvveti ( $F_p$ ) gibi parametreleri hesaplanarak  $x=0,03$ ' lük MWCNT ikamesinin en iyi özellikleri gösterdiği tespit edilmiştir.

Çalışmalarımızın ikinci aşamasında, %3' lük MWCNT ikamesi yapılan  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) sitokiyometrisinden büyük ölçekte (200 g) üretimini gerçekleştirilmiştir. Tek kristal külçe halinde elde ettiğimiz  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) örneğini ball mill yöntemi ile tanecik boyutu  $\sim 10$   $\mu m$  olacak şekilde toz haline getirilmiştir. Elde ettiğimiz bu ürün Powder In Tube (PIT) yöntemi ile üretimini gerçekleştireceğimiz kare kor' lu süperiletken tel formunun kor malzemesidir. Bu aşamada, Fe ve Ag olmak üzere iki kılıf kullanmayı tercih ederek Ag kılıfı Fe kılıf ile süperiletken  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) kor arasında bariyer olarak kullanılmıştır. Bu durumda hem Fe' in kor malzemesi ile difüzyonunun önüne geçmiş olduk hem de kor malzemesine oluşması muhtemel Ag difüzyonu ile oluşacak ara fazın süperiletkenlik parametrelerindeki olumlu katkısını bir avantaj olarak kullandık.

Sonuçta, PIT yöntemi ile die çekme sistemini kullanarak kare kor' lu  $\sim 30$  m uzunluğunda Fe/Ag/  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken tel üretimini başarmıştır. Daha sonra Grove Rolling sistemi ile elde ettiğimiz kare kor' lu Fe/Ag/  $Fe_{1-x}(MWCNT)_xTe_{0,5}Se_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken teli şerit formuna getirdik. Bu noktada yapmış olduğumuz mikroyapısal incelemeler neticesinde başlangıçta kare kor' lu tel üretimi yapmış olmanın avantajı ile herhangi bir yarıлма/çatlak ya da farklı bir deformasyon ile karşılaşılmamıştır. Bununla birlikte, elektriksel performans testleri tel boyutunun azalmasıyla özellikle  $\sim 1 \times 1$  mm boyutlarındaki tel için  $1153,08$  A/cm<sup>2</sup> değeri ile daha iyi transport akım yoğunluğu değerlerine ulaşacağımızı göstermiştir. Sadece Fe ve Ag kılıfların mekanik özelliklerini göz

önüne alarak uygulama aşaması için hazırlayacağımız şerit için daha fazla duvar kalınlığına sahip Ag kılıf kullanması gerektiği bulunmuştur.

Çalışmalarımızın son aşamasında ise, daha kaliteli bir  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken şerit üretimini yaparak racetract bobin prototipini hazırlamayı başardık ve bobin testlerini gerçekleştirdik. Ulaştığımız kritik akım değerleri hazırladığımız racetract bobinin performansının  $\text{HT}_c$  ve  $\text{MgB}_2$  süperiletken sistemleri ile kıyaslanabilir boyutta olduğunu göstermiştir.

Elde ettiğimiz tüm veriler Fe-bazlı süperiletken sistemlerin teknolojik uygulanabilirliğinin mümkün olduğu sonucunu ortaya koymaktadır. Fe-bazlı süperiletken sistemler  $\text{HT}_c$  ya da  $\text{MgB}_2$  süperiletken sistemleri ile kıyaslandığında daha düşük  $T_c$ ' ye sahip olmalarına rağmen  $H_{C2}$  ve  $J_c$  değerlerinin yüksek olması ve yapılan güncel araştırmalar ile geliştirilebilir olması teknolojik uygulamalar için potansiyeli olan malzemeler olduğunu desteklemektedir. Fe-bazlı süperiletken sistemlerin teknolojik olarak kullanım yoğunluğunun artmasının önündeki problem ciddi soğutma teknolojilerini de beraberinde gerektirmesi ve bunun da maliyeti artırmasıdır. Bu problem Fe-bazlı sistemlerde olduğu kadar  $\text{HT}_c$  ve  $\text{MgB}_2$  süperiletken sistemler için de ana problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu problemin gelişen teknoloji ile birlikte çözüleceği ve süperiletken sistemlerin kullanım alanının ve kullanım sıklığının artacağı düşünülmektedir.

Sonuç olarak, yüksek lisans tezimiz kapsamında gerçekleştirmeyi planladığımız çalışmaları tamamlamış ve istenen düzeyde başarılı sonuçlar elde etmiş bulunmaktayız. Özellikle Fe-bazlı sistemlere çok duvarlı karbon nanotüp katkısı yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında ilk kez denenmiş olup özellikle kritik akım özelliklerinde bir iyileşme olduğu sonucunu ortaya çıkarmıştır. Bununla birlikte Fe-bazlı süperiletken malzeme kullanılarak üretimini gerçekleştirdiğimiz kare kor' lu tel ve şerit uygulaması literatürde ilk kez denenmiş olup elektriksel performans testlerine göre  $\sim 1 \times 1 \text{ mm}$ ' lik telde  $>5\%$  lik bir iyileşme gözlenmiştir. Son olarak, racetract bobin prototipi ülkemizde ilk kez yüksek lisans tez çalışmamız kapsamında hazırlanan  $\text{Fe/Ag/Fe}_{1-x}(\text{MWCNT})_x\text{Te}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$  ( $x=0,03$ ) süperiletken malzemesi ile gerçekleştirilmiş olup yapılan testler neticesinde magnet uygulamaları için uygun bir ürün olduğu düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

- Onnes, H.K. (1911). The Superconductivity of Mercury. *Comm., Leiden*, 122-124.
- Onnes, H.K. (1913). *Comm., Leiden*, 140b, c 141b.
- Meissner, W. ve Franz, H. (1930). Supraleitfähigkeit von Niobium, *Physikalisch-Technische Reichsanstalt, Mitteilung*, 558-559.
- Bednorz, J. G. ve Müller, K. A. (1986). Possible High Tc Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System. *Z. Phys. B-Condensed Matter*, 64, 189.
- Whu, M. K., Asheburn, J. R., Torng, C. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L., Huangz, J., Wang, Y. ve Chu, C.W. (1987). Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 58, 908.
- Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M. ve Asano, T. (1988). A New High-Tc Oxide Superconductor without a Rare Earth Element. *Japanese Journal of Applied Physics*, 27, 209.
- Hazen, M. R., Finger, L. W., Angel, R. J., Prewith, T. C., Ross, R. L. ve Hermann, A. M. (1988). 100-K superconducting phases in the Tl-Ca-Ba-Cu-O system. *Phys. Rev. Lett.*, 60, 1657.
- Putilin, S. N., Antipov, E. V., Chmaissen, O. ve Marezio, M. (1993). Superconductivity at 94 K in  $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ , *Nature*, 362, 226.
- Nagamatsu J., Nakagawa N., Muranaka T., Zenitani Y. ve Akimitsu J. (2001). Superconductivity at 39 K in Magnesium Diboride. *Nature*, 410, 63.
- Kamihara Y., Hiramatsu H., Hirano M., Kawamura R., Yanagi H., Kamiya T. ve Hosono H. (2006). Iron-Based Layered Superconductor:  $\text{LaOFeP}$ . *J. Am. Chem. Soc.*, 128, 10012.
- Onyancha, R.B., Shimoyama, J. Das, J., Ogino, H., Aigbe, U.O., Srinivasu, V. V. (2020). Novel normal-state low field microwave absorption in  $\text{SmFeAsO}_{1-x}\text{Fx}$  iron pnictide superconductors. *Solid State Communications*, 307, 113800.
- Ren, Z. A., Lu, W., Yang, J., Yi, W., Shen, X. L., Li, Z. C., Che, G. C., Dong, X. L., Sun, L.L., Zhou, F. ve Zhao, Z. X. Chin. (2018). Superconductivity at 55 K in Iron-Based F-Doped Layered Quaternary Compound  $\text{Sm}[\text{O}_{1-x}\text{Fx}] \text{FeAs}$ . *Chinese Phys. Lett.*, 25, 2215.
- Sánchez-Zacate, F. E. ve Conde-Gallardo, A. (2021). The Particle Size Effect on the Irreversible Magnetization and Critical Current Density in Low Fields for Polycrystalline  $\text{SmFeAsO}_{0.91}\text{F}_{0.09}$  Superconductors. *J. Supercond. Nov. Magn.* 34(12), 3141-3149.
- Kidanemariam, T., Kahsay, G. ve Mebrahtu, A. (2019). Theoretical investigation of the coexistence of superconductivity and spin density wave (SDW) in two-band model for the iron-based superconductor  $\text{BaFe}_2(\text{As}_{1-x}\text{P}_x)_2$ . *Eur. Phys. J. B*, 92, 39.

- Hsu, F. C., Luo, J. Y., The, K. W., Chen, T. K., Huang, T. W., Wu, P. M., Lee, Y. C., Huang, Y. L., Yan, Y. Y. ve Wu, M. K. (2008). Superconductivity in the PbO-type structure  $\alpha$ -FeSe. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 105, 14262.
- De la Cruz, C., Huang, Q., Lynn, J. W., Li, J., Ratcliff II, W., Zarestky, J. L., Mook, H. A., Chen, G. F., Luo, J. L., Wang, N. L. ve Dai, P. (2008). Magnetic order close to superconductivity in the iron-based layered  $\text{LaO}_{1-x}\text{F}_x\text{FeAs}$  systems. *Nature*, 453, 899.
- Miyaki, K., Miura, O. ve Mizuguchi, Y. (2019). Anion height dependence of critical current densities for  $\text{FeTe}_{1-x}\text{Se}_x$  bulk single crystals. *Journal of Physics: Conference Series*, 1590, 012013.
- İnternet: Vikipedi. Süperiletkenlik tarihi, URL:  
[https://tr.wikipedia.org/wiki/S%C3%BCperiletkenlik\\_tarihi](https://tr.wikipedia.org/wiki/S%C3%BCperiletkenlik_tarihi), Son Erişim Tarihi:  
 1.05.2022
- İnternet: Japan Agency For Marine-Earth Science and Technology, URL:  
<http://www.jamstec.go.jp/esc/index.en.html>, Son Erişim Tarihi: 25.02.2022.
- London, H. ve London, F. (1935). The Electromagnetic Equations of the Supraconductor. *Proceedings of the Royal Society A*, 149, 71-88.
- Ginzburg V. L. ve Landau L. D. (1950). On the Theory of Superconductivity. *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, 20, 1064.
- Josephson, B. D. (1962). Possible new effects in superconductive tunnelling. *Physics Letters*, 1, 251.
- Bardeen, J., Cooper, L. ve Schrieffer, J. R. (1957). Theory of Superconductivity. *Phys. Rev.*, 108, 1175.
- Buckel, W. ve Kleiner, R. (2004). Superconductivity; Fundamentals and Applications, *WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA*, Weinheim, 464.
- Mourachkine, A. (2004). Room-Temperature Superconductivity. *Cambridge International Science Publishing, 7 Meadow Walk, Great Abington, Cambridge CB1 6AZ, UK*, 327.
- Fossheim, K. ve Sudbø, A. (2004). Superconductivity; Physics and Applications. *John Wiley & Sons Ltd. The Atrium, Southern Gate, Chichester, West Sussex, PO19 8SQ, England*, 430.
- Beasley, M. R. (2009). Notes on the Ginzburg-Landau Theory. ICMR Summer school on novel superconductors, *University of California, Santa Barbara*.
- Poole, C. P., Farach, H. A., Creswick, R. J. ve Prozorov, R. (1995). Superconductivity. *Academic Press is an imprint of Elsevier, 84 Theobald's Road, London WC1X 8RR, UK*, 671.
- Roberts, B. W. (1964). Superconducting Materials and Some of Their Properties. *IV Progress in Cryogenics. 160–231 und National Bureau of Standards, Technical Note 482*.

- Clogston, A.M. ve Jaccarino, V. (1961). Susceptibilities and Negative Knight Shifts of Intermetallic Compounds. *Phys. Rev.*, 121(5), 1357.
- Soukoulis, C. M., Papaconstantopoulos, D. A. (1982). Effects of disorder on properties of A15 materials. *Phys. Rev. B*, 26(7), 3673.
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. ve Akimitsu J. (2001). Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410, 63.
- Ford, P. J. ve Saunders, G. A. (2005). The Rise of Superconductivity. *CRC PRESS, Boca Raton London New York Washington, D.C.*, 224.
- Tranquada, J. M., Moudden, A. H., Goldman, A. I., Zolliker, P., Cox, D. E., Shirane, G., Sinha, S. K., Vaknin, D., Johnston, D. C., Alvarez, M. S., Jacobson, A. J., Lewandowski, J. T. ve Newsam J. M. (1988). Antiferromagnetism in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>6+x</sub>. *Physical Review B*, 38(4), 2477-2485.
- Hazen, R. M., Prewitt, C. T., Angel, R. J., Ross, N. L., Finger, L. W., Hadidiacos, C. G., Veblen, D. R., Henaey, P. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Gao, L., Bechtold, J. ve Chu C. W. (1988). Superconductivity in the high-*T<sub>c</sub>* Bi–Ca–Sr–Cu–O system: Phase identification. *Phys Rev Lett.*, 60(12), 1174-1177.
- Tarascon, J. M., McKinnon, W. R., Barboux, P., Hwang, D. M., Bagley, B. G., Greene, L. H., Hull, G. W., LePage, Y., Stoffel, N. ve Giroud, M. (1988). Preparation structure and properties of the superconducting compound series Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>y</sub> with *n*-1, 2 and 3. *Phys Rev B*, 38(13), 8885–8892.
- Parkin, S. S. P., Lee, V. Y., Nazzari, A. I., Savoy, R., Beyers, R. Ve LaPlaca, S. J. (1988). Tl<sub>1</sub>Ca<sub>n-1</sub>Ba<sub>2</sub>Cu<sub>n</sub>O<sub>2n-3</sub> (*n*=1,2,3): A new class of crystal structures exhibiting volume superconductivity at up to 110 K. *Phys Rev Lett.*, 61(6), 750-753.
- Putillín, S. N., Antipov, E. V. ve Marezio. M. (1993). Superconductivity above 120 K in HgBa<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>6</sub>. *Physica C.*, 212(3), 266-270.
- Wagner, J. L. *et al.* (1993). Structure and superconductivity of HgBa<sub>2</sub>CuO<sub>4+δ</sub>. *Physica C* 210(3), 447-454.
- Felner, I., Asaf, U., Levi, Y. ve Millo, O. (1997). Coexistence of magnetism and superconductivity in R<sub>1.4</sub> Ce<sub>0.6</sub> RuSr<sub>2</sub> Cu<sub>2</sub> O<sub>10-δ</sub> (R=Eu and Gd). *Phys. Rev. B*, 55(6), R3374.
- Felner, I. ve Asaf, U. (1998). Magnetism and Superconductivity in Eu<sub>1.4</sub>Ce<sub>0.6</sub>RuSr<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>10-δ</sub> Compounds. *Int. J. Mod. Phys. B*, 12(45), 3220.
- Bernhard, C., Tallon, J. L., Niedermayer, Ch., Blasius, Th., Golnik, A., Brücher, E., Kremer, R. K., Noakes, D. R., Stronack, C. E. ve Asnaldo, E. J. (1999). Coexistence of ferromagnetism and superconductivity in the hybrid ruthenate-cuprate compound RuSr<sub>2</sub>GdCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub> studied by muon spin rotation and dc magnetization. *Phys. Rev. B*, 59(21), 14099.

- Tallon, J. L., Bernhard, C., Bowden, M. E., Soto, T. M., Walker, B., Gilberd, P. W., Preseland, M. R., Atfield, J. P., McLaughlin, A. C. ve Fitch, A. N. (1999). Coexisting Ferromagnetism and Superconductivity in Hybrid Rutheno-Cuprate Superconductors. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 9(2), 1696-1699
- Pingle, D. J., Tallon, J. L., Walker, B. G. ve Tordhal, H. J. (1999). Oxygen isotope effects on the critical and Curie temperatures and Raman modes in the ferromagnetic superconductor RuSr<sub>2</sub>GdCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. *Phys. Rev. B*, 59(18), R11679.
- Talantsev, E. F. (2020). In-plane *p*-wave coherence length in iron-based superconductors. *Results in Physics*, 18, 103339.
- He, Z., Huang, R., Zhou, K., Liu, Y., Guo, S., Song, Y., Guo, Z., Hu, S., He, L., Huang, Q., Li, L., Zhang, J., Wang, S., Guo, J., Xing, X. ve Chen, J. (2021). Superconductivity in Co-Layered LaCoSi. *Inorg. Chem.*, 60(1), 9.
- Chowdhury, U. K. ve Islam, R. (2018). The Properties, Advantage, Disadvantage and Applications of Iron-Based Superconductors: A Review Work. *International Journal of Advanced Research in Physical Science (IJARPS)*, 5(9), 2349-7882.
- Johnson P. D., Xu, G. ve Yin, W.-G. (2015). *Iron-Based Superconductors*. Springer International Publishing Switzerland, 436.
1. Hu, Z., Si, J., Zhu, X. ve Wen, H. H. (2020). Superconductivity in Sm-doped 1,3,5-triphenylbenzene. *Phys. Rev. B*, 101(21), 214506.
- Mydeen, K., Jesche, A., Meier-Kirchner, K., Schwarz, U., Geibel, C., Rosner, H. ve Nicklas, M. (2020). Electron Doping of the Iron-Arsenide Superconductor CeFeAsO Controlled by Hydrostatic Pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 125(20), 207001.
- Gkogkosi, E. (2019). *Ab initio* study on structural and electronic properties of ReOFeAs (Re: La, Sm, Nd, Ce, Gd) under hydrostatic pressure. *J. Phys. Commun.*, 3, 015013.
- Ren, Z. A., Yang, J., Lu, W., Yi, W., Che, G.-C., Dong, X.-L., Sun, L.-L., Zhao, Z.-X. (2008). Superconductivity at 52 K in iron based F doped layered quaternary compound Pr[O<sub>1-x</sub>F<sub>x</sub>]FeAs. *Mater. Res. Innov.*, 12(3), 1.
- Dong, C., Zhu, Y., Liu, S., Zhang, X., Cheng, Z., Huang, H., Yao, C., Wang, D. and Ma, Y. (2020). Thermal conductivity of composite multi-filamentary iron-based superconducting tapes. *Supercond. Sci. Technol.* 33(7), 075010.
- Lingannan, G., Ganesan, K., Mariappan, S., Sankar, R., Uwatoko, Y., Arumugam, S. (2021). Internal and External Pressure Effects on Superconductivity in FeTe<sub>x</sub>Se<sub>1-x</sub> (x = 0.46, 0.54) Single Crystals. *J Supercond Nov Magn.*, 34(1), 725–731.
- Vlasenko, V., Pervakov, K., Gavrilkin, S. (2020). Vortex pinning and magnetic phase diagram of EuRbFe<sub>4</sub>As<sub>4</sub> iron-based superconductor. *Supercond. Sci. Technol.*, 33, 084009.

- Sang, L. N., Li, Z., Yang, G. S., Yue, Z. J., Liu, J. X., Cai, C. B., Wu, T., Dou, S. X., Ma, Y., W., Wang, X. L. (2021). Pressure effects on iron-based superconductor families: Superconductivity, flux pinning and vortex Dynamics. *Materials Today Physics*, 19,100414.
- Hosono, H., Yamamoto, A., Hiramatsu, H., Ma, Y. (2018). Recent advances in iron-based superconductors toward applications, *Materials Today*, 21(3), 278-302.
- Biswal, G., Mohanta, K. L. (2021). A recent review on iron-based superconductor. *Materials Today: Proceedings*, 35, 2.
- Kreisel, A., Hirschfeld, P. J., Andersen, B. M. (2020). On the Remarkable Superconductivity of FeSe and Its Close Cousins. *Symmetry*, 12(9),1402.
- Yao, C. and Ma, Y. (2019). Recent breakthrough development in iron-based superconducting wires for practical applications. *Supercond. Sci. Technol.*, 32, 023002.
- Rasaki, S. A., Thomas, T., Yang, M. (2020). Iron based chalcogenide and pnictide superconductors: From discovery to chemical ways forward. *Progress in Solid State Chemistry*, 59, 100282.
- Johnson P. D., Xu, G., Yin, W. G. (2015). Iron-Based Superconductors. *Springer International Publishing*, Switzerland, 436.
- Pęsko, E., Lynnyk, A., Zalewska, A., Kuś, S., Puźniak, R., Krztoń-Maziopa, A. (2022). Electrochemical intercalation of alkali metal – Lewis bases adducts into layered structure of iron chalcogenides. *Journal of Solid State Chemistry*, 310, 123024.
- Baranov, N. V., Selezneva, N. V., Kazantsev, V. A. (2018). Magnetism and Superconductivity of Transition Metal Chalcogenides. *Phys. Metals Metallogr.*, 119(3), 1301–1304.
- Fernandes, R. M., Coldea, A. I., Ding, H., Fisher, I. R., Hirschfeld, P. J., Kotliar, G. (2022). Iron pnictides and chalcogenides: a new paradigm for superconductivity. *Nature*, 601(5), 35–44.
- Masi, A., Armenio, A. A., Celentano, G., Barbera, A., Rufoloni, A., Silva, E., Vannozzi, A., Varsano, F. (2021). The role of chemical composition in the synthesis of Ca/K-1144 iron based superconductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 869, 159202.
- Merz, M., Wang, L., Wolf, T., Nagel, P., Meingast, C. and Schuppler, S. (2021). Rotational symmetry breaking at the incommensurate charge-density-wave transition in Ba(Ni,Co)<sub>2</sub>(As,P)<sub>2</sub>: Possible nematic phase induced by charge/orbital fluctuations. *Phys. Rev. B*, 104(18), 184509,
- Galluzzi, A., Buchkov, K., Nazarova, E., Tomov, V., Grimaldi, G., Leo, A., Pace, S. and Polichetti, M. (2019). Pinning energy and anisotropy properties of a Fe(Se, Te) iron based superconductor. *Nanotechnology*, 30(25), 254001.
- Singh, S. J., Diduszko, R., Iwanowski, P. *et al.* Effect of Pb addition on microstructure, transport properties, and the critical current density in a polycrystalline FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>. (2022). *Appl. Phys. A*, 128, 476.



- Singh, S. J., Sturza, M. I. (2022). Bulk and Single Crystal Growth Progress of Iron-Based Superconductors (FBS): 1111 and 1144. *Crystals*, 12(1),20.
- Böhm, T., Kretzschmar, F., Baum, A., Rehm, M., Jost, D., Ahangharnejhad, R. H., Thomale, R., Platt, C., Maier, T. A., Hanke, W., Moritz, B., Devereaux, T. P., Scalapino, D. J., Maiti, S., Hirschfeld, P. J. Adelman, P., Wolf, T., Wen, H. H. and Hackl, R. (2018). Microscopic origin of Cooper pairing in the iron-based superconductor  $\text{Ba}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ . *npj Quant Mater*, 3(13), 48.
- Kreisel, A., Hirschfeld P. J., Andersen, B. M. (2020). On the Remarkable Superconductivity of FeSe and Its Close Cousins. *Symmetry*, 12(9),1402.
- Jacob, K. T., Raj, S., Rannesh, L. (2007). Vegard's law: a fundamental relation or an approximation? *Int J Mater Res/Zeitschrift für Metallkunde*, 98(9), 776–779.
- Yi, X., Li, M., Xing, X., Meng, Y., Zhao, C. and Shi, Z. (2020). Single crystal growth and effects of Ni doping on the novel 12442-type iron-based superconductor  $\text{RbCa}_2\text{Fe}_4\text{As}_4\text{F}_2$ . *New J. Phys.* 22, 073007.
- Yakinci, K., Turkoglu, F., Koseoglu, H. et al. (2022). Influences of Pb Substitution on Microstructure, Electrical Transport, and Mechanical Properties of Single-Crystal  $\text{FeTe}_{0.5}\text{Se}_{0.5}$  Superconductors. *J Supercond Nov Magn*, 3, 104.
- Ozabaci, M., Yakinci, K. and Yakinci, M. E. (2019). Enhancement of Magnetic and Transport Properties of Superconducting  $\text{Fe}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  Single Crystals. *JOM*, 71(4), 3285–3292.
- Galluzzi, A., Buchkov, K., Tomov, V., Nazarova, E., Leo, A., Grimaldi, G., Nigro, A., Pace, S. And Polichetti, M. (2019). Second Magnetization Peak Effect in a Fe(Se,Te) iron based superconductor. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 1226, 012012.
- Lei, L., Zhang, Z., Wang, X., Zhao, G., Jia, J., Duan, Z., Li, Y., Jin, L., Li, C., Zhang, P. (2019). Enhanced flux-pinning performance of YBCO films derived from a fluorine-free sol-gel process with ceria addition. *Ceramics International*, 45(2), 2657-2661.
- Jia-Ming, Z. and Zhi-He, W. (2022). Anisotropic Superconducting Properties of  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  Single Crystals. *Chinese Physics B*.
- Tranquada, J. M., Xu, G. and Zaliznyak, I. A. (2020). Magnetism and superconductivity in  $\text{Fe}_{1+y}\text{Te}_{1-x}\text{S}_x$ . *J. Phys.: Condens. Matter* 32(37), 374003.
- Farisoğulları, D., Babij, M., Karadağ, F., Ekicibil, A. and Takano, Y. (2020). The effect of the sintering process on Ag-added  $\text{FeSe}_{0.94}$  superconducting wire, *Supercond. Sci. Technol.*, 33(9), 095006.
- Shi, A., Arai, T., Kitagawa, S., Yamanaka, T., Ishida, K., Böhmer, A.E., Meingast, C., Wolf, T., Hirata, M. and Sasaki, T. (2018). High-Field Superconductivity on Iron Chalcogenide FeSe. *J. Phys. Soc. Jpn.*, 87(6), 013704.
- Dew-Hughes, D. (1974). Flux pinning mechanisms in type II superconductors. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics Series*, 8(30), 293–305.

- Sang, L., Shabbir, B., Maheshwari, P., Qiu, W., Ma, Z., Dou, S., Cai, C., Awana, V. P. S. and Wang, X. (2018). Hydrostatic pressure-induced huge enhancement of critical current density and flux pinning in  $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  single crystals. *Supercond. Sci. Technol.* 31(2), 025009.
- Farisoğulları, D., Güler, N. K., Yakıncı, K. *et al.* (2018). The cooling rate effect on structure and flux pinning force of FeTeSe single crystal deposited by self-flux method. *J Mater Sci: Mater Electron* 29(6), 6477–6483.
- Pimentel, J. L., Jurelo, A. R., Foerster, C. E., Júnior, P. R., Costa, R. M. (2010). Mechanical properties of  $\text{FeSe}_x$  superconductor. *Physica C: Superconductivity and its Applications*, 470(1), S411-S412.
- Júnior, J. L. P., Pureur, P., Lopes, C. S., Serbena, F. C., Foerster, C. E., Aparecida da Silva, S., Jurelo, A. R., Chinelatto, A. L. (2012). Mechanical properties of highly oriented  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  superconductor. *Journal of Applied Physics* 111, 033908.
- Chandra, S., Islam, A. K. M. A. (2010). Elastic properties of mono- and polycrystalline PbO-type  $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$  ( $x = 0-1.0$ ): a first-principles study. *Physica C Superconductivity* 470(22), 2072-2075.
- Malaeb, W., Kazah, I., Awad, R., Fujioka, M. (2017). Mechanical properties of the iron-based superconductor  $\text{SmFeAsO}_{1-x}\text{Fx}$ . *IOP Conf. Series: J. Phys. Conf. Series*. 869, 012042.
- Habanjar, K. Hassan, F. and Awad, R. (2019). Effect of  $\text{BaFe}_2\text{O}_{19}$  Nanoparticles Addition on (Bi,Pb)-2223 Superconducting Phase. *Modern Applied Science*, 13, 4.
- Galluzzi, A., Buchkov, K., Nazarova, E., Leo, A., Grimaldi, G., Pace, S. and Polichetti, M. (2020). Silver doping effects on irreversibility field and pinning energy of a FeSe iron based superconductor. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 1548, 012024.
- Koblischka, M. R., Slimani, Y., Koblischka-Veneva, A., Karwoth, T., Zeng, X., Hannachi, E., Murakami, M. (2020). Excess Conductivity Analysis of Polycrystalline FeSe Samples with the Addition of Ag. *Materials*, 13(21), 5018.
- Galluzzi, A., Buchkov, K., Nazarova, E., Tomov, V., Grimaldi, G., Leo, A., Pace, S., Polichetti, M. (2019). Transport properties and high upper critical field of a Fe(Se,Te) iron based superconductor. *Eur. Phys. J. Spec. Top.*, 228(9), 725–731.



**TEKNOVERSİTE**



teknoversite **AYRICALIĞINDASINIZ**

**İSTE**

