

The Investigation of Bi-Ga Partial Replacement Effect on Magnetic, Mechanical and Microstructural Properties of $\text{Bi}_{(1,8-x)}\text{Pb}_{0,2}\text{Ga}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ Superconductor

Şükrü ÇAVDAR^{1,*}  Neslihan TURAN¹  Selçuk İZMİRLİ²  Haluk KORALAY¹ 

¹ Gazi University, Faculty of Science, Department of Physics, 06500, Ankara, Türkiye

² Gazi University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Advanced Technologies, 06500, Ankara, Türkiye

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article
Received: 8.06.2022
Revision: 5.07.2022
Accepted: 12.08.2022

Highlights

- Vickers Microhardness.
- AC susceptibility

Keywords

Superconductivity,
Bi-2212,
BSCCO,
Bi-Ga

This article presents the change in the structural, mechanical and magnetic properties of Bi-Ga partial displacement on the crystal structure of the BSCCO 2212 superconducting system. First, the production steps of the BSCCO crystal structure are explained. Then, samples with different Bi-Ga partial displacement ratios were produced. The morphological properties of the materials were examined with SEM images, and the structural properties of the materials were examined with the XRD method. In addition, mechanical properties were determined by Vickers microhardness measurements and magnetic properties were determined by susceptibility measurements.

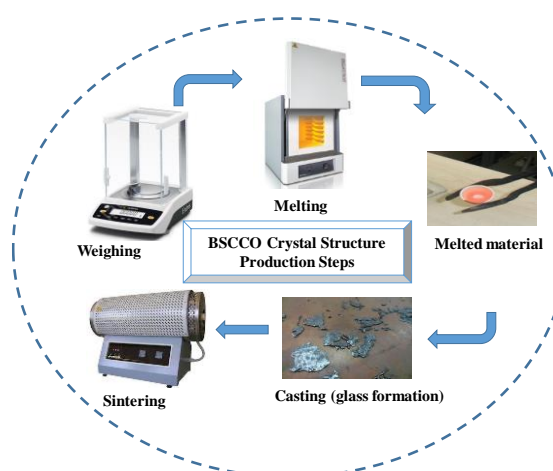


Figure A. Process steps used to produce the $\text{Bi}_{1,8-x}\text{Ga}_x\text{Pb}_{0,12}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ superconducting system

Purpose: The main purpose of this study is to examine the effect of Bi-Ga partial displacement on the morphological, structural, mechanical and magnetic properties of the BSCCO superconductor structure.

Theory and Methods: In this study, samples with basic formula $\text{Bi}_{1,8-x}\text{Ga}_x\text{Pb}_{0,12}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$, $x=0, 0,3$ and $0,8$, were prepared using the melt casting method, and were named as FGa0, FGa03, FGa08, respectively. In order to investigate the effect of Bi-Ga partial displacement; structural properties with XRD, morphological properties with SEM, mechanical properties with Vickers microhardness measurements, and superconductivity properties with magnetic measurements were investigated.

Results: In XRD measurements, impurity peaks were observed in XRD diffractoms with the increase of Ga ratio. When the SEM images were examined, amorphous structures were formed and the porosity increased with the increase in the Ga ratio. In the susceptibility measurement results depending on the temperature; T_c values of the samples; It was measured as 84,5 K for FGa0, 76,4K for FGa03 and 69,5K for FGa08. In the microhardness measurements of the materials, it was determined that the hardness of the materials decreased due to the increase in the Ga ratio. It was concluded that as the load increased, the hardness values also increased and all samples showed RISE effect.

Conclusion: It was observed that with the partial displacement of Bi-Ga in the Bi-2212 phase, impurities appeared in the crystal structure. The decrease in the critical temperature value with the increase of the partial displacement ratio shows that the superconductivity property decreases with the Ga effect. The most suitable models for materials hardness analysis are Hays Kendall and IIC models. However, since the RISE effect was observed in the samples, it was seen that the IIC model was the most successful method in understanding the hardness of the samples.

Fen Bilimleri Dergisi
PART C: TASARIM VE TEKNOLOJİ

<http://dergipark.gov.tr/gujisc>

The Investigation of Bi-Ga Partial Replacement Effect on Magnetic, Mechanical and Microstructural Properties of $\text{Bi}_{(1,8-x)}\text{Pb}_{0,2}\text{Ga}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ Superconductor

Şükrü ÇAVDAR^{1,*}  Neslihan TURAN¹  Selçuk İZMİRLİ²  Haluk KORALAY¹ 

¹ Gazi University, Faculty of Science, Department of Physics, 06500, Ankara, Türkiye

² Gazi University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Advanced Technologies, 06500, Ankara, Türkiye

Abstract

Since the BSCCO 2212 superconducting system has an open structure due to the addition and partial replacement methods, many studies have been carried out and the articles have been published. In this study, the effect of Ga on the superconductivity of the structure was investigated by measuring the susceptibility on the samples obtained by increasing the Ga ratio by performing Bi-Ga partial replacement at a certain ratio in the BSCCO 2212 superconductor. Vickers micro hardness measurements were used to examine the mechanical properties of each sample. x-ray diffraction (XRD) analysis results were evaluated in order to determine the structural properties of the samples and crystal structure formations were observed by scanning electron microscope (SEM) images.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 8.06.2022
Düzeltilme: 5.07.2022
Kabul: 12.08.2022

Keywords

*Superconductivity,
Bi-2212
BSCCO
Bi-Ga*

Anahtar Kelimeler

*Süperiletkenlik
Bi-2212
BSCCO
Bi-Ga*

$\text{Bi}_{(1,8-x)}\text{Pb}_{0,2}\text{Ga}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ Süperiletken Yapıda Bi-Ga Kısmi Değişiminin Manyetik, Mekanik ve Mikroyapısal Özellikleri Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi

Öz

BSCCO 2212 süperiletken sistemi, ekleme ve kısmi değiştirme yöntemlerine açık bir yapıya sahip olduğundan, birçok çalışma yapılmış ve makaleler yayınlanmıştır. Bu çalışmada, BSCCO 2212 süperiletkeninde belirli bir oranda Bi-Ga kısmi yer değişimi yapılarak Ga oranının artırılması ile elde edilen numuneler üzerindeki duyarlılığın ölçülmesi ile Ga'nın süperiletken yapı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Her numunenin mekanik özelliklerini incelemek için Vickers mikro sertlik ölçümleri kullanılmıştır. Örneklerin yapısal özelliklerini belirlemek amacıyla x-ışını kırınım (XRD) analiz sonuçları değerlendirilmiş ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) görüntüleri ile kristal yapı oluşumları gözlenmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

1986 yılında Cu-O tabakalı süperiletken malzemelerin keşfi, 1987 yılında T_c değeri 110 K'e kadar ulaşabilen Cu-O tabakalı Tl-Ba-Ca-Cu-O, Hg-Ba-Ca-Cu-O ve Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) gibi yüksek sıcaklık süperiletkenlerin (HTS) bulunması, aynı zamanda bunların sıvı azotla soğutulabilmeleri, çalışmaların bu alanda yoğunlaşmasına sebep olmuştur [1]. İçerisinde nadir element bulunmayan bizmut tabanlı BSCCO süperiletkenleri üzerinde pek çok çalışma yayınlanmıştır [2,3]. Bizmut tabanlı süperiletkenlerin Bi-2201, Bi-2212 ve Bi-2223 gibi farklı fazlarının bulunması ve bunların katkılama ve kısmi yer değişimi uygulamalarına elverişli olması ile geniş bir çalışma yelpazesi oluşturmaktadır [4-8].

Süperiletken yapıların keşfi ve gelişimi deneysel çalışmalar üzerine temellendirilmiştir. Özellikle Cu-O tabakalı yüksek sıcaklık süperiletkenlere katkılama veya kısmi yer değiştirme yöntemleriyle birçok yeni yüksek sıcaklık süperiletken (HTS) form geliştirilmiştir [9-14]. BSCCO malzemelere molibden, vanadyum, selenyum, sodyum, potasyum, kobalt, tungsten, seryum, neodimyum, gadolinyum gibi metal, yarı metal ve ağır metal katkılamaları yapılarak birçok ara form oluşturulmuş bunların elektriksel ve manyetik özellikleri incelenerek kritik sıcaklık veya kritik akım yoğunluklarının değişimleri incelenmiştir [15,16]. Önceki

yıllarda BSCCO yapılara farklı deneysel yöntemlerle Ga katkılaması yapılmış ve malzeme üzerindeki etkisi incelenmiştir [17].

Bu çalışmada, Pb katkılı BSCCO 2212 süperiletkeni; $x=0, 0,3$ ve $0,8$ olacak şekilde galyum-bizmut kısmi yer değişimi ile $\text{Bi}_{(1,8-x)}\text{Pb}_{0,2}\text{Ga}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ stokiyometrik oranına sahip tozlar ile eritme-döküm yöntemi kullanılarak cam malzemeler üretildi. Manyetik alınganlık ölçümleri yapılarak, kritik sıcaklık değerleri belirlenmiş, galyum-bizmut kısmi yer değişiminin süperiletkenlik ve mekanik özelliği üzerindeki etkisi araştırıldı. Vickers mikrosertlik ölçüm sonuçlarından elde edilen verilerle birlikte Meyer, Hays-Kendall ve IIC modeli kullanılarak her bir örneğin mekanik özellikleri incelenmiş, malzemeye en uygun model belirlenmiştir. Örneklerin yapısal özelliklerinin belirlenmesi amacıyla XRD ölçümleri yapılarak malzemelerde oluşan bileşik türleri ve kristal yapıların özellikleri ile SEM görüntüleriyle de yüzey morfolojisi üzerindeki etkisi incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

Bu çalışmada malzeme üretimi için eritme-döküm tekniği kullanılmıştır [18-23]. Bi-Ga kısmi yer değişiminin süperiletkenlik üzerindeki etkisinin belirlenebilmesi amacıyla, temel formülü $\text{Bi}_{1,8-x}\text{Pb}_{0,2}\text{Ga}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ olacak şekilde, $x=0; 0,3$ ve $0,8$ değerleri verilerek üretilen numuneler sırasıyla FGa0, FGa03, FGa08 olarak adlandırılmıştır.

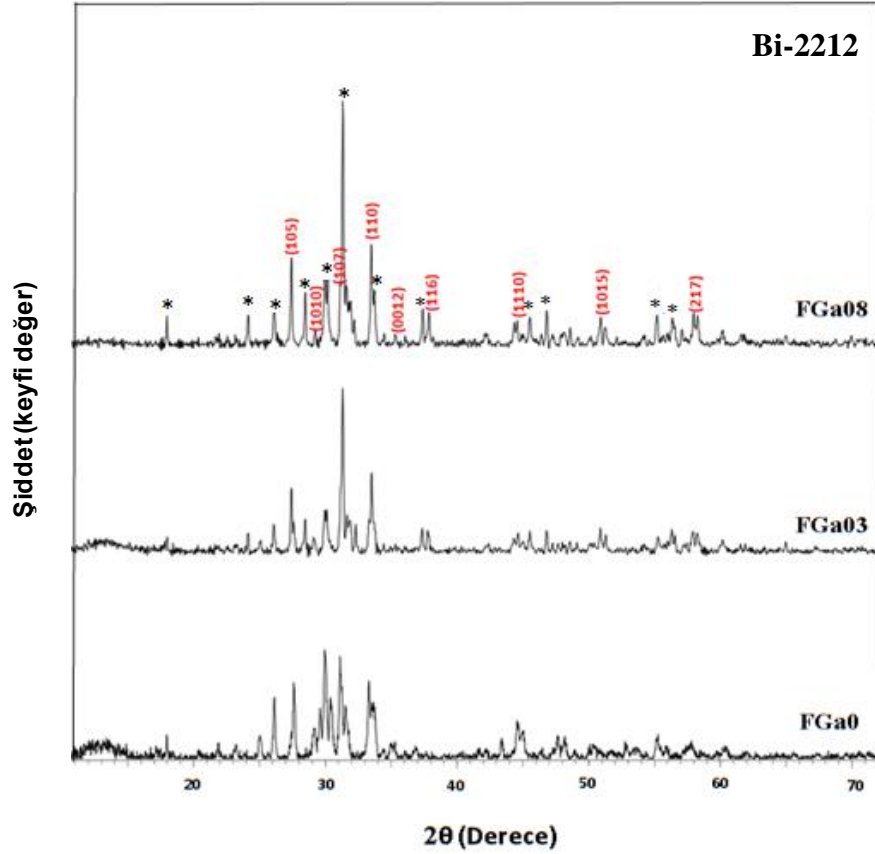
Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , PbO ve Ga_2O_3 bileşiklerinin %99,9 saflıkta tozları kullanılarak mol kütlelerine göre hesaplamalar yapılarak 10'ar gramlık tozlar hazırlanmıştır. Tozlar Fritsch Pulverise TTE7 marka otomatik karıştırma cihazında 400 rpm hızında 120 dakika saat yönünde, 120 dakika ters yönde olmak üzere toplam dört saat karıştırılmıştır. Cihazın içerisindeki agatların her birine 10 gramlık numune 14 adet bilye ile konularak karıştırılıp homojen bir hal alması sağlanmıştır. Örnekler, kapaklı kaplara alınarak eritme işlemi için hazır hale getirilmiştir. Yüksek sıcaklık fırınında 1423 K'de 60 dakika bekletilen numuneler, fırından çıkarılarak önceden soğutulmuş (255 K) bakır levhaların arasında sıkıştırılarak, siyah renkli amorf yapıda 0,6-0,8 mm kalınlığında cam malzemeler elde edilmiştir. Hazırlanan cam numuneler Protherm marka üç bölgeyi yatay tüp fırına konularak 1118 K'de 120 saat boyunca sinterlenmiştir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS & DISCUSSION)

3.1. Yapısal Analiz (Structural Analysis)

Bu çalışmada hazırlanan numunelerin XRD ölçümleri Bruker D8 Advance Difraktometre cihazında, $\text{Cu-K}\alpha$ ışınması kullanılarak, 2°dk^{-1} tarama hızıyla $2\theta=4-70^\circ$ açıları arasında yapılmıştır. Elde edilen veriler EVA Bruker 14.0.0.0 programı yardımıyla ICDD PDF2-2002 kütüphanesinde bulunan kayıtlarla eşleştirilerek kristallerin analizleri yapılmıştır [24].

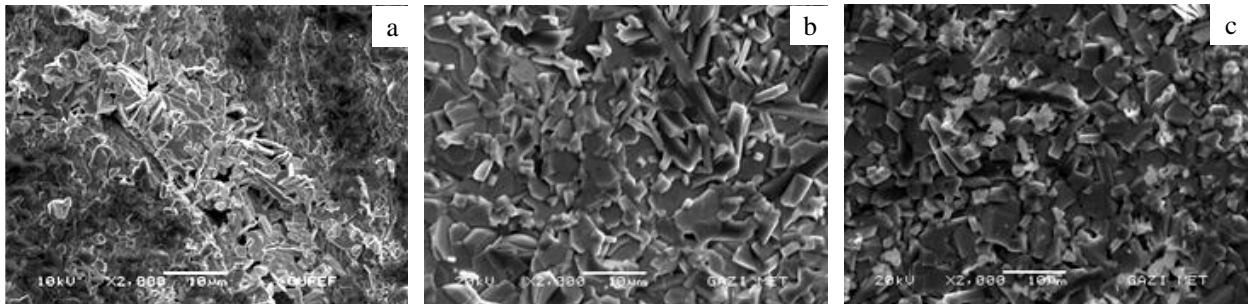
Şekil 1'de FGa0, FGa03 ve FGa08 numunelerine ait XRD desenleri bir arada verilmiştir. Burada eşleşen piklerden ana yapının Bi-2212 (046-4545-ICDD) fazı olduğu, (*) ile belirtilen safsızlık pikleri olarak, $\text{Ca}_5\text{Sr}_9\text{Cu}_{24}\text{O}_{41}$ (048-1501-ICDD) ve $\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_{1,7}\text{Bi}_{1,9}\text{CuO}_{6+x}$ (047-0737-ICDD) yapı içerisinde olduğu analiz edilmiştir [25].



Şekil 1. FGa0, FGa03 ve FGa08 numunelerine ait XRD desenleri

3.2. Micro Yapısal Özellikler (Micro Structural Properties)

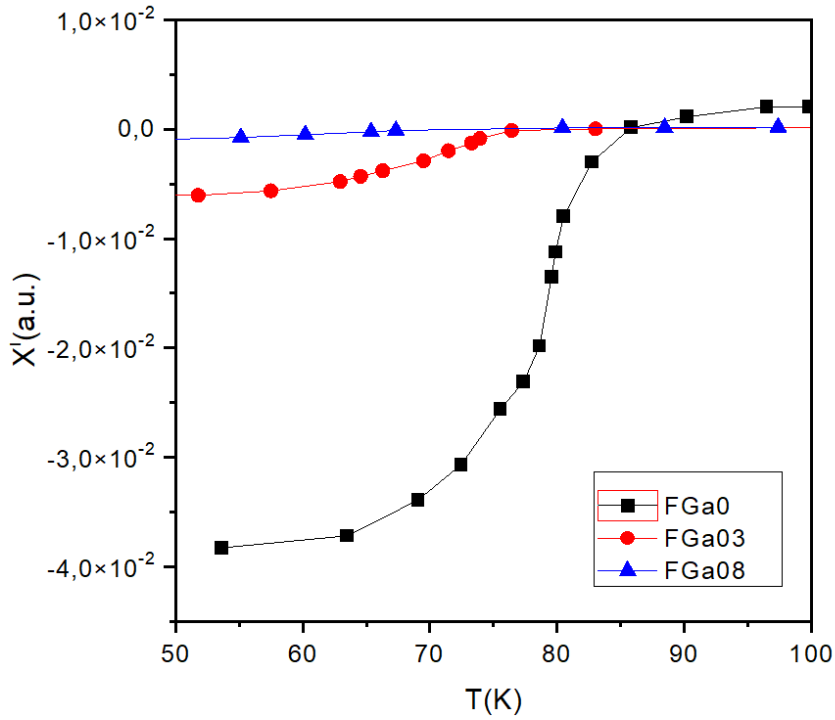
Şekil 2’de verilen SEM görüntülerinde malzemelerin yüzey morfolojileri incelenerek Ga katkısının yapı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Şekil 2(a)’da FGa0 numunesinin SEM görüntülerinde parlak yapraksı kümeler malzemeye süperiletkenlik özelliği veren kristal yapılardır [27]. Yapının ince ve geniş yüzeyli kristallerden oluştuğu, etrafında ise kümelenmiş koyu renkli amorf kısımların varlığı görülmektedir. Şekil 2(b)’de FGa03 yapraksı kristal yapılarla birlikte, amorf yapıların da kristal yapıların üzerini kaplamaya başladıkları görülmektedir. Şekil 2(c)’de Ga oranının en fazla olduğu FGa08 numunesinde oldukça düzensiz bir şekilde ortaya çıktığı, amorf yapıların üst üste birikerek malzeme yüzeyinde oldukça fazla yer kapladığı görülmektedir. Belirli bir kurala uymayan, farklı büyüklüklere sahip kristaller, birbiri üzerinde büyümüş amorf yapıları Şekil 2(c)’de görülmektedir.



Şekil 2. (a) FGa0, (b) FGa03, (c) FGa08 numunelerinin 2000 büyütmeli SEM görüntüleri

3.3. Magnetik Karakterizasyon (Magnetic Characterization)

Malzemelerin süperiletken özelliklerinin belirlenebilmesi için “Lake Shore 7300 AC Susceptometer” cihazı ile 125 Hz, AC:160 A/m manyetik alan altında alınganlık ölçümleri yapılmış ve sonuçlar Şekil 3’de verilmiştir. Burada, FGa0 numunesinin süperiletkenliğe geçişinin 85 K’de başladığı görülmektedir. Bu, Bi-2212 fazı için literatüre uyumlu bir kritik sıcaklık değeridir [28,29]. SEM sonuçları ile birlikte değerlendirildiğinde, $\text{Bi}_{1,8}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ formülüne göre elde edilen katkısız malzemede amorf yapılar bulunmasına rağmen, malzeme genel olarak ideal bir Bi-2212 fazı olarak değerlendirilebilir. Yine sıcaklığa bağlı manyetik karakterizasyon grafiğinde FGa03 ve FGa08 numunelerinin kritik sıcaklık değerleri sırasıyla 76,4 K ve 69,5 K olarak belirlenmiştir. Kritik sıcaklık değerindeki bu azalma, kısmi yer değişimi oranının artmasına bağlı olarak, amorf yapıların ortaya çıkması ve taneciklerin arasındaki porozite artışının kritik sıcaklık değerine olumsuz yönde etkilediği sonucunu ortaya çıkmaktadır. Aynı nedenlerden dolayı Ga oranının artmasına bağlı olarak FGa08 numunesinde, diğer örneklere nispetle, sıcaklığa bağlı olarak manyetik alınganlıkta belirgin bir artış görülmektedir.



Şekil 3. Manyetik alınganlık ölçüm sonuçları

3.4 Mekanik Özellikler (Mechanical Properties)

Bu çalışmada, eritme-döküm yöntemi kullanılarak elde edilen cam malzemelerde, Bi-Ga kısmi yer değişimi ile mekanik özelliklerinde meydana gelen değişimler incelenmiştir. Her bir numuneye, oda sıcaklığında 0,245 N; 0,490 N; 0,980 N; 1,960 N ve 2,940 N’luk yükler uygulanarak yüzeyde oluşan çentik boyutuna göre;

$$Y \approx \frac{H_v}{3} \quad (1)$$

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

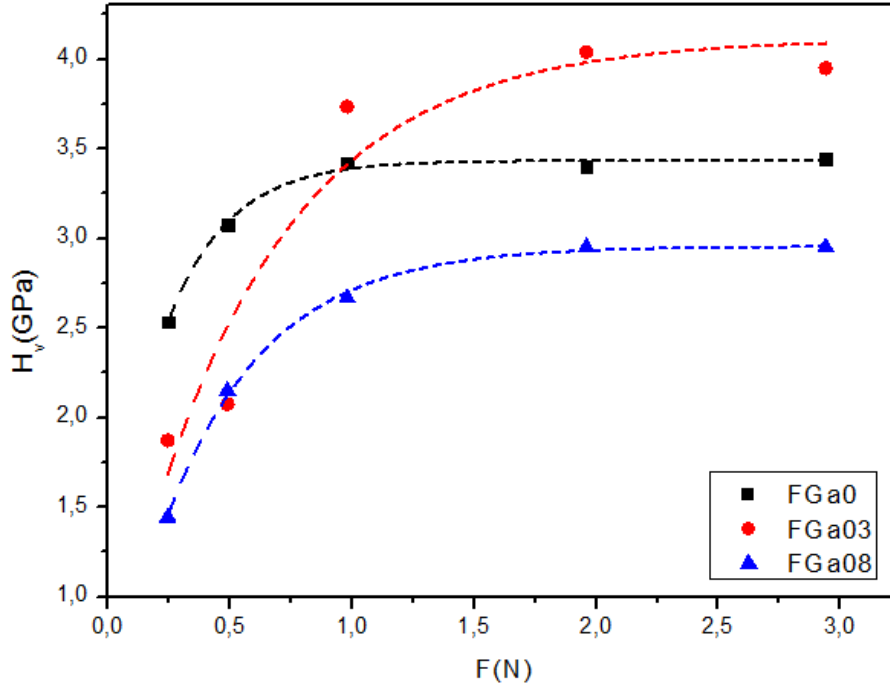
$$K_{IC} = \sqrt{2Ea} \quad (\alpha, \text{ yüzey enerjisi}) \quad (3)$$

eşitlikleri kullanılarak farklı yükler altındaki Vickers mikrosertlik (H_v), elastik modülü (E), gerilme (Y) ve kırılma dayanımı (K_{ic}) değerleri hesaplanıp Çizelge 1’de verilmiştir [30].

Çizelge 1. Numunelere uygulanan yüke bağlı olarak H_v , E , Y ve K_{ic} değerleri

Numune	F (N)	d (µm)	H_v (GPa)	E (GPa)	Y (GPa)	K_{ic} (Pa/m ^{1/2})
FGa0	0,245	13,392	2,533	207,614	0,844	-176,236
	0,490	17,183	3,077	252,202	1,026	-194,241
	0,980	23,042	3,423	280,561	1,141	-204,871
	1,960	32,705	3,398	278,512	1,133	-204,121
	2,940	39,785	3,444	282,282	1,148	-205,498
FGa03	0,245	15,580	1,872	153,436	0,624	-308,432
	0,490	20,928	2,075	170,074	0,692	-324,725
	0,980	22,055	3,736	306,216	1,245	-435,722
	1,960	29,998	4,039	331,051	1,346	-453,047
	2,940	37,153	3,95	323,756	1,317	-448,027
FGa08	0,245	17,747	1,443	118,273	0,481	-217,507
	0,490	20,563	2,149	176,140	0,716	-265,435
	0,980	26,105	2,667	218,597	0,889	-295,700
	1,960	35,095	2,951	241,874	0,984	-311,046
	2,940	42,980	2,951	241,874	0,984	-311,046

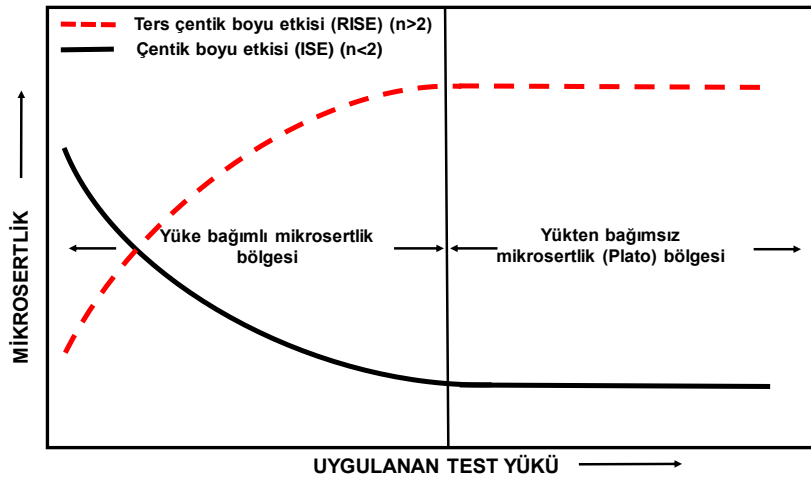
Çizelge 1’de örnekler ayrı ayrı değerlendirildiğinde; mikrosertlik değerleri, uygulanan yük ile birlikte artış göstermektedir. Kuvvetin artmasıyla şekil değişiminin ölçüsü olan elastik modülü değerlerinin, gerilme ve kırılma dayanım değerlerinin artması beklenen bir sonuçtur. Elastik modül değerleri incelendiğinde yüke bağlı olarak arttığı, benzer olarak gerilme değerlerinde de görülmektedir. Mikrosertliğe bağlı olarak hesaplanan bu iki değer, uygulanan kuvvete göre fit edilen grafikleri, H_v -F grafiği ile örtüşmektedir. Bu nedenle, bütün numunelerde gerilim ve elastik modülü, sertlik ile orantılı olarak uygulanan kuvvetle birlikte artış göstermiştir. Ga oranının artması ile E ve Y değerlerindeki azalmalar dikkate alındığında, esneklik ve elastikiyetin azalması, numunelerin giderek daha yumuşak olduğunu göstermektedir.



Şekil 4. Uygulanan yüke bağlı numunelerdeki mikrosertlik değişimi

Bütün numunelerde uygulanan yüke bağlı olarak mikrosertlik değerinin artması, ters çentik boyutu etkisi (RISE) davranışının bir göstergesidir [31-33]. Şekil 4'de malzemelerin tamamının yaklaşık 2 N'da doyum bölgesi olan platoya yani yükten bağımsız bölge ulaştığı görülmektedir. Elde edilen bu mekanik özellikler farklı teorik yaklaşımlar kullanılarak malzemelerin bu teorilere uygunlukları incelenmiştir.

Mikrosertlik ölçüm sonuçları değerlendirilirken “çentik boyutu etkisi” (ISE) adı verilen çentici boyutunun malzeme üzerindeki etkisi dikkate alınmıştır. Yükün uygulanması ile malzemede çentik oluşumu sırasında yüzeyde bir miktar gevşeme olmakta ve sertliği azaltmaktadır. ISE davranışında, uygulanan yükün artmasıyla beraber, sertlikte bir azalma beklenmektedir. Aynı zamanda ISE, çentme sırasında esneme, bölgede yığılma ile sertleşme, çentici ile sürtünme gibi birçok etkenden de etkilenebilmektedir. Eğer malzeme sertliği, uygulanan yükün artmasıyla birlikte artıyorsa, “ters çentik boyutu etkisi” (RISE) davranışı gösteriyor demektir. Şekil 5'de “ISE” ve “RISE” davranışı gösteren malzemelerin yüke bağlı sertlik grafikleri verilmiştir. Malzemelerin uygulanan yüke bağlı gösterdikleri bu tepkiler Meyer, Hays-Kendall, IIC teorik modelleri kullanılarak incelenmiştir.



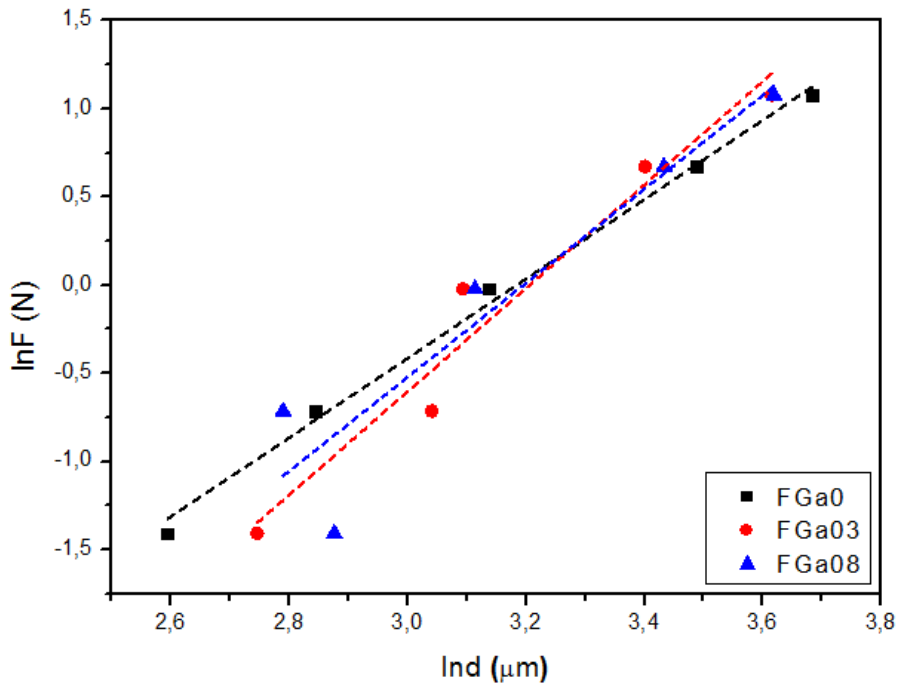
Şekil 5. ISE ve RISE davranışlarının yük-sertlik ilişkisi

Meyer Modeli (Meyer Model)

Temelde çentik boyutu etkisi (ISE) özelliği gösteren malzemelerin davranışlarını anlatmada kullanılan bu yöntem, ters çentik boyutu etkisi (RISE) davranışının anlaşılmasında da fikir verebilmektedir. Meyer üssü olarak adlandırılan n_k , ISE/RISE davranışı hakkında fikir veren bir değer olup “Eş.4” kullanılarak çizilen mikrosertlik grafiğinde fit edilen eğrilerin eğiminden hesaplanmaktadır.

$$F = Ad^{n_k} \quad (4)$$

Doğruların düşey eksenini kestiği nokta ise A_{1k} değerini verir. Şekil 6’da bütün numunelerin $\ln F - \ln d$ grafikleri fit edilerek n_k ve A_{1k} değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 6. Numunelerin Meyer modeline göre $\ln F - \ln d$ grafiği

Ölçümü yapılan numuneler için Meyer üssünün 2’den küçük çıkması, yüke bağlı karakterinin ISE davranışı gösterdiğini, 2’den büyük çıkması ise sertliğin uygulanan yüklerle arttığını yani numunenin RISE davranışı eğiliminde olduğunu açıklamaktadır. Çizelge 2’de hesaplanan veriler değerlendirildiğinde, Meyer üssü olarak nitelendirilen n_k değeri tüm numuneler için 2’den büyük çıkmıştır. Bu verilere göre numunelerin tamamı RISE davranışı göstermektedir [34,35].

Çizelge 2. Meyer modeline göre deneysel verilerden elde edilen n_k , $\ln A_{1k}$ ve H_v değerleri

Numuneler	Eğim n_k	$\ln A_{1k}$ (GPa)	H_v (GPa)
FGa0	2,250	-7,164	3,423 - 3,444
FGa03	2,932	-9,399	3,950 - 4,039
FGa08	2,671	-8,518	2,667 - 2,951

Ayrıca $n_k > 1,6$ olan malzemeler yumuşak olarak adlandırılmaktadır. FGa0, FGa03 ve FGa08 numunelerinin n_k değerleri 2,250-2,671 arasında hesaplanmıştır. BSCCO malzemelerinin genel özelliği olan tel ve şerit halinde kullanılabilmelerini sağlayan yumuşaklık bu malzemelerde görülmektedir.

Hays-Kendall Modeli (Hays-Kendall Model)

Hays ve Kendall tarafından geliştirilen bu modele göre, kalıcı deformasyonun olabilmesi için “W” minimum bir yük değerinin olması gerekmektedir. Modele göre bu “W” değerinin altında malzemede elastik deformasyon, üzerinde ise plastik deformasyonun gözlenebileceği savunulmuştur [36]. Gane ve Bowden değişik malzemelerle yaptıkları deneylerde kritik yük değerine ulaşına kadar çentiğin malzemede iz bırakmadığı, bu değer üzerinde ise çentik büyüklüğünde artış gözlendiğini fark etmişlerdir [37].

Bu modele göre, uygulanan yükün yüzeyde bıraktığı çentik büyüklüğünün, numunelere uygulanan yük olan “F” ile değil;

$$F_{etkin} = F - W_{HK} \quad (5)$$

eşitliğiyle hesaplanan etkin yük “ F_{etkin} ” ile orantılı olduğu anlaşılmıştır. “Eşitlik 6” bu etkiyi göstermektedir.

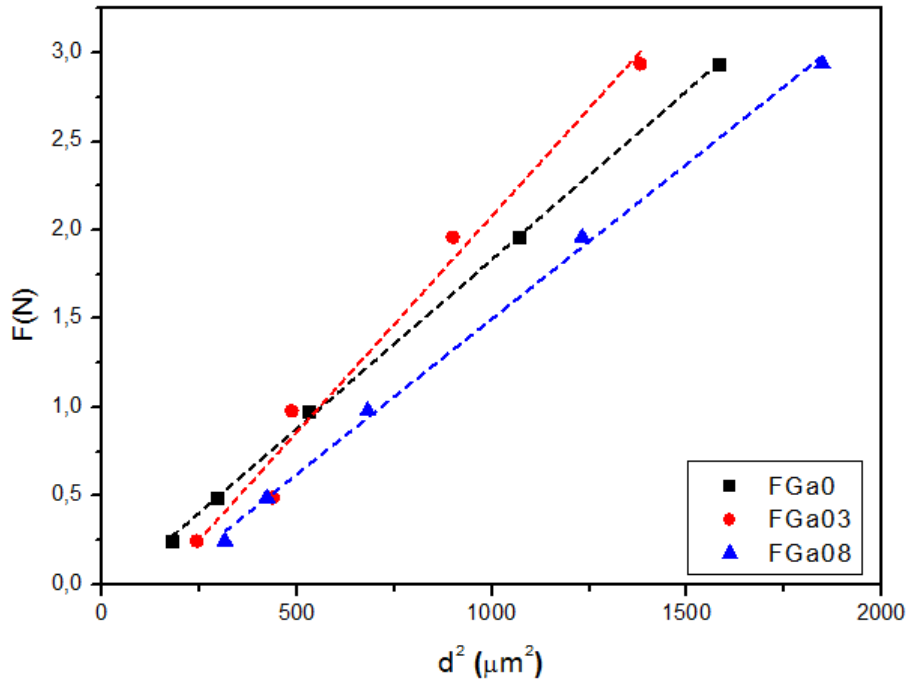
$$F - W_{HK} = A_{1HK}d^2 \quad (6)$$

Burada A_{1HK} uygulanan yükten bağımsız bir sabittir. W_{HK} ve A_{1HK} değerleri $F-d^2$ grafiğinden hesaplanır. Bu modelde yükten bağımsız sertlik değeri (H_{HK}):

$$H_{HK} = 1854,4 A_{1HK} \quad (7)$$

ile hesaplanmaktadır. W_{HK} değerinin pozitif çıkması durumunda, malzemeye uygulanan yükün hem plastik hem de elastik deformasyon oluşturabildiğini göstermektedir [38].

Bu yaklaşımda, malzemelerin sertlik özelliklerinin anlaşılabilmesi için $F-d^2$ grafiği kullanılarak A_{1HK} ve yükten bağımsız sertlik değeri W_{HK} hesaplanmaktadır.



Şekil 7 Hays ve Kendall modeline göre numunelerin $F-d^2$ grafiği

Şekil 7’de verilen grafikten yola çıkarak, hazırlanan numunelerin tamamının W_{HK} değerleri hesaplanmış, Çizelge 3’te görüldüğü gibi negatif çıkmıştır. Bu da plastik deformasyonun oluştuğunu, elastik

deformasyonun oluşmadığını belirtmektedir. Hesaplanan H_{HK} değerleri, plato bölgesi içerisinde olmasa da, bu değerlere yakın çıkmıştır

Çizelge 3. Numunelerin Hays ve Kendall modeline göre elde edilen sonuçları

Numuneler	$A_{IHK} \times 10^{-3}$ (GPa)	W_{HK} (N)	H_{HK} (GPa)	H_y (GPa)
FGa0	1,91	-0,071	3,542	3,398 - 3,444
FGa03	2,44	-0,357	4,524	3,95 - 4,039
FGa08	1,75	-0,252	3,245	2,667 - 2,951

IIC Modeli (IIC Model)

Malzemelerin RISE davranışını açıklamada etkili olan IIC modeli, Li ve Bradt tarafından geliştirilmiştir [39]. Bu modelde, maksimum derinlikte uygulanan test yükünü dengeleyen toplam numune direnci, dört ana unsurdan oluşur. Bunlar; Elastik deformasyon, plastik deformasyon, numune yarıkları ve ara yüzeylerde uç ya da numune kaymasıdır.

Bu teoriye göre ISE davranışına, elastik etkiler ve sürtünme neden olurken, RISE davranışına ise çentik yarıkları neden olmaktadır. Bradt, PSR modelinde de sürtünme ve elastikiyetin numune üzerindeki etkisine değinmiştir. IIC modelinde sertlik değeri;

$$H_v = \lambda_1 K_1 \left(\frac{F}{d^2} \right) + K_2 \left(\frac{F^{\frac{5}{3}}}{d^3} \right) \quad (8)$$

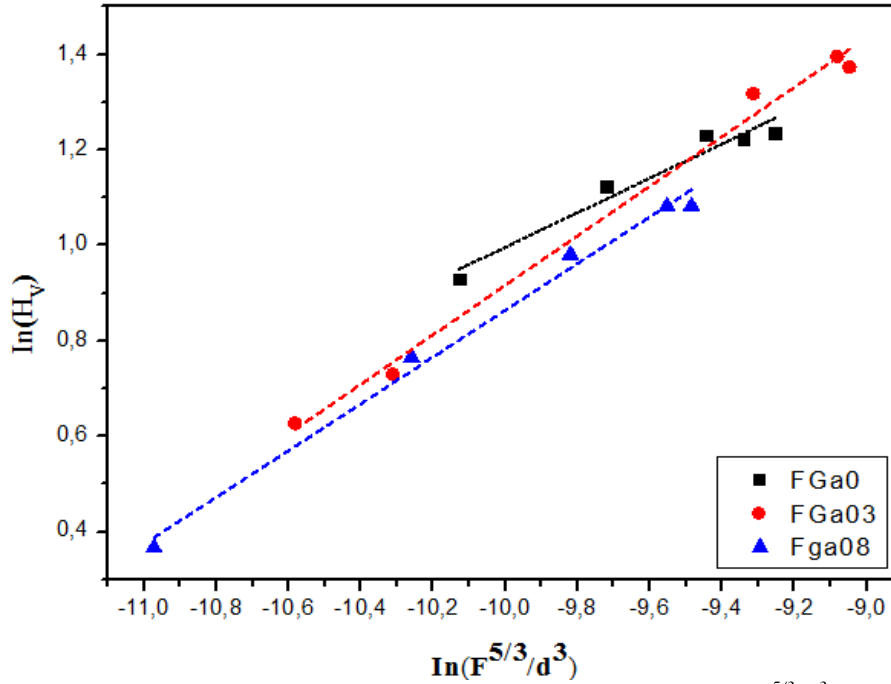
eşitliğiyle hesaplanır.

Eşitlikte gösterilen d izin çapı, λ_1 , K_1 ve K_2 sabitlerdir. K_1 çentici şekline bağlı bir değerken, K_2 uygulanan yüke bağlıdır.

Plastik malzemelerin ideal formunda $H_v = K_1(F/d^2)$, $\lambda_1 = 1$ ve $K_2(F^{5/3}/d^3) = 0$ iken, kırılğan katılar için $H_v = K_2(F^{5/3}/d^3)$ ve $\lambda_1 = 0$ 'dır. Burada $d = 7h$ olarak alınabilir. Bu eşitlikte, h , çentici yüzeyde oluşturduğu izin derinliğidir. Eğer numune kırılğan bir malzeme ise Eşitlik 9'da belirtildiği gibi eşitliğin ikinci kısmı kullanılarak sertlik değeri hesaplanır.

$$H_v = K \left(\frac{F^{\frac{5}{3}}}{d^3} \right)^m \quad (9)$$

“Eş. 9” da K ve m değerleri yükten bağımsız sabitlerdir ve $\ln(H_v) - \ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiği çizilerek elde edilir. Grafikteki her bir numune için çizilen doğrunun eğimi olan m değeri, $m > 0,6$ iken numune normal ISE davranışı gösterirken, $m < 0,6$ olduğunda ise RISE davranışı gösterir. Bu davranışı gösteren malzemelerin sertliklerini açıklamada kullanılan en uyumlu sonuçları veren bu yöntemde, $\ln(H_v) - \ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiğinin eğim ve kesim noktalarından yararlanarak yükten bağımsız m ve K sabitleri hesaplanmıştır.



Şekil 8. Numunelerin IIC modeline göre $\ln(H_v)$ - $\ln(F^{5/3}/d^3)$ grafiği

IIC modeline göre çizilen grafiğin eğimi olan m değeri, 0,6'dan büyük olduğu durumlarda iken numuneler ISE davranışı gösterirken, $m < 0,6$ olması durumunda ise RISE davranışı göstermektedir. Şekil 8'deki grafiğe göre yapılan ölçümler sonucunda bütün numuneler için m üssü 0,6'dan küçük çıkmıştır. Bu da malzemelerin RISE davranışı gösterdiklerini ifade etmektedir. Yapılan hesaplamalarla elde edilen sonuçlar Çizelge 4.de verilmiştir.

Çizelge 4. IIC modeline göre numunelerin en uygun sonuçları

Numuneler	m	$K \times 10^4$	H_{IIC} (GPa)	H_V (GPa)
FGa0	0,361	9,995	3,174	3,398 - 3,444
FGa03	0,519	4,470	3,133	3,736 - 4,039
FGa08	0,490	3,182	2,432	2,667 - 2,951

IIC modeline göre hesaplanan sertlik değerleri, plato bölgesi içerisinde olmasa da, bu değerlere çok yakın çıkmıştır.

Vickers mikrosertlik ölçüm sonuçları ile birlikte, bütün modellere göre hesaplanan sertlik değerleri, Çizelge 5'de beraber verilmiştir. Yapılan mikrosertlik hesaplamalarının tamamında numunelerin RISE davranışı gösterdiği sonucu çıkmaktadır. Fakat PSR modelinde hesaplanan sertlik değerleri plato bölgesinden oldukça uzaktır. Bu nedenle bu modeller numuneler için uygun değildir. Hays-Kendall ve IIC modellerinde ise elde edilen sertlik değerleri plato bölgesine çok yakın çıkmıştır. IIC, RISE davranışı gösteren malzemeler için daha çok tercih edildiğinden, numuneler için en uygun model olduğu söylenebilir.

Çizelge 5. PSR, Hays-Kendall ve IIC modelleri ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerleri

Numuneler	H_{psr} (GPa)	H_{HK} (GPa)	H_{IIC} (GPa)	H_V (GPa)
FGa0	3,900	3,542	3,174	3,398 - 3,444
FGa03	5,711	4,524	3,133	3,736 - 4,039
FGa08	3,949	3,245	2,432	2,667 - 2,951

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada Bi-2212 fazının $Bi_{(1,8-x)}Pb_{0,2}Ga_xSr_2CaCu_2O_y$ formülünde, $x=0; 0,3; ve 0,8$ değerlerine göre hazırlanmış örneklerin manyetik, mekanik ve mikroyapısal özellikleri incelenmiştir. XRD ölçümlerinde Ga oranının artmasıyla Bi-2212 fazının kristallerin değişimi ve malzeme içerisinde safsızlık pikleri incelenmiştir.

Yapılan sıcaklığa bağlı alınganlık ölçüm sonuçlarında; numunelerin T_c değerleri; FGa0 için 84,5 K, FGa03 için 76,4 K, FGa08 için 69,5K olarak ölçülmüştür. Bi-Ga kısmi yer değişiminde Bi'nin azalarak Ga'nın yapı içerisindeki oranının artması Bi-2212 fazında T_c değerinin giderek azalmasına ve yapının bozulmasına neden olmuştur. Bu değişimler SEM görüntüleri incelendiğinde de, Ga'nın yapıdaki artışı, amorf yapıların ortaya çıkması ve poroziteyi artırması ile malzemelerin yapısında görülmüştür.

Malzemelerin mikrosertlik ölçümlerinde Ga oranının artmasına bağlı olarak malzemelerin sertliklerinin azaldığı belirlenmiştir. Yük arttıkça sertlik değerlerinin de arttığı ve bütün numunelerin RISE etkisi gösterdikleri sonucuna ulaşılmıştır.

DeneySEL ölçüm sonuçları, Meyer, Hays-Kendall ve IIC modellerine göre değerlendirilmiştir. Hazırlanan cam seramik malzemeler için en kullanışlı analiz modellerinin Hays Kendall ve IIC modelleri olduğu, hesaplanan sertlik değerleri plato bölgesi ile oldukça uyumlu çıkmıştır. Ancak RISE etkisini anlamada en yaygın olarak kullanılan IIC modeli bütün numunelerde, plato bölgesine, Hays Kendall'dan daha yakın sonuçlar verdiği için, bu modelin, örneklerin sertliklerini anlamada en başarılı yöntem olduğu görülmüştür.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışma 05/2016-05 no'lu proje ile Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Birimi tarafından desteklenmiştir.

5. KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Bednorz, J. G., Müller, K. A.: Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. *Condensed Matter*. 64, 189-193 (1986)
2. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T.: A new high-T_c oxide superconductor without a rare earth element. *Jpn. J. Appl. Phys.* 27(2), 209-210 (1988)
3. Michel, C., Hervieu, M., Borel, M. M., Grandin, A., Deslands, F., Provost, J., Ravenau, B.: Superconductivity in the Bi-Sr-Cu-O system. *Zeitschrift Physik B.* (68), 421 (1987)
4. Saritekin, N. K., Uzumcu, A. T.: Improving Superconductivity, Microstructure, and Mechanical Properties by Substituting Different Ionic Pb Elements to Bi and Ca Elements in Bi-2223 Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* (2022)
5. Sedky, A., Salah, A.: Comparative Study of the Effects of La-Substituted Ca in (Bi, Pb):2212 and (Bi, Pb):2223 Superconductors. *Journal of Electronic Materials* (2022) 51:3042–3058 (2022)
6. Ummarino, G. A.: Standard Behaviour of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} Overdoped. *Condens. Matter* 2021, 6, 13 (2021)
7. Gayathri V., Santanu, B., Amaladass, E. P., Kumary, G. T., Pandian, R., Mani, A.: Effects of Pb assisted cation chemistry on the superconductivity of BSCCO thin films. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2021, 23, 12822–12833 (2021)
8. Zhao, X., Wang, D., Wang, T., Hong, S., Jiang, L., Dai, Y., Qi, Y.: Preparation of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+d}(Bi2212) superconductor by Pechini sol–gel method: thermal decomposition and phase formation kinetics of the precursors. *J Mater Sci: Mater Electron* (2020)
9. Kır, E., Özkurt, B., Aytakin, M., The effect of K-Na Co-doping on the formation and particle size of Bi-2212 phase *Physica B.* 490, 79–85 (2016)
10. Asghari, R., Colakerol Arslan, L., Sedghi, H., Naghshara, H.: Synthesis and Characterization of Nb Substitution on (Bi-Pb)-2223 Superconductors. *J Low Temp Phys.*189:15–26 (2017)
11. Asghari, R., Naghshara, H., Arsalan, L., Sedghi, H.: Comparing the Effects of Nb, Pb, Y, and La Replacement on the Structural, Electrical, and Magnetic Characteristics of Bi-Based Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.* 31:3889–3898 (2018)
12. Boussouf, N., Mosbah, M. F., Kalkoul, N., Benhamideche, C.: Effect of Zr Addition on Bi_{1.8}Pb_{0.4}Sr_{2.0}Ca_{1.1}Cu_{2.1}O_y Superconductor. *J Supercond. Nov. Magn.* 30:365–370 (2017)
13. Gül, E., Ozkurt, B., Aytakin, M. E., Ocağoğlu, K.: Structural, electrical and magnetic properties of Au doped Bi-2212 superconductors. *Pamukkale Uni. Muh. Bilim Derg.* 27(1), 70-77 (2021)
14. Ozkurt, B.: Structural, Electric and Magnetic Properties of Bi₂Sr₂Ag_{0.03}Ca₁Cu₂O_y Ceramics Modified by Post-annealing” *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* (2018) 31:2459–2464
15. Khaled, J., Sato, R., Komatsu, T.: Effect of addition on the glass forming ability and superconducting properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O System. *Journal of the Ceramic Society of Japan.* 105 [3], 265-268 (1997)
16. Kazin, P. E., Poltavets, V. V., Poltavets, O. N., Kovalevsky, A. A., Tretyakov, Y.D., Jansen, M.: Formation of Bi-2212 phase and phase assemblage in Ga-doped BSCCO system. *Physica C,* 324, 30–38 (1999)

17. Kannan, Y., Bansal, C., Rajaram, G. "Effect Of Ga₂O₃ Substitution in Bi-2212 Superconductor" Solid State Communications. 81, 1, 109-113, 1992.
18. Çavdar S., Bulut D., İzmirli S., Turan N., Koralay H., GU J Sci, Part C, 10(1): 86-102(2022)
19. Dongqi, L., Hui, Z., Xiang, G., Shengan, Y., Qingming, C.: "Effect of the fabrication process on the electrical properties of polycrystalline Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀. Ceramics International. 42 1728–1732 (2016)
20. Bock, J., Bestgen, H., Elsbner, S., Preisler, E.: Large shaped parts of melt cast BSCCO for applications in electrical engineering. Transactions on applied superconductivity. 3-1 (1993)
21. Z. Ozhanli, E., Yakinci, M. E., Balci, Y., Aksan, M. A.: Crystallization activation energy and hole concentration properties of the Bi₂Sr₂CaxCdxCu₂O_{8+y} Glass-Ceramic Superconductor Rods. Journal of Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism. 15, 6 (2002)
22. Yanmaz, E., Harris, I. R., Abell, J. S.: Direct current zoning (DCZ) and direct current annealing (DCA) of melt-cast Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O rods. Journal of AUoys and Compounds. 185, 311-320 (1992)
23. Tsukamoto, T., Inada, R., Inagaki, N., Andoh, H., Sugiura, T., Oota, .: Alternating-current transport losses of melt-cast processed Bi-2212 bulk superconductor bars. Supercond. Sci. Technol. 16 1246–1251 (2003)
24. Dongqi, L., Hui, Z., Xiang, G., Shengan, Y., Qingming, C.: Effect of the fabrication process on the electrical properties of polycrystalline Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀" Ceramics International 42(2016)1728–1732
25. Kayed, T. S., Cahınlı, N., Aksu, E., Koralay, H., Günen, A., Ercan, İ., Aktürk, S., Çavdar, Ş.: Microstructural, thermal, and electrical properties of Bi_{1.7}V_{0.3}Sr₂Ca₂Cu₃O_x glass-ceramic superconductor. Cryst. Res. Technol. 39, 12, 1063 – 1069 (2004)
26. Hanjin, L., Byrne, J. G.: Effect of precursor history on synthesis of high-T BPSCCO superconductor Journal of Materials Science 31, 234.9-2352 (1996)
27. Koralay, H., Çavdar, Ş., Arslan, A., Ozturk, O., Tasci, A.T., Tugluoglu, N.: Experimental and theoretical approaches for magnetic, superconducting and structural characterization of Bi_{1.75}Pb_{0.25}Sr₂Ca₂Cu_{3-x}Sn_xO_{10+y} glass ceramics. Cryogenics. 88 17–21(2017)
28. Semenenkol, B., Camargo, B. C., Setzer, A., Bohlmann, W., Kopelevich, Y., Esquinazi, P. D.: Magnetization of Bi₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} micrometer thin ring and its depinning line. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. 33:2669–2678 (2020)
29. Francesca, I.V., Hannah, B., Carlo, A., Roland, S.: Effect of In₂O₃ on the grain connectivity and superconducting behavior of Bi₂Sr_{2-x}In_xCaCu₂O_{8+d}. SN Applied Sciences 1:96 (2019)
30. Ozturk, O., Asikuzun, E., Tasci, A.T., Gokcen, T., Ada, H., Koralay, H. Cavdar, S.: Comparison of Vickers microhardness of undoped and Ru doped BSCCO glass ceramic materials. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 29:3957–3966 (2018)
31. Ozturk, O., Gokcen, T., Cavdar, S., Koralay, H., Tasci, A. T.: A study on nucleation, crystallization kinetics, microstructure and mechanical properties of Ru–Bi partial substituted BSCCO glass ceramics. J Therm Anal Calorim 123:1073–1082 (2016)
32. Awad, R., Abou-Aly, A.I., Kamal, M., Anas, M.: Mechanical properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223. Supercond Nov Magn. 24:1947–56 (2011)

33. Sangwal K.: On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. *Mater Chem Phys.* 63:145–52 (2000)
34. Khalil, S. M.: Influence of isothermal hot pressing-doping treatment on the electrical and mechanical properties of bulk Bi-Sr-Ca-Cu-O” *AIP Advances* 2, 042183 (2012)
35. Sangwal, K., Surowska, B.: Study of indentation size effect and microhardness of SrLaAlO₄ and SrLaGaO₄ single crystals. *Materials Research Innovations*, 7:2, 91-104 (2003)
36. Hays, C., Kendall, E. G.: An Analysis of Knoop Microhardness. *Metallography*, 6, 275-282 (1973).
37. Gane, N., Bowden, F. P.: Microdeformation of Solids. *Journal of Applied Physics*, 39, 1432-1435 (1968)
- 38 Awad, R., Abou-Aly, A. I., Kamal, M., Anas, M.: Mechanical Properties of (Cu_{0.5}Tl_{0.5})-1223 Substituted by Pr. *J. Supercond. Nov. Magn.*, 24: 1947-1956 (2011).
39. Li, H., R. Bradt, C.: The Microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. *Journal of Materials Science*, 28, 917-926 (1993)