



# Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi

Araştırma Makalesi

## Bi-2223 Süperiletken Seramiklerde Peletizasyon Basıncının Yapısal, Elektriksel ve Mekanik Özellikler Üzerine Etkisi

Emre KARA<sup>a</sup>, Muhsin Uğur DOĞAN<sup>a</sup>, Şenol KAYA<sup>c</sup>, Rifki TERZİOĞLU<sup>a, \*</sup>, Gürcan Yıldırım<sup>d</sup>, Cabir TERZİOĞLU<sup>e</sup>

<sup>a</sup> Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, TÜRKİYE

<sup>b</sup> Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Mehmet Tanrıkulu Sağlık Hizmetleri MYO Enstitüsü, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, TÜRKİYE

<sup>c</sup> Makine Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, TÜRKİYE

<sup>d</sup> Fizik Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Bolu, TÜRKİYE

\* Sorumlu yazarın e-posta adresi: rifkiterzioglu@ibu.edu.tr

### ÖZ

Bu çalışmada Bi-2223 tozlar farklı peletizasyon basınç değerleri ile külçe formuna getirilmiş ardından külçeler 840°C'de 36 saat tavlansmıştır. Basıncın Bi-2223 külçelerin yapısal, mekanik ve elektriksel özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Yapısal analizlerin değerlendirilmesi için X-ışını Kırınımı (XRD) spektroskopisi ölçümleri kullanılmıştır. Mekanik analizler için oda sıcaklığında Vickers Mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Elektriksel analizlerde ise dört kontak I-V ölçümleri kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, Bi-2223 kristal faz yoğunluğunun, sertlik değerinin ve elektrik taşıma kapasitesinin basınca ciddi bir şekilde bağlı olduğu görülmüştür. Bu bağlamda, basıncın artması ile sertlik değerlerinin kristal yapıdaki faz geçişlerine ve yüzey artık basınç gerilim bölgelerinin artışına bağlı olarak yükseldiği tespit edilmiştir. Ayrıca, hesaplanan elastisite modülü ve akma dayanımı gibi genel mekanik performans değerlerinin basınca bağlı olarak arttığı gözlemlenmiştir. Bu bulgu kristal yapıda hali hazırda var olan kovalent ve özellikle iyonik bağ kuvvetlerinin artmasının sonucu olabilir. Bununla birlikte, numunelerin plato limit bölgelerinde yükten bağımsız mikrosertlik değerleri Meyer yasası, Orantılı Numune Direnç (OND) ve Indentation Induced Cracking (IIC) yöntemleri ile analiz edilmiştir. Analiz sonucunda IIC modelin gerçek mikrosertlik değerlerini incelemeye daha başarılı olduğu bulunmuştur. Kritik akımın uygulanan basıncın artması ile düştüğü gözlemlenmiştir. Örneklerin yoğunlukları Arşimet yasası kullanılarak ölçülmüştür. Teknolojik kullanım alanına bağlı olarak külçe Bi-2223 örneklerin üretiminde uygulanması gereken optimum basınç değeri detaylarıyla tartışılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Bi-2223, Vickers Mikrosertlik, Basınç etkisi

## The Effect of Pelletization Pressure on Structural, Electrical, and Mechanical Properties of Bi-2223 Superconducting Ceramics

### ABSTRACT

In this present work, Bi-2223 powders were used to fabricate the bulk form via various pelletization pressures and then bulks were annealed at 840 °C for 36 hours. The effects of pressure on the structural, mechanical and electrical characteristics of Bi-2223 bulks were investigated. X-ray Diffraction (XRD) spectroscopy measurements were used to evaluate the structural analysis. Vickers Microhardness measurements were performed at room temperature for mechanical analysis. Four contact I-V measurements were used in evolution

of electrical analysis. Considering to the obtained results, it was observed that the relative ratio of the Bi-2223 crystalline phase, the hardness value and the electrical carrying capacity were strictly dependent on the pressure. In this context, it has been determined that with the increase of pressure, the hardness values increase depending on the phase transitions in the crystal structure and the rise in the surface residual pressure stress regions. In addition, it has been observed that the overall mechanical performances such as the calculated modulus of elasticity and yield strength increase with the pressure. This finding may be the result of improved covalent and especially ionic bond strengths already present in the crystal structure. Also, load-independent microhardness values at plato regime of the samples were analyzed through the Meyer's law, Proportional Sample Resistance (PSR), and Indentation Induced Cracking (IIC) model. The ICC was found to be more effective in determination of the real microhardness values. The decline on the critical current was also observed with increasing the pressure. Densities of the samples were calculated through the Archimedes' law. The optimum pressure value to be applied in the fabrication of bulk Bi-2223 samples, depending on the technological usage field, is discussed in detail.

*Keywords: Bi-2223, Vickers Microhardness, Pressure effect*

## **I. GİRİŞ**

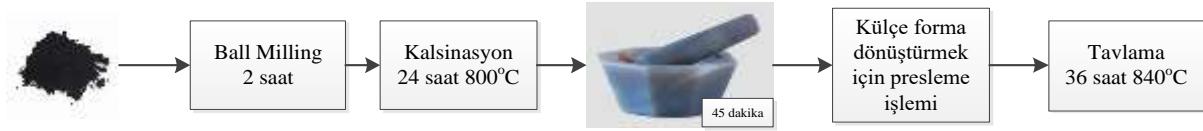
Süperiletkenler doğru akıma sıfır direnç gösterme ve belirli şartlarda üzerlerine uygulanan manyetik alana mükemmel diyamanyetik özellik sergilemeleri gibi geleneksel malzemelerde bulunmayan eşsiz özelliklere sahiptirler [1]. Ancak belirli bir sıcaklık altına soğutulma gereksinimleri, taşıyabildikleri akım ve dışlayabildikleri manyetik alanların sınırlı olması uygulamalarda geleneksel ekipmanların yerini almakta güçlük yaşamalarına sebep olmuştur. Süperiletkenlerin bilimde [2], [3], güç sistemlerinde [4], [5], ve medikal alanlarda [6], [7] daha fazla uygulama alanı bulmaları seramik bazlı Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerin (YSS) keşfi ile gerçekleşmiştir [8]. YSS'lerin kullanımının daha da artması ve geleneksel iletkenlerin yerini alabilmesi için bilim insanları YSS'lerin kritik sıcaklıklarını ( $T_c$ ) ve kritik akım yoğunluklarını ( $J_c$ ) geliştirmek adına birçok çalışma yapmışlardır [9]–[11]. Basınç ve katkılama işlemleri YSS'lerin  $T_c$  ve  $J_c$  değerlerini yükseltmek için kullanılan en yaygın ve etkili yöntemlerdir.

Sen ve arkadaşları, Bi-2212 ve Bi-2223 örneklerine farklı peletizasyon basınçları uygulanmış ve en iyi süperiletkenlik özellikleri Bi-2212 fazı için 600 MPa, Bi-2223 fazı için ise 400 MPa basınç ile üretilen örneklerde gözlemlemiştir [12]. Tepe ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, Bi-2223 seramiklerine son presleme aşamasında 100-500 MPa değerleri arasında basınç uygulanarak seramiklerin yapısal ve elektriksel özellikleri incelenmiş olup 400 MPa basınç altında üretilen örneklerde akım taşıma kapasitelerinin geliştiği gözlemlenmiştir [13]. Kocabaş ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, normal ve Ag katkılı Bi-2223 seramiklerin süperiletkenlik özellikleri 150, 300, 450, 600 ve 750 MPa basınç değerleri uygulanarak hazırlanan örnekler için incelenmiş olup en iyi süperiletkenlik özelliklerin 450 MPa basınç değeri ile üretilen örneklerde olduğu gösterilmiştir [14]. Marconi ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, Ba katkılı Bi-2223 seramiklerin yapısında farklı sıcaklıklardaki sinterleme öncesi presleme için 196 ve 392 MPa basınç değerlerini uygulayarak örneklerin süperiletkenlik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Yapılan çalışmada daha yüksek basınç ve daha yüksek sinterleme sıcaklığı ile Bi-2223 yüksek sıcaklık faz yoğunluğunun arttığı görülmektedir [15]. Habanjar ve arkadaşları, Bi-2223 seramikleri kalsinasyon işlemi öncesi 300-1900 MPa basınç değerleri arasında peletizasyon işlemine tabii tuttular ve en iyi numunenin 1400 MPa üretildiğini belirttiler [16]. Abdulridha ve arkadaşları, Tungsten katkılı Bi-2223 seramiklerin 200-1000 MPa basınç değerleri arasında pelet haline getirmişler ve en iyi özelliklere sahip numunenin 400 MPa'da üretilen numune olduğunu göstermişlerdir [17].

Bu çalışmanın amacı farklı peletizasyon basınç değerleri ile üretilen külçe Pb katkılı Bi-2223 seramiklerin yapısal, mekanik ve elektriksel özelliklerini karşılaştırarak numune üretiminde optimum basınç değerini tespit etmektir.

## II. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada örneklerin hazırlanması için %99.9 yüksek saflıkta ticari Kurşun katkılı Bizmut Kalsiyum Stronsiyum Bakır Oksit (BPSCCO) (ALFA AESAR) tozları kullanıldı.  $Bi_{1.8}Pb_{0.4}Ca_{2.2}Sr_2Cu_3O_x$  (Bi-2223 fazlı) nominal bileşimine sahip polikristal numuneler, standart katı hal reaksiyon yöntemleri ile hazırlandı. Öncelikle yüksek saflıktaki toz 20 farklı boyutta seramik bilye ile cam bir kaba konuldu, 2 saat boyunca bilyeli öğütme (ball milling) yapılarak karıştırıldı ve öğütüldü. Öğütme işleminden sonra homojen toz  $800^{\circ}C$ 'de 24 saat kalsinasyon işlemine tabi tutuldu. Kalsine edilen toz bir akik havanda 45 dakika boyunca iyice öğütüldükten sonra numunelerin sıkıştırılması için 25mm x 4mm boyutunda kalıp kullanıldı. Kalıptaki tozlar oda sıcaklığında 25 ton kapasiteli SPECAC (Model GS25011) hidrolik baskı kullanılarak farklı sıkıştırma basınçlarında (2.5, 5, 10 Ton, 3 dakika boyunca) dikdörtgen külçe seramikler haline getirildi. Son olarak preslenen numuneler, faz oluşumu için PROTHERM (Model PTF 12/75/200) programlanabilir kül fırını kullanılarak  $840^{\circ}C$  sıcaklıkta 36 saat  $5^{\circ}C/dk$  ısıtma hızında ve  $5^{\circ}C/dk$  soğutma hızında tavlandı. Örneklerin hazırlanış prosedürleri Şekil 1'de gösterilmiştir. Buradan sonra 2.5 ton ile preslenen numune *P1*, 5.0 ton ile preslenen numune *P2* ve 10 ton ile preslenen numune *P3* olarak adlandırılmıştır. Numunelere uygulanan basıncın temas ettiği yüzey  $1\text{ cm}^2$ 'dir. Bu sebeple 2.5, 5.0 ve 10 ton sırasıyla 245, 490 ve 980 MPa'a karşılık gelmektedir.



Şekil 1. Numune hazırlanış prosedürü.

Tavlama işlemi ardından oluşan süperiletken ve safsızlık fazlarını saptamak için X-ışını kırınım desenini (XRD) elde etmek gerekir. Bu amaçla XRD ölçümleri Fizik bölümünde yer alan Rigaku difraktometresinde  $CuK\alpha$  X-ışınlarından yararlanılarak  $5^{\circ} \leq 2\theta \leq 65^{\circ}$  aralığında gerçekleştirildi. Bu çalışmada örneklerin mekanik özelliklerinin tespitinde statik Vickers Mikro-Sertlik yöntemi kullanılmıştır. Ölçümler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Kuvvetler 0.245-2.94 N aralığında 10 saniye süre ile uygulanmıştır. Ölçümlerin doğruluğu için her kuvvet değerindeki ölçüm 3 defa tekrarlanmıştır. Vickers sertliği aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır [18]:

$$H_v = 1.8544 * F / d^2 \quad (1)$$

Burada  $H_v$ , MPa cinsinden Vickers sertliği,  $F$  (veya  $P$ ), Newton cinsinden uygulanan kuvvet ve  $d$ ,  $\mu m$  cinsinden numune üzerine bırakılan izin değeridir.  $d$  değeri numune üzerine bırakılan izin iki farklı yerinden ölçülüp ortalaması hesaplanarak alınmıştır. Elastisite modülü ( $E$ ) ve akma dayanımı ( $Y$ ) aşağıdaki denklemler ile hesaplanmıştır [19], [20]:

$$E = 81.9635 H_v \quad (2)$$

$$Y = H_v \quad (3)$$

Sertlik değerlerinin analizi ve modellenmesinde Meyer yasası, Orantılı Numune Direnç (OND) ve Indentation Induced Cracking (IIC) modelleri kullanılmıştır.



kullanılarak,  $c$  değeri ise Bi-2223 fazının diğer bir karakteristik piki olan H(117) kullanılarak hesaplanmıştır. Hesaplanan  $a$  ve  $c$  örgü parametrelerin numerik değerleri Tablo 1’de listelenmiştir. BPSCCO formundaki süperiletken seramiklerde akımın  $c$ -parametresi üzerinden taşındığı göz önüne alındığında,  $c$ -parametresindeki değişimler önem arz etmektedir. ICDD analiz programından elde edilen referans numuneye ait  $c$ -parametresi 37.202 Å olarak belirlenmiştir. Düşük peletizasyon basıncında üretilen P1 örneğinin  $c$ -parametresinin ideal değere en yakın olduğu gözükmektedir. Basınç artışıyla beraber P2 ve P3 örneklerindeki  $c$ -parametresinde P1 örneğine kıyasla azalma gözükmektedir. Bu azalmanın nedeni yüksek basınçla beraber örgü parametrelerine etki eden sıkıştırma kuvveti olabilir. Hesaplanan  $c$ -parametrelerinin literatürle uyumlu olduğu ayrıca gözlemlenmiştir [24], [25]. XRD analizlerinden elde edilen veriler gözetildiğinde P1 örneği düşük miktarda istenmeyen Bi-2212 fazı oluşması ve ideale en yakın  $c$ -parametresine sahip olmasıyla önce çıkarken, pik şiddetlerinin yüksekliği nedeniyle P3 örneği öne çıkmaktadır.

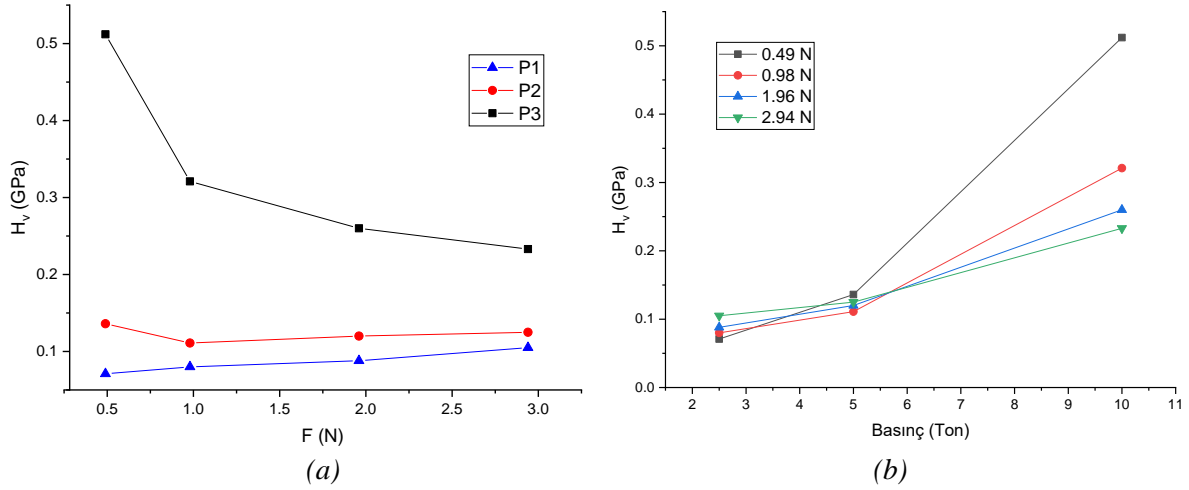
**Tablo 1.** XRD analizleri sonucunda elde edilen bazı büyüklükler.

Örnek	$2\theta$ (200) (Derece)	Tanecik Boyutu (nm)	$a$ değeri (Å)	$c$ değeri (Å)	Bi-2212 Oranı
P1	32.855	34.4	5.446	37.097	Düşük
P2	33.236	40.6	5.384	36.296	Orta
P3	32.846	36.5	5.447	36.691	Yüksek
Ref. (ICDD)	33.078	-	5.409	37.202	-

## B. MEKANİK ANALİZ

Vickers mikrosertlik ölçümleri sonucunda elde edilen verilerin Denklem (1)’de yerine konulmasıyla  $H_v$  değerleri elde edilmiş olup sonuçlar Şekil 3’te gösterilmiştir. Uygulanan yükün artması ile sertlik değeri artan örneklerin Ters Çentik Boyutu Etkisi (TÇBE), azalan örneklerin ise Çentik Boyutu Etkisi (ÇBE) davranışı gösterdiği bilinmektedir [26], [27]. P1 ve P2 örnekleri yüke karşı fazla değişiklik göstermemiştir. Ölçümlerin 3’er defa tekrarlanması sonucunda P1 ve P2 örneklerinin kısmen TÇBE davranışı gösterdikleri görülmektedir. Bi-2223’ün literatürde ÇBE davranışı gösterdiği bilinse de üretilen örneklerin yeterli preslenmediği (yumuşak olmalarından) ve TÇBE davranışı gösterdikleri görülmüştür (basınç parçacıkların birbirine daha da yaklaşmasına neden olmuştur). P3 örneği ise belirgin bir şekilde ÇBE davranışı göstermektedir. Bu davranış önceden yapılmış çalışmalar ile paralellik göstermektedir [16], [17]. Şekil 3a’da peletizasyon işleminde uygulanan basınç artışı ile sertlik değerinin arttığı açıkça görülmektedir. Bu artışın sebebi kristal yapıdaki iyonik bağ kuvvetlerinin, kayma sistemlerinin ve yüzey artık basınç gerilim bölgelerinin artmasındandır. Yine benzer olarak, basınç artışı Bi-2223 süperiletken içerisinde dayanıklı tetragonal fazı daha fazla stabilize ederken stres kaynaklı fazın aktivasyonu ise azaltmıştır. Bu bağlamda, kritik çatlak boyut büyümesi için dislokasyon hareketini ve çatlak ilerlemesini terminal hıza kadar hızlandırmak için çok daha fazla yük gereklidir. Böylece, materyal üzerine yeteri büyüklükte yük uygulandığında kırılma ağırlıklı olarak transkristal (tanecik içerisinde) bölgelerde meydana gelir ve çatlak ilerlemesi ideal peletizasyon basınç değeri ile kolayca kontrol edilir. Öte yandan, düşük/yetersiz peletizasyon basıncı yeni stres konsantrasyon bölgeleri için çatlak başlatıcı kusurlarını, kafes gerilim alanlarını ve kristal iç yapı stres konsantrasyon yükseltici bölgelerini arttırmıştır. Bu durumda, çatlak ilerlemesi ve hatta kırılmalar yoğunluklu olarak taneler arası bölgeler boyunca meydana gelmiştir.

Ayrıca Arşimet yasası yardımıyla örneklerin yoğunlukları ölçülmüştür. P1, P2 ve P3 örneklerinin yoğunlukları sırasıyla 2.806, 3.719 ve 4.018 gr/cm<sup>3</sup> ölçülmüştür. Basınç değerinin artmasıyla sıkışma miktarı artmakta bu da yoğunluğu geliştirmektedir. Dolayısıyla, sertlik değerinin basınca paralel olarak artması örneklerinin yoğunluklarının gelişimi ile ilişkili olabilir.



Şekil 3. (a)  $H_v$ - $F$  grafiği, (b)  $H_v$ -basınç grafiği.

Şekil 3b’de ayrıca sertlik-basınç grafiği verilmiştir. Bu grafikte sertlik-uygulanan yük grafiği hakkında söylenenler daha açık görülmektedir. Görüldüğü üzere düşük basınç ile preslenen örneklerin sertlik değerleri uygulanan kuvvete karşı farklılık göstermez iken yüksek basınç ile üretilen örnekte uygulanan kuvvete karşı bağımlılık daha yüksektir. Tablo 2’de Denklem 2 ve 3 ile elde edilen Elastisite modülü ve akma dayanımı sonuçları verilmiştir. Elastisite modülü ve akma dayanımı değerleri Tablo 2’de verilmiştir. Aynı kuvvet değerlerinde, basınç artışı ile iki büyüklüğünde arttığı gözlenmiştir. Elastisite modülü ( $E$ ), kuvvet uygulandığında meydana gelen şekil değişiminin, kuvvetin kaldırıldıktan sonra malzemenin eski şekline gelme özelliğini ifade eden bir değerdir. Sonuçlardan görüldüğü üzere P3 örneği diğer örneklerle göre daha elastik formdadır. Ayrıca, bu numune için her uygulama yükünde kaydedilen (maksimum) değerler, sadece dayanıklı tetragonal fazın stabilizasyonunu ve transgranüler boyunca çatlak yayılımından değil, aynı zamanda Bi-2212 süperiletken sistemdeki aktif çalışabilir kayma sistemindeki artıştan kaynaklanmaktadır. Diğer bir yandan, P1 numunesinde oluşan stres konsantrasyon bölgelerinin oluşumlarına dayalı olarak stres kaynaklı faz dönüşümünün başlaması, numuneyi uygulanan dış kuvvete en duyarlı materyal yapmaktadır. Akma dayanımı ( $Y$ ) ise malzemenin elastiklik sınırından sonra ani olarak uzamaya başladığı ve belirli bir kalıcı deformasyon sağlayan mukavemet değeridir. Bulunan diğer mekanik karakteristik değerlerine paralel olarak P3 malzemesi her uygulanan test yükünde en yüksek  $Y$  değerini sergilemektedir. Aksine, P1 örneği en düşük  $Y$  değerini sergilemiştir. Diğer bir deyişle, uygulanan peletizasyon basınç değerinin artmasıyla, stres konsantrasyonu ve yapısal problemler ciddi şekilde artar ve daha düşük test yükünde dislokasyon ve çatlak ilerlemesi ortaya çıkar.

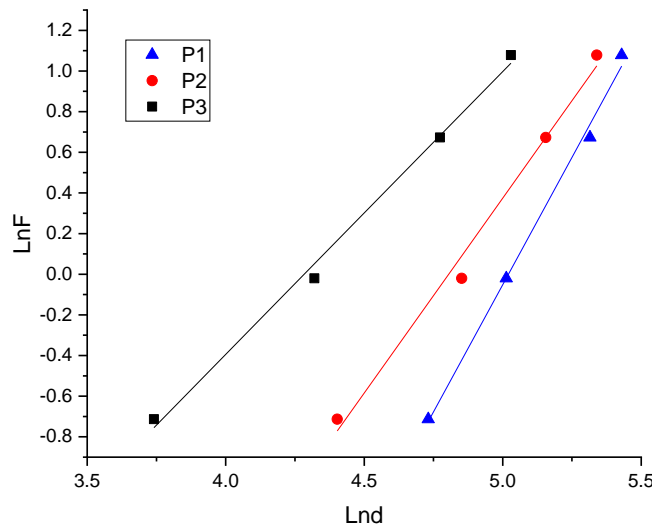
Tablo 2. Sertlik ölçümleri sonucu elde edilen büyüklükler.

Örnek	$F$ (N)	$d$ ( $\mu\text{m}$ )	$H_v$ (MPa)	$E$ (GPa)	$Y$ (MPa)
P1	0.49	113.439	71	5.8194	23.7
	0.98	150.33	80	6.5571	26.7
	1.96	203.355	88	7.2128	29.3
	2.94	227.97	105	8.6062	35
P2	0.49	81.66	136	11.147	45.3
	0.98	127.97	111	9.0979	37
	1.96	173.41	120	9.8356	40
	2.94	208.423	125	10.2454	41.7
P3	0.49	42.14	512	41.9653	170.7
	0.98	75.22	321	26.3103	107
	1.96	118.35	260	21.3105	86.67
	2.94	152.88	233	19.0975	77.7

Deneyisel olarak elde edilen sertlik değerleri kullanılarak bazı modellemeler oluşturulmakta ve örnekler hakkında yorumlar yapılabilmektedir. Bu bölümde yüke bağımlı mikrosertlik değerleri modellenerek analizleri yapılmıştır. ÇBE davranışını modellemek için kullanılan basit bir yöntem Meyer yasasıdır. Bu yasada aşağıdaki denklem kullanılır.

$$F=Kd^n \quad (4)$$

Burada  $n$  Meyer sayısı ve  $K$  sertlik sabitidir. Bu modelleme sonucunda  $n$  değeri 2'den küçük ise malzeme ÇBE davranışı, büyük ise TÇBE davranışı göstermektedir. Bu değer 2'ye eşit olduğunda ise Kicks yasası kullanılmaktadır [28]. Burada Şekil 4'te görüldüğü gibi  $\ln F$ - $\ln d$  grafikleri çizdirilmekte ve bu eğrilerde eğim  $n$ 'yi, dikey kesişim ise  $\ln K$  değerini vermektedir. Tablo 3'te elde edilen  $n$  ve  $\ln K$  değerleri verilmiş olup  $n$  değerleri incelendiğinde P3 örneğinde ÇBE, P1 ve P2 örneklerinde ise TÇBE davranışı görülmektedir.

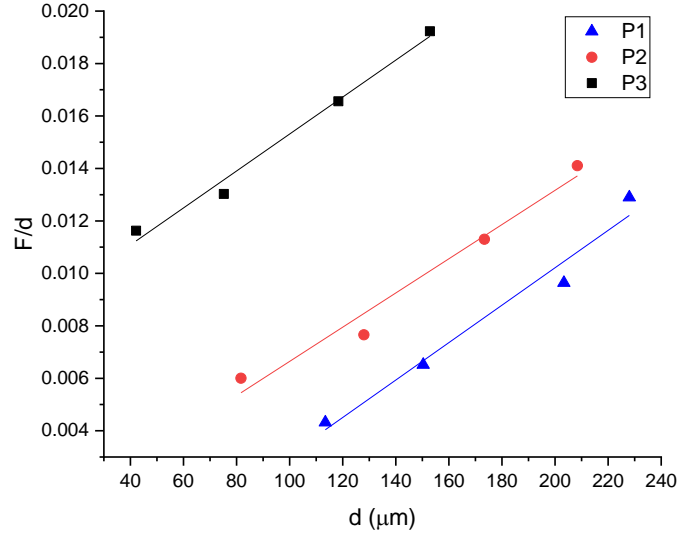


Şekil 4.  $\ln F$ - $\ln d$  grafiği.

Başka bir çalışmada Li ve Bradt [29] ÇBE davranışı gösteren malzemelerde gerçek sertlik değerini hesaplamak için OND modelini geliştirmiş ve aşağıdaki denklemi kullanmışlardır:

$$F/d=K_1+K_2d \quad (5)$$

Burada  $K_1$ ,  $K_2$  değerleri yüke bağımlı birer katsayı olup Şekil 5'te gösterilen  $F/d$ - $d$  grafiklerinden elde edilmektedirler. Hesaplanan  $K_1$ ,  $K_2$  ve  $H_{OND}$  değerleri Tablo 3'te verilmiştir.



Şekil 5.  $F/d-d$  grafiği.

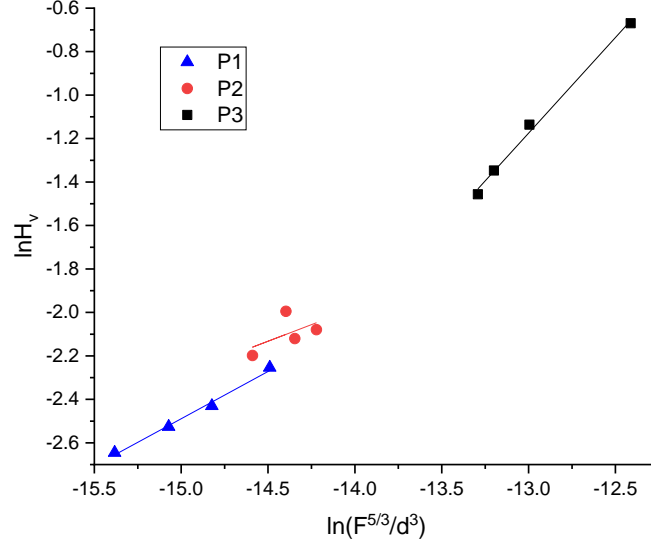
$K_1$  değerinin negatif çıkması örneğin TÇBE davranışı gösterdiğini belirtmektedir [29]. Bu sonuç, P1 ve P2 örneklerine uygulanan kuvvetin kaldırılması sonucunda örneklerin plastik deformasyon gösterdiğini ve rahatlama gerçekleştirmediklerini göstermektedir. P3 örneğinin  $K_1$  değeri ise pozitif çıkmıştır. Bu da örneğin ÇBE davranışı gösterdiğini belirtmektedir. Bu modelleme sonucunda elde edilen diğer bir değer olan  $K_2$  ise farklı basınç ile üretilen örneklerde sistematik bir davranış göstermemektedir. Ayrıca, elde edilen  $K_2$  değeri 1854.4 ile çarparak plato bölgesinde OND modeli ile elde edilen gerçek sertlik ( $H_{OND}$ ) değeri bulunur. Her bir numunenin  $H_{OND}$  değerleri Tablo 4'te listelenmiştir. Tablodan görüldüğü üzere OND modelin bulguları gerçek mikrosertlik değerlerinden uzak kalmıştır. Bu bağlamda, OND model materyallerin mekanik karakteristik özelliklerini açıklamada başarılı olsa da teorik olarak yük bağımsız mikrosertlik değerleri hesaplamada yeterli değildir.

Çalışmada kullanılan diğer bir model de IIC yaklaşımıdır [30], [31]. Bu yaklaşımda Li ve Bradt'in önerdiği modelin geliştirilerek TÇBE davranışını açıklamak hedeflenmiştir.

$$H_{app}=K_3(P^{5/3}/d^3)^m \quad (6)$$

Burada  $m$  ve  $K_3$  yüke bağımlı katsayılarıdır.  $\ln H_v - \ln(F^{5/3}/d^3)$  grafikleri Şekil 6'da verilmiş olup buradaki eğrilerin eğimi  $m$ 'yi, dikey kesişimler ise  $K_3$ 'ü vermektedir. Eğer  $m$  katsayısı 0.6'dan büyük ise ÇBE aksi durumda TÇBE davranışı görülmektedir [31].





Şekil 6.  $\ln H_v - \ln(F^{5/3}/d^3)$  grafiği

Modelleme sonucu elde edilen  $m$  değerleri Tablo 6'da gösterilmiştir. P1 ve P2 örneklerine ait  $m$  değerleri 0.6 değerinden küçük iken P3 örneğine ait  $m$  değeri 0.6 değerinden büyüktür. Bu da yukarıda da bahsedildiği üzere P1 ve P2 örneklerinin uygulanan kuvvete karşı TÇBE, P3 örneğinin ise ÇBE davranışı gösterdiğini tekrar kanıtlamıştır.

Tablo 3. Meyer, OND ve IIC modelleri sonucunda elde edilen büyüklükler.

Örnek	Meyer Kanunu			OND Modeli			IIC Modeli		
	$n$	$\ln K$ (GPa)	LRC	$K_1$ (N/ $\mu$ m)	$K_2$ (MPa)	LRC	$m$	$K_3$	LRC
P1	2.505	-12.577	0.994	-0.0041	0.071	0.971	0.4351	7.2140	0.993
P2	1.917	-9.211	0.990	-0.00012	0.065	0.972	0.3055	0.2395	0.999
P3	1.392	-5.96	0.995	0.0083	0.070	0.986	0.8795	28253	0.999

Ayrıyeten, Şekil 6'daki grafikler kullanarak üretilen tüm numunelerin  $k$  değerleri bulunmuştur. Altıncı eşitlikten gereken hesaplar yapılarak plato bölgesinde IIC modeli ile gerçek sertlik ( $H_{OND}$ ) değeri hesaplanmıştır. Tablo 4'te elde edilen  $H_{IIC}$  değerleri verilmiştir. Tablodan açıkça görüldüğü üzere ICC modelin bulguları gerçek mikrosertlik değerlerine yakındır. Bu bağlamda, ICC model çalışma kapsamında üretilen numunelerin hem mekanik karakteristik (ÇBE ve TÇBE davranışı) özelliklerini açıklamada hem de yükten bağımsız bölgede gerçek mikrosertlik değerleri incelemede başarılı bulunmuştur.

Tablo 4.  $H_{OND}$  ve  $H_{IIC}$  parametreleri ile plato limit bölgelerinin yakınında yükten bağımsız mikrosertlik parametrelerinin karşılaştırılması.

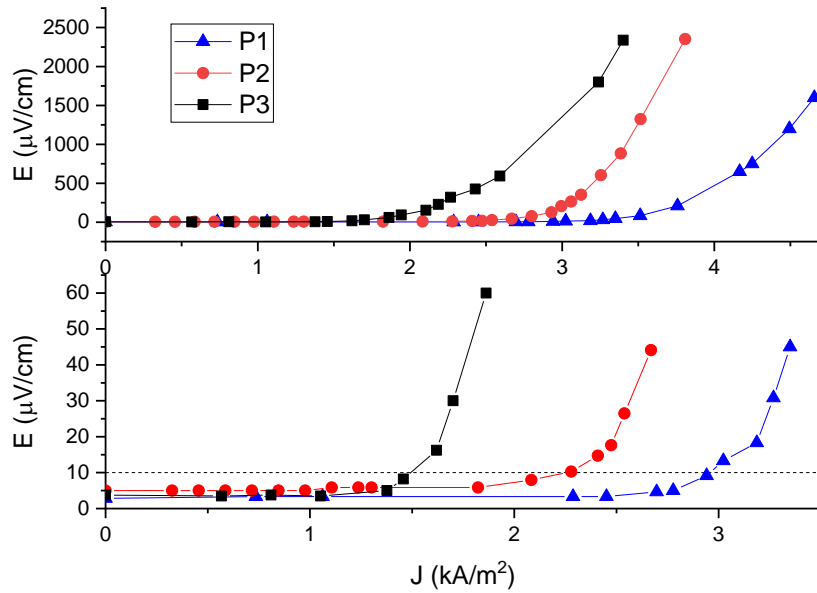
Örnek	$H_{OND}$ (MPa)	$H_{IIC}$ (MPa)	$H_v$ (MPa)
P1	132	85	88-105
P2	121	122	120-125
P3	129	331	233-226

### C. ELEKTRİKSEL ANALİZ

Kritik akım, bir süperiletkenin kayıpsız olarak taşıyabildiği diğer bir deyişle süperiletken durumunu koruyabildiği maksimum doğru akım değeridir. Üretilen örneklerin elektriksel özelliklerini incelemek

amacıyla 4 kontak kritik akım ölçümleri yapılmıştır. Ölçülen akım ve gerilim değerleri kullanılarak örnekler için Elektrik Alan-Akım Yoğunluğu eğrileri Şekil 7’de verilmiştir. Kritik akım tespiti için ölçümün yakınlştırılmış bir görüntüsü Şekil 7’de ayrıca verilmiştir. Literatürde farklı yöntemler ile kritik akım yoğunluğu tespiti yapılmaktadır [16], [32], [33]. Ölçüm düzeneğimize ve okunan gerilim değerlerimize en uygun kriter olarak, örneklerin üzerindeki elektrik alanın  $10\mu\text{V}/\text{cm}$  olduğu değerlere karşılık gelen akım değerleri kritik akım olarak seçilmiştir.

Kritik akım yoğunluk değerleri P1, P2 ve P3 örnekleri için 77 K’de sırasıyla  $2.941\text{ kA}/\text{m}^2$ ,  $2.278\text{ kA}/\text{m}^2$  ve  $1.538\text{ kA}/\text{m}^2$  olarak ölçülmüştür. Dolayısıyla peletizasyon basıncının artması ile kritik akım yoğunluk değerlerinin azaldığı belirlenmiştir. XRD sonuçlarında bu çalışma özelinde istenmeyen faz olan Bi-2212 fazının yapı içerisindeki oranın peletizasyon basıncı ile arttığı belirlenmiştir. Ayrıca BPSCCO süperiletkenlerde akımın *c*-örgü parametresi üzerinden taşındığı da bilinmektedir. İdeale en yakın *c*-parametresi de düşük peletizasyon basıncında üretilen P1 örneği için elde edilmiştir. Dolayısıyla kritik akımın P1 örneğinden P3 örneğine doğru sistematik olarak azalması kristal yapıdaki değişimlerden kaynaklı olabilir. Yine peletizasyon basıncının artması ile tanecikler arası bağların artması numunenin içerisinde var olan akı çivileme merkezlerinde bir azalmaya neden olmuştur. Diğer bir deyişle, daha düşük uygulanan akımda numune içerisinde daha büyük yarıçaplı akı girdapları oluşmuş (daha az akı çivileme bölgeleri olması yüzünden) ve numunenin akı taşıma kapasitesi hızlı bir şekilde düşmüştür. Bunu nedeni, materyal içerisinde elektrik enerjisini ısı enerjisine dönüşümüne ve akı çizgilerinin hızlıca oluşumuna neden olan Lorentz kuvvetinin artmasıdır.



Şekil 7. E-J ölçümleri.

## IV. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada hazır Bi-2223 tozlar farklı basınç değerleri ile külçe haline getirilmiş ve basıncın külçelerin yapısal, mekanik ve elektriksel özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir. Çalışma sonucunda ortaya çıkan sonuçlar özet olarak verilecek olursa;

- Farklı basınçlarda üretilen külçe örneklerin basınca duyarlı olduğu XRD, sertlik ve elektriksel ölçümler sonucunda gözlemlenmiştir.
- XRD sonuçlarına göre peletizasyon basıncı arttıkça yapı içindeki Bi-2223 fazı azalırken Bi-(2212) fazı orantısal olarak artmaktadır. Ancak peletizasyon basıncı her iki fazda kristal pik şiddetlerini geliştirmektedir.
- Yine XRD sonuçlarına göre süperiletkenlerde akımın taşındığı kabul edilen *c*-parametresi en uygun olarak düşük peletizasyon basıncında üretilen P1 örneğinden elde edilmiştir.

- Basınç değeri arttıkça örneklerin yoğunluklarının da arttığı gözlemlenmiştir.
- Sertlik sonuçları sonucunda farklı basınç değerlerinde preslenmiş örneklerin prese bağımlı olduğu görülmüştür. P3'ün kristal yapısının ise diğer örneklere göre daha fazla aktif kayma sistemi ile daha elastik formda ve daha rijit olduğu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak, yine P3 örneği daha dayanıklı tetragonal fazı sergilemiş ve bu numunenin kristal yapısında çatlak yayılımları tanecikler arası yerine transgranüler bölgeleri tercih ettiği sonucuna varılmıştır.
- Mekanik karakteristik özelliklerine gelinecek olursa, P1 ve P2 örnekleri uygulanan yüke karşı TÇBE, P3 örneği ise ÇBE davranışı göstermiştir. Benzer olarak, mekanik modelleme çalışması sonucunda tüm modeller bu bulguları desteklemiştir. Ayrıca, bu iki model arasında çalışma kapsamında üretilen numunelerin yükten bağımsız bölgede gerçek mikrosertlik değerlerini incelemede IIC teorik yaklaşımı OND modeline göre daha başarılı bulunmuştur.
- I-V ölçüm sonuçlarına göre, peletizasyon basıncının yükselmesi ile Lorentz kuvvetinin artması materyal içi akı çivileme merkezlerinde azalmaya neden olmuştur. Bu nedenle, düşük elektriksel akımlarda bile numune içerisinde direnç oluşumuna sebep olan akı girdapları oluşmaktadır.

**TEŞEKKÜR:** Sarflar ve ölçümler yazarlar tarafından karşılanmıştır.

## **V. KAYNAKLAR**

- [1] H. K. ONNES, "The superconductivity of mercury," *Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden*, vol. 122, pp. 122–124, 1911, Accessed: Jan. 24, 2022. [Online]. Available: <https://ci.nii.ac.jp/naid/10027961803>.
- [2] Z. Deng ve diğ., "A High-speed Running Test Platform for High-temperature Superconducting Maglev," *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, pp. 1–1, 2022, doi: 10.1109/TASC.2022.3143474.
- [3] Y. Xiao, H. Jin, X. Pan, W. Luo, H. Lin, ve Y. Zhao, "Fabrication and Superconducting Properties of 19-Filamentary  $\text{Sr}_{0.6}\text{K}_{0.4}\text{Fe}_2\text{As}_2/\text{Ag}/\text{Monel}$  Composite Wires and Tapes," *J. Supercond. Nov. Magn.* 2022, pp. 1–7, Jan. 2022.
- [4] H. Liang, Y. Chen, R. Duan, Y. Lu, ve J. Sheng, "Numerical Study on the On-Grid Performance of Superconducting Cable Cooperated With R-SFCL," *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 32, no. 4, pp. 1–5, Jun. 2022.
- [5] Z. A. Thoker ve S. A. Lone, "Dynamic performance improvement of wind-diesel power system through robust sliding mode control of hybrid energy storage system," <https://doi.org/10.1177/0309524X211066787>, p. 0309524X2110667, Jan. 2022.
- [6] J. Shi, X.-F. Li, ve J. Sheng, "Compensation effect of Superconducting Hybrid Trapped Field Magnet," *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, pp. 1–1, 2022.
- [7] D. Patel ve diğ., "MgB<sub>2</sub> Superconducting Joint Architecture with the Functionality to Screen External Magnetic Fields for MRI Magnet Applications," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 14, no. 2, pp. 3418–3426, Jan. 2022.
- [8] K. A. Müller ve J. G. Bednorz, "The Discovery of a Class of High-Temperature Superconductors," *Science (80-. )*, vol. 237, no. 4819, pp. 1133–1139, Sep. 1987.
- [9] D. Yegen, A. Varilci, M. Yilmazlar, C. Terzioglu, ve I. Belenli, "Magnetic properties of Sm-

doped Bi-2223 superconductor studied by low field local Hall generator ac susceptibility,” *Phys. C Supercond. its Appl.*, vol. 466, no. 1–2, pp. 5–10, 2007.

[10] M. Yilmazlar, H. Aydin, A. Varilci, ve C. Terzioglu, “The effect of Sm substitution on properties of  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2-x}\text{Sm}_x\text{Cu}_3\text{O}_y$  superconductors,” *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 21, pp. 9030–9036, 2007.

[11] N. K. Saritekin, C. Terzioglu, M. Pakdil, T. Turgay, ve G. Yildirim, “Solubility limit of tetravalent Zr nanoparticles in Bi-2223 crystal lattice and evaluation of fundamental characteristic properties of new system,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 27, no. 2, pp. 1854–1865, 2016.

[12] P. Sen ve diğ., “The study of texturing of  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  and  $\text{Bi}_{1.84}\text{Pb}_{.34}\text{Sr}_{1.91}\text{Ca}_{2.03}\text{Cu}_{3.06}\text{O}_{10+\delta}$  superconductors as a function of pelletization function,” *Phys. C Supercond. its Appl.*, vol. 255, no. 3, pp. 306–310, Feb. 1995.

[13] M. Tepe, I. Avcı, ve D. Abukay, “Effect of pelletization pressure on structural properties and critical current hysteresis of ceramic superconducting  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$ ,” *Phys. stat. sol.*, vol. 198, no. 2, pp. 420–426, 2003.

[14] K. Kocabaş, M. Gökçe, M. Çiftçioğlu, ve Ö. Bilgili, “Effect of compaction pressure on structural and superconducting properties of Bi-2223 superconductors,” *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 23, no. 3, pp. 397–410, 2010.

[15] D. Marconi, C. Lung, ve A. V. Pop, “The influence of pelletization pressure on normal and superconducting properties of (Bi,Pb):2223 bulk system,” *J. Alloys Compd.*, vol. 579, pp. 355–359, 2013.

[16] K. Habanjar, A. Najem, A. M. Abdel-Gaber, ve R. Awad, “Effect of pelletization pressure on the physical and mechanical properties of (Bi, Pb)-2223 superconductors,” *Phys. Scr.*, vol. 95, no. 6, 2020.

[17] A. R. Abdulridha, E. Al-Bermany, F. S. Hashim, ve A. H. Omran Alkhayatt, “Synthesis and characterization and pelletization pressure effect on the properties of  $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3}\text{Sr}_2\text{W}_{0.2}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  superconductor system,” *Intermetallics*, vol. 127, no. May, p. 106967, 2020.

[18] A. Lenders, M. Ullrich, ve H. C. Freyhardt, “Influence of thermal cycling on the mechanical properties of VGF melt-textured YBCO,” *Phys. C*, vol. 279, pp. 173–180, 1997.

[19] C. Veerender, V. R. Dumke, ve M. Nagabhooshanam, “Hardness and elastic moduli of  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  superconductors,” *Phys. status solidi*, vol. 144, no. 2, pp. 299–309, 1994.

[20] D. Tabor, *The Hardness of Metals*. Oxford, Clarendon Press, 1951.

[21] G. Yildirim ve diğ., “Effect of Mn addition on structural and superconducting properties of (Bi, Pb)-2223 superconducting ceramics,” *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 25, no. 2, pp. 381–390, 2012.

[22] N. H. Mohammed ve diğ., “Optimizing the Preparation Conditions of Bi-2223 Superconducting Phase Using PbO and  $\text{PbO}_2$ ,” *Mater. Sci. Appl.*, vol. 3, no. 4, pp. 224–233, Apr. 2012.

[23] S. Kaya, “Nanostructure, optical and electrical properties of p-NiO/n-Si heterojunction diodes,” *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 126, no. 8, pp. 1–9, 2020.

[24] B. Akkurt, U. Erdem, Y. Zalaoglu, A. T. Ulgen, T. Turgay, ve G. Yildirim, “Evaluation of

crystallographic and electrical-superconducting features of Bi-2223 advanced ceramics with vanadium addition,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 32, no. 4, pp. 5035–5049, 2021.

[25] O. Bilgili, Y. Selamet, ve K. Kocabaş, “Effects of li substitution in Bi-2223 superconductors,” *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 21, no. 8, pp. 439–449, 2008.

[26] O. Ozturk, H. A. Cetinkara, E. Asikuzun, M. Akdogan, M. Yilmazlar, ve C. Terzioglu, “Investigation of mechanical and superconducting properties of iron diffusion-doped Bi-2223 superconductors,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 22, no. 9, pp. 1501–1508, 2011.

[27] M. Dogruer, C. Aksoy, G. Yildirim, O. Ozturk, ve C. Terzioglu, “Influence of Sr/Nd partial replacement on fundamental properties of Bi-2223 superconducting system,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 32, no. 6, pp. 7073–7089, 2021.

[28] O. Ozturk, G. Yildirim, E. Asikuzun, M. Coskunyurek, M. Yilmazlar, ve A. Kilic, “Change of formation velocity of Bi-2212 superconducting phase with annealing ambient,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 24, no. 11, pp. 4643–4654, Nov. 2013.

[29] H. Li ve R. C. Bradt, “The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals,” *J. Mater. Sci.*, vol. 28, no. 4, pp. 917–926, Jan. 1993.

[30] K. Sangwal, “On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 63, no. 2, pp. 145–152, Feb. 2000.

[31] E. Asikuzun, O. Ozturk, L. Arda, D. Akcan, S. D. Senol, ve C. Terzioglu, “Preparation, structural and micromechanical properties of (Al/Mg) co-doped ZnO nanoparticles by sol–gel process,” *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 26, no. 10, pp. 8147–8159, Oct. 2015.

[32] D. Dew-Hughes, “The critical current of superconductors: an historical review,” 2001.

[33] R. Terzioglu, M. Vojenčiak, J. Sheng, F. Gömöry, T. F. Çavuş, ve I. Belenli, “AC loss characteristics of CORC<sup>®</sup> cable with a Cu former,” *Supercond. Sci. Technol.*, vol. 30, no. 8, 2017.