

Investigation of Mechanical Properties of Gadolinium (Gd) Added High Temperature Superconductor BSCCO

Cem Emeksiz ^{a,1}, Uğur Kölemen ^b, Fikret Yılmaz ^c

^aTokat Gaziosmanpaşa University, Faculty of Engineering and Architecture, Department of Electric-Electronic Engineering 60150 Tokat, Turkey

ORCID ID: 0000-0002-4817-9607

^bYozgat Bozok University, Faculty of Arts and Sciences, 66100 Yozgat, Turkey

ORCID ID: 0000-0002-9866-8062

^cTokat Gaziosmanpaşa University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Physics, Tokat, Turkey

ORCID ID: 0000-0002-1835-4961

Abstract

Mechanical properties of BSCCO superconductor prepared by using the meltquenching method were investigated by dynamic microindentation technique. The indentation load-displacement curves of the BSCCO sample were drawn by different peak load levels ranging from 200 mN to 1800 mN. Microhardness values were calculated from loading-unloading curves. The results showed that the hardness values exhibited peak load dependent (i.e., indentation size effect; ISE) behaviour on BSCCO superconductors. That behaviour was analyzed by the Hays-Kendall approach, the Proportional Specimen Resistance model (PSR), and the Modified PSR models. As a result, Modified PSR model was found to be the most effective one for microhardness determination of BSCCO superconductor.

Keywords: “Superconductors, Mechanical properties, Indentation Size Effect (ISE), BSCCO superconductor”

1. Giriş

Süperiletkenlik davranışı, diyamanyetik özelliklerin ortaya çıkışı ve aynı anda sıfır direnç karakteristiğinden dolayı endüstriyel alanlarda bir dizi yenilikçi teknoloji uygulamaları için hızla geliştirilmiştir [1,2]. Süperiletken tabanlı ürünler sıfır dirençli, güvenilir, verimli, geleneksel muadilleriyle karşılaştırıldığında çevre dostu ve güç kalitesine sahip malzemelerdir [3,4]. Günümüzde bilim adamları Bi-tabanlı seramik malzemelerin yeteneklerinden daha fazla faydalanmak için yoğun çalışmalar sergiliyorlar [5]. Süperiletken malzemeler düşük sıcaklık ve yüksek sıcaklık süperiletkenleri olmak üzere iki ana gruba ayrılır. Mevcut araştırmada tartışılan tip-II süperiletkenler, daha küçük enerji kayıpları, daha düşük güç tüketimi ve büyük manyetik alan akımı kapasitesi nedeniyle istenen özellikleri sergiler. Ayrıca, yüksek sıcaklıkta süperiletken (HTS) malzemeler, yer altı bantları, jeneratörler, filtreler, mıknatıslar, dedektörler, transformatörler, enerji depolama, arıza akımı sınırlayıcı ve manyetik ayırma gibi birçok endüstriyel uygulama için iyi bir adaydır [6-8].

Bizmut stronsiyum kalsiyum bakır oksit (BSCCO) genellikle $(\text{BiPb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_n - 1\text{Cu}_n\text{O}_{2n + 4 + x}$ kimyasal formülüne sahip, bizmutun kurşunla ikame edilen kısmı olan çok fazlı bir seramik kuprat süperiletkenidir [9]. Yaygın olarak belirtilen fazlar Bi-2201 (TC = 8 K), Bi-2212 (TC = 85 K) ve Bi-2223 (TC = 110 K) [10]'dir. Tüm olası fazlardan, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$ fazı 2223 fazı olarak adlandırılır ve en yüksek kritik sıcaklığı sergiler. BSCCO süperiletkeni 1988'de [11] kritik sıcaklığı nitrojenin kaynama noktasının üzerinde olan nadir toprak elementi içermeyen ilk yüksek sıcaklık süperiletken olarak keşfedildi. Tipik bir bakır süperiletken olarak BSCCO, CuO_2 düzlemlerinde yer aldığı yüksek anizotropik özelliklere sahip perovskitten türetilen iki boyutlu katmanlı bir yapıya sahiptir. Bakır oranı en çok incelenen süperiletkenlerden olan BSCCO, manyetik alan kalkanları [12], hatalı akım sınırlayıcıları [13] ve güç teknolojisinde [14] veya mıknatıslarda [15-17] yaygın olarak kullanılmaktadır.

Literatürde BSCCO süperiletken numunelerin üretimi için çeşitli yöntemlerin kullanıldığı bilinmektedir [18,19]. Yaygın olarak kullanılan yöntem, geleneksel katı hal reaksiyonudur. Bununla birlikte, sol-jel gibi bazı ıslak yöntemlerin ise katı hal yöntemine göre birtakım avantajlarının olduğu yapılan çalışmalarda gözlenmiştir. Bu avantajlar; karmaşık inorganik malzemeler üretme yeteneği, daha düşük sentez sıcaklıkları, daha kısa işlem süreleri, öncülerin atomik ölçekte daha fazla karıştırılması ve parçacık boyutunun daha iyi kontrolü olarak sıralanmaktadır. Son araştırmalar, kurutma koşulu, ısıl işlem durumu, karışım

¹ Sorumlu Yazar. Tel.: +0-356-252-1616 Dahili: 2962 ; fax: +0-356-252-1729.

E-posta adresi: cem.emeksiz@gop.edu.tr

çözeltisinin konsantrasyonu, metal iyonu ile birleşip kısaçallı bileşim üretme grupları, koloidal süspansiyonların pH değeri ve nano malzemelerin eklenmesinin BSCCO sisteminin mikroyapısı ve süperiletken parametrelerinin iyileştirilmesinde önemli parametreler olduğunu ortaya koymuştur [20 –22].

Günümüzde malzeme bilimi önemini giderek artıran bir çalışma sahası haline gelmiştir. Bunun en önemli sebepleri arasında, gün geçtikçe artan teknolojik gelişmeler ve bu gelişmelere bağılı olarak daha verimli ve kullanışlı malzemelerin üretiminin zorunlu hale gelmesi yatmaktadır. Savunma sanayi, uzay arařtırmaları, otomotiv sektörü ve elektronik sektörü gibi bir çok alanda kalıcı ve iyi mekanik özelliklere sahip malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Çünkü mekanik özellikler malzemenin ilk ham formundan endüstriyel alanda kullanılabilir hale getirilinceye kadar ki süreçte en belirleyici unsur olarak karşımıza çıkmaktadır. Bununla birlikte mekanik özellikler malzemenin üretim süreçleri ve şartlarına da bağılıdır. Endüstriyel alanlarda ihtiyaç duyulan malzemelerin performanslarının değerlendirilmesinde birçok mekaniksel karakterizasyon teknikleri kullanılmaktadır. Bu kapsamda katı formda bulunan numunelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde en yaygın olarak kullanılan yöntem sertlik testidir [23]. Mekanik özelliklerin arasında sertlik katıların yapısı ile ilişkili en önemli parametredir. Son yıllarda sertlik sadece rutin bir şekilde ölçülen ya da hesaplanan bir parametre olmasının dışında yapısal parametrelerin arařtırılması ile ilişkili birçok yöntemin geliştirilmesinde de tercih edilmektedir. Buradan yola çıkarak bir malzemenin mekaniksel karakterizasyonunun belirlenmesinde sertlik deneylerinin ne kadar önemli olduğunu vurgulamak gerekir.

Bu çalışmada, BSCCO süperiletkenine yapılan Gd katkısının mekanik özellikler üzerindeki etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Özellikle üzerinde durulan ve incelenen en belirleyici mekanik özellikler sertlik, elastik modülü ve akma mukavemeti olmuştur. Sertlik değerlerinin belirlenmesinde yükten bağımsız geliştirilmiş orantılı numune direnci (GOND) modeli önerilmiştir. Önerilen modelin Hays-Kendall ve orantılı numune direnci (OND) modeli ile kıyaslandığında elde edilen sonuçlara göre mikrosertlik analizleri için daha uygun olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bu çalışma ile ilgili alanda yapılacak olan literatür çalışmalarına da önemli ölçüde katkı sağlamak amaçlanmıştır. Çalışmamızda özellikle BSCCO süperiletkeninin seçilmesinin en önemli sebepleri; yüksek geçiş sıcaklığına sahip olması, CuO zincirlerinin bulunmayışı ve malzemeyi yalıtkan davranışa götüren oksijen azalması problemi ile karşılaşılması, farklı fazlar ile geçiş sıcaklıklarının artırılabilmesi ve nadir toprak elementi içermeyen ilk yüksek sıcaklık süperiletkenleri arasında bulunması yer almaktadır.

2. Metodoloji

Çalışmada kullanılmak üzere 1 adet katkısız ve 4 adet farklı oranlarda Gd ilave edilmiş numuneler üretildi. Üretilen bu numunelerin hazırlanması ve mekanik özelliklerinin incelenmesi için kullanılan yöntemlere ilişkin detaylı bilgiler aşağıdaki bölümlerde sunulmaktadır.

2.1. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada BSCCO için kullanılan bileşiğe ($\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3-y}\text{Gd}_y\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{12}$) sırasıyla $y=0.00, 0.010, 0.050, 0.075$ ve 0.10 miktarınca Pb azaltılarak Gd katkısı yapılmıştır. Bu işlemlerde eritme-hızlı soğutma yöntemi uygulanmıştır. Hazırlanan numuneler $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'lik sıcaklıkta eriyik haline getirildi ve ardından hızlı bir şekilde soğutulmuş bir bakır plaka üzerine dökülerek preslenip aniden soğuması sağlandı. Çok ince tabakalar haline gelen numuneler öğütölmek suretiyle tozlaştırıldı ve ilave edilen katkı oranlarına göre tablet haline getirildi. Bu tablet haline getirilen numuneler katkı oranları ölçüsünde sırasıyla X0, X1, X2, X3 ve X4 olarak adlandırıldı [24]. Üretimi gerçekleştirilen numuneler kalıplama ve parlatma işlemlerinden sonra ölçüme hazır hale getirildi.

2.2. Oliver-Pharr Metodu

Oliver ve Pharr 1992 yılında yaptıkları bir çalışmada yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için yeni bir denklem önermişler. Hesaplama için önerilen bu yeni denklem aşağıdaki şekilde ifade edilmektedir [25]:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (1)$$

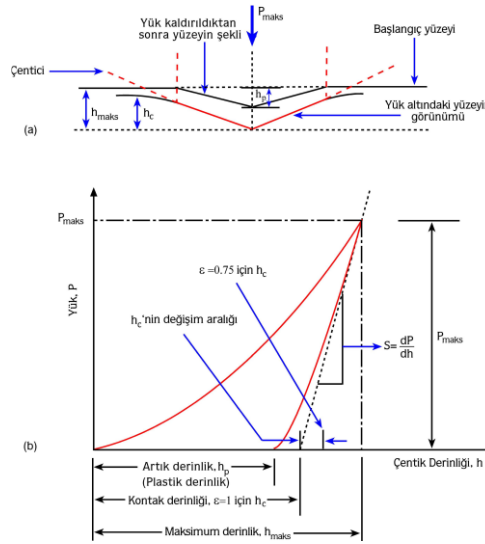
Denklemden yer alan E_r elastik modülü, A_c elastik kontakın izdüşüm alanını göstermektedir. Çentici yatay kesitinin ve Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yer değiştirme eğrisinin gösterildiği Şekil 1. (a-b) incelendiğinde, kontak katılığını temsil eden S , ($S = \frac{dP}{dh}$) ile ifade edilmektedir. Bu da kontak katılığının yük-yer değiştirme eğrisinin boşaltma kısmının başlangıcından deneysel olarak ölçülebileceğini göstermiştir. Bununla birlikte, Şekil 1.(a)'ya göre numuneye yük uygulanması durumunda herhangi bir anda toplam yer değiştirme:

$$h = h_c + h_s \quad (2)$$

h_c , kontak derinliğini h_s , ise kontak çevresindeki yüzeyin yer değiştirmesidir. Maksimum yükün (P_{maks}) numuneye uygulanması durumunda bu yükteki maksimum yer değiştirme h_{maks} 'tır. Çentici tamamen numuneden kaldırıldığında ise numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p ile gösterilir (Şekil 1.b). Deneysel olarak kontak derinliği Denklem 3 ile hesaplanır:

$$h_c = h_{maks} - h_s \quad (3)$$

Bu eşitlikte h_{maks} değeri deneysel olarak ölçülebilmektedir. Esas olan yük-yer değiştirme eğrisinden yola çıkarak kontak çevresindeki yüzey yer değiştirmesi h_s 'nin belirlenmesidir.



Şekil 1. (a) Çentiğin yatay kesiti; (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yer değiştirme eğrisi

Çentici geometrisi kontak çevresindeki yüzey eğriliğinde esas rol oynar. Bu nedenle Sneddon konik bir çentici için kontak dışı yüzey alanını belirlenmesinde Denklem 4'ü oluşturmuştur [26].

$$h_s = \frac{(\pi - 2)}{\pi} (h - h_p) \quad (4)$$

Denklem 4'te yer alan $(h - h_p)$ ifadesi h ile yer değiştirmiş olup Sneddon tarafından Denklem 5'teki gibi tekrar düzenlenmiştir.

$$(h - h_p) = 2 \frac{P_{maks}}{S} \quad (5)$$

Denklem 5 denklem 4'te yerine yazılıp tekrar düzenlenecek olursa kontak derinliği;

$$h_c = h_{maks} - \epsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (6)$$

ile hesaplanır. ϵ 'nin Berkovich uç için değeri sabit olup 0.72'dir.

2.3. Hays-Kendall Yaklaşımı

Numuneler üzerinde kalıcı bir deformasyonun meydana gelebilmesi için minimum bir yük değerinin (W) olması gerekliliği Hays ve Kendall tarafından ileri sürülmüştür [27]. Bu öneriye göre uygulanan yük değeri bu direnci aşmaz ise bu durumda numunede kalıcı bir deformasyondan söz edilmez ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Bu nedenle numunede kalıcı deformasyonu oluşturacak olan etkin yükün hesaplanmasında aşağıdaki ifadeyi sunmuşlardır:

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2 \quad (7)$$

C_1 ifadesi yüke bağlı bir sabit değerdir. Maksimum yük ve kontak derinliğine bağlı olarak hesaplanan sertlik değeri ($H = 0.0378 \frac{P_{maks}}{h_c^2}$) olup bu denklemde P_{maks} yerine P_{etkin} değeri konularak yükten bağımsız sertlik değeri hesaplanır.

$$H_{HK} = 0.0378 \frac{P_{maks} - W}{h_c^2} = 0.0378 C_1 \quad (8)$$

2.4. Orantılı Numune Direnci Modeli (OND)

Orantılı numune direnci modeli ilk olarak Li ve Bradt tarafından ortaya konulmuştur. Bu model Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş bir formu olarak da düşünülebilmektedir. Bu modelde yer alan temel yaklaşım çentik derinliğinin doğrusal arttığı ve numune direncinin sabit olmadığıdır [28].

$$W = a_1 h_c \quad (9)$$

Buna göre girme derinliği ile etkin çentme yükü arasındaki ilişki Denklem 10 ile ifade edilir. Denklemde yer alan a_1 ve a_2 kullanılan malzemeler için sabitlerdir. Özellikle Li ve Bradt'ın yapmış olduğu analizler neticesinde ilgili parametrelerin malzemelerdeki plastik ve elastik özellikleri ile ilişkili olduğu ortaya çıkmıştır. Özellikle a_2 katsayısı yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsüdür.

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1 h_c = a_2 h_c^2 \quad (10)$$

Çentici olarak Vickers çentici ile yapılan bir mikroçentme deneyi için H_{PSR} doğrudan a_2 'den elde edilebilir.

$$H_{OND} = \frac{P_{etkin}}{h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1 h_c}{26.43 h_c^2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (11)$$

Denklem 10 düzenlenecek olursa aşağıdaki şekilde yazılabilir.

$$\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2 h_c \quad (12)$$

Buna göre a_1 ve a_2 parametreleri $\frac{P_{maks}}{h_c} - h_c$ grafiğinden tespit edilebilir. Görülüyor ki orantılı numune direnci modelinin uygulanabilirliği ($H_{OND1} = \frac{P_{maks} - a_1 h_c}{26.43 h_c^2}$ ve ($H_{OND2} = \frac{a_2}{26.43}$ denklemlerinden elde edilen H_{OND} değerleri karşılaştırılmak suretiyle gerçekleştirilir.

2.5. Geliştirilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli (GOND)

Gong ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada orantılı numune direnci modelinin Denklem 13 ile geliştirilmesini önermişlerdir [29].

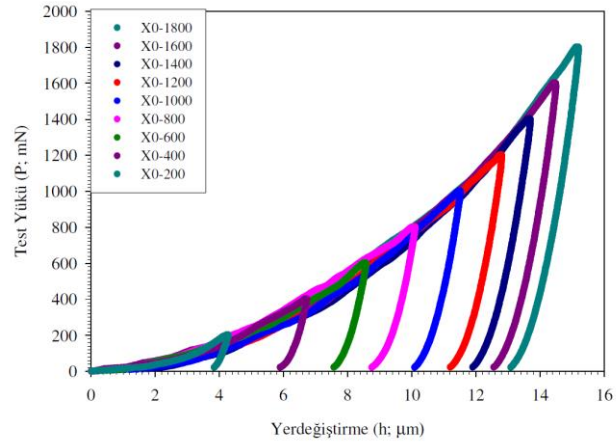
$$P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (13)$$

Denklemde yer alan a_1 ve a_2 Denklem 10'da verilen fiziksel özelliklerin aynısı olmakla birlikte a_0 yüzey işlemlerinden kaynaklanan artık zor ile ilgili bir sabiti temsil etmektedir. Geliştirilmiş orantılı numune direnci modelinde de orantılı numune direnci modelinde olduğu gibi yükten bağımsız sertlik değerlerinin hesaplanmasında iki farklı yol izlenebilmektedir. Bunlar:

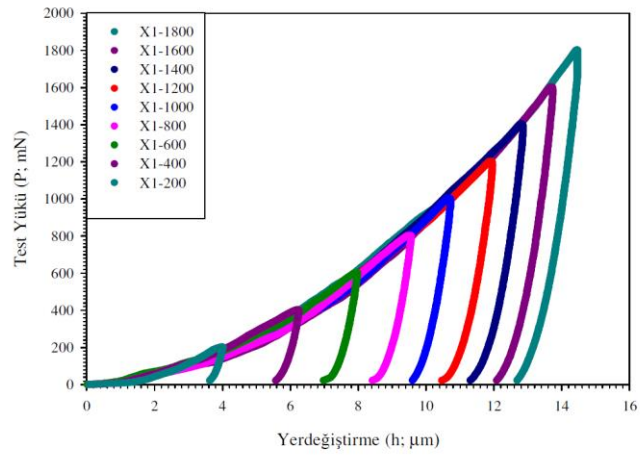
$$\left\{ \begin{aligned} H_{GOND1} &= \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 h_c}{26.43 h_c^2} \right) \\ H_{GOND2} &= \frac{a_2}{26.43} \end{aligned} \right\} \quad (14)$$

3. Sonuçlar ve Tartışma

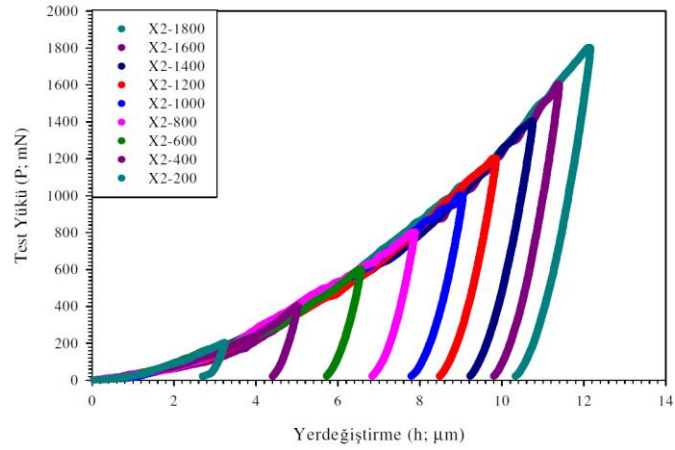
Derinlik duyarlı mikroçentme cihazı ile her bir numuneye uygulanan farklı yükler karşısındaki yer değiştirmeleri Şekil 2-6'da gösterilmektedir.



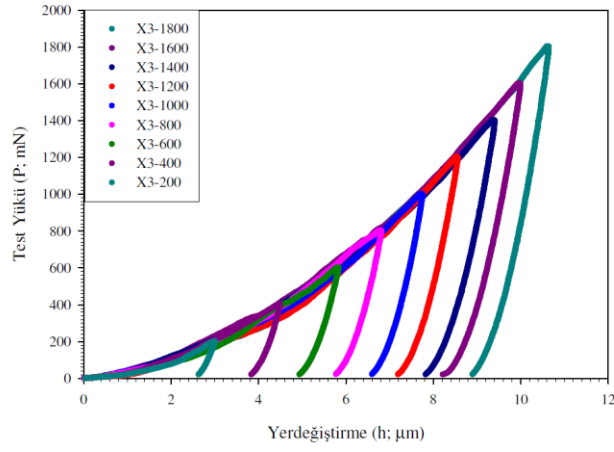
Şekil 2. X0 numunesinden elde edilen yük-yer deęiřtirme eęrileri



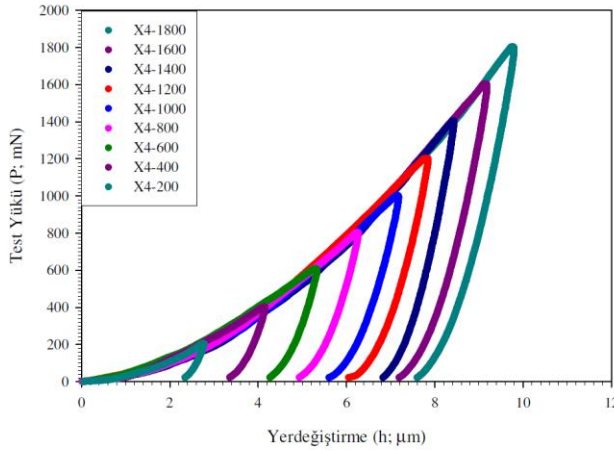
Şekil 3. X1 numunesinden elde edilen yük-yer deęiřtirme eęrileri



Şekil 4. X2 numunesinden elde edilen yük-yer deęiřtirme eęrileri



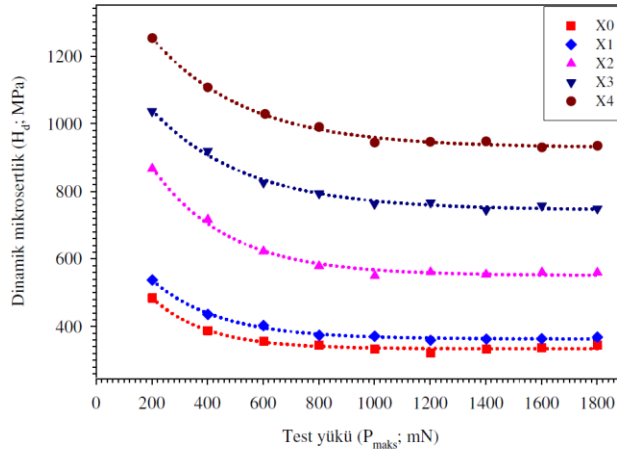
Şekil 5. X3 numunesinden elde edilen yük-yer değiştirme eğrileri



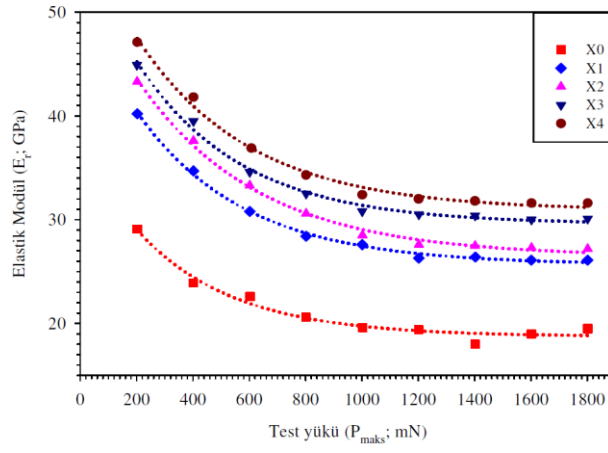
Şekil 6. X4 numunesinden elde edilen yük-yer değiştirme eğrileri

Tüm numunelerin yük-yer değiştirme eğrileri incelendiğinde özellikle yükleme kısımlarının hemen hemen benzer davranışlar sergilediği görülmektedir. Bu durum mikro ölçekli deformasyon karakteristiklerinin tüm numunelerde benzer bir yapıya sahip olduklarının göstergesidir. Ayrıca eğrilerden malzemelerin elastoplastik davranış tipini sergilediğini de rahatlıkla söyleyebiliriz. Numunelerin eğrileri karşılaştırıldığında katkılama ya bağlı olarak yüksek sertliğe sahip olanlarda eğri sağa doğru kayarken sertlik değerleri düşüktüğüne eğri sola doğru kaymaktadır.

Numunelerin test yüklerine bağlı olarak dinamik mikrosertliklerinin ve elastik modüllerinin değişimleri Şekil 7-8'de gösterilmektedir. Numunelerdeki sertlik değişimlerine bakıldığında artan yükte birlikte exponansiyel olarak azalma eğilimi göstermektedir ve yaklaşık 1200 mN civarında yatay olarak doğrusallaştığı görülmektedir.

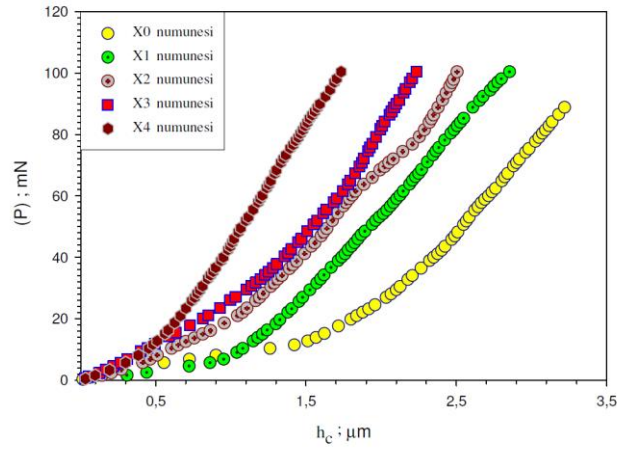


Şekil 7. Numunelerin dinamik mikrosertliğinin test yüküne bağlı olarak değişimi



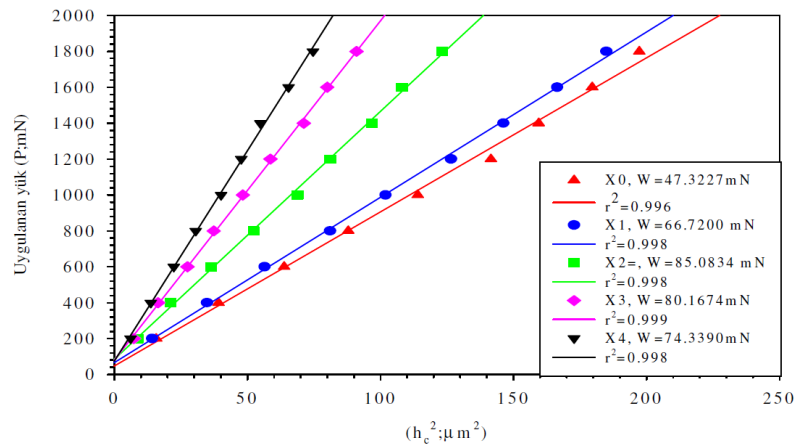
Şekil 8. Numunelerin elastik modülünün test yüküne bağlı olarak değişimi

Yapılan analizler neticesinde yapılan katkılama ile numunelerin sertliklerinde artış meydana geldiği açıkça görülmektedir. Bunun yanı sıra belirlenen aynı zaman dilimleri için aynı yük aralıkları ve yükleme hızlarında numunelerdeki deformasyon davranışları (Şekil 9) da hangi malzemenin daha sert olduğunu belirlemede bir ölçüdür.



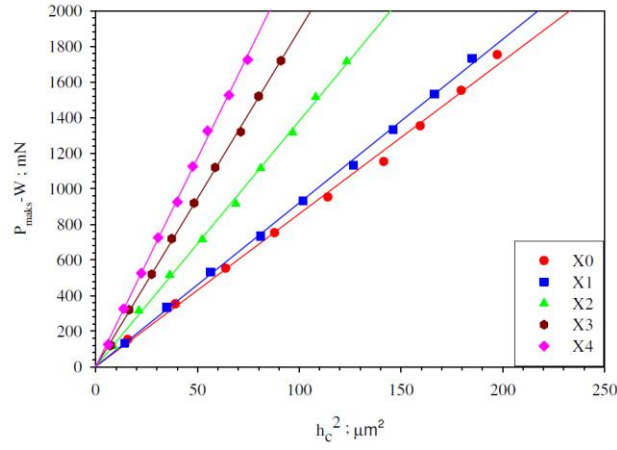
Şekil 9. Numunelerin 100 mN'a kadar olan $P-h_c$ grafiği

Çalışmada yükten bağımsız sertlik değerlerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemlerden Hays-Kendall yaklaşımına göre $P-h_c^2$ grafiğinin değişimi Şekil 10'da sunulmaktadır. Grafikler incelendiğinde korelasyon katsayılarının oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Ayrıca W değerlerinin farklı katkılamalara bağlı olarak kısmen bir artış sergilediği de nettir.



Şekil 10. Numunelerin Hays-Kendall Kanununa göre $P-h_c^2$ grafiği

Bu yaklaşıma göre Şekil 11'deki grafikten elde edilen eğim bize yükten bağımsız sertlik (H_{HK}) değerini vermektedir.



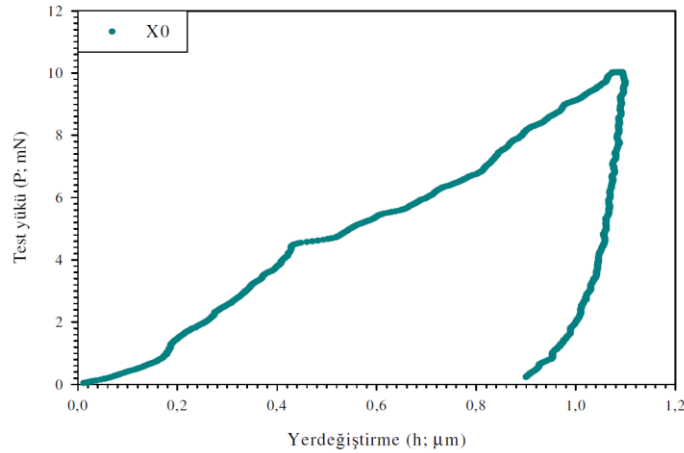
Şekil 11. Numunelerin ($P_{maks}-W$)- h_c^2 grafiği

Hays-Kendal modelinden elde edilen C_1 ve H_{HK} ; yükten bağımsız sertlik değerleri Tablo 1’de sunulmaktadır.

Tablo 1. Hays-Kendal modeline göre yükten bağımsız sertlik ve C_1 değerleri

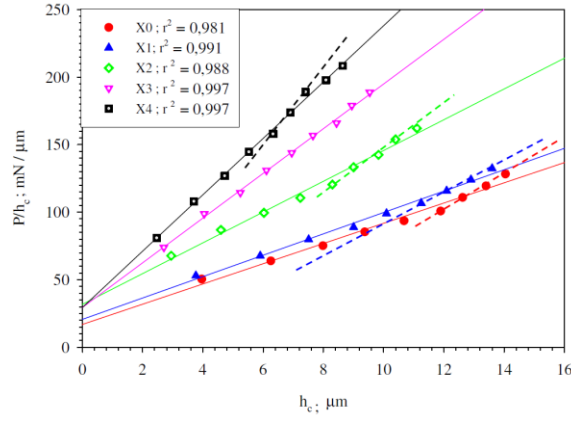
X0		X1		X2		X3		X4	
H_{HK} (MPa)	C_1 (μm)	H_{HK} (MPa)	C_1 (μm)	H_{HK} (MPa)	C_1 (μm)	H_{HK} (MPa)	C_1 (μm)	H_{HK} (MPa)	C_1 (μm)
324.3	8.58	347.7	9.2	521.6	13.8	714.4	18.90	885.6	23.43

Yükten bağımsız sertlik değerleri her ne kadar plato değerine yakın olarak gözüküyor olsa da, numunelerde kalıcı deformasyon meydana getirmek için gerekli minimum değer Şekil 10’da gösterilen değerden yüksek olması gerektiği sonucuna varıldı. Yani X0 numunesinde kalıcı bir deformasyon oluşturulması için bu numune üzerine uygulanması gereken olan minimum yük miktarının 47.3227 olduğu görülmektedir. Bunu doğrulamak adına aynı numuneye aynı şartlar altında 10 mN’luk bir yükleme işlemi daha yapıldı. Şekil 12’de elde edilen yük-yer değiştirme eğrisi incelendiğinde aslında numune üzerinde kalıcı deformasyonun oluşmasında başlangıç yük değerinin 10 mN’den daha küçük olduğu görülmektedir. Bu durum Hays-Kendall yaklaşımının mikrosertlik verilerinin analizinde kullanılmasının uygun olmadığını göstermiştir.



Şekil 12. X0 numunesinin 10 mN’luk yük için yük-yer değiştirme eğrisi

Orantılı numune direnci modeline göre oluşturulan P/h_c-h_c grafiği Şekil 13’te gösterilmektedir. Şekil 13’te yer alan grafiklerin eğimleri a_2 katsayısını, y- eksenini kestiği noktalar ise a_1 değerini vermektedir.



Şekil 13. Numunelerin OND Modeline göre P/h_c-h_c grafiği

a_1 değerini kullanarak hesaplanan H_{OND1} ve a_2 değerini kullanarak hesaplanan H_{OND2} değerleri Tablo 2-6’de verilmektedir.

Tablo 2. X0 numunesine ait hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri

X0					
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ (mN)	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ (mN)	H_{OND1} (MPa)	H_{OND2} (MPa)
200	67.212			318.947	
400	105.996			283.943	
600	135.307			275.414	
800	158.789			275.944	
1000	180.858	16.934	7.481	271.733	283.05
1200	201.507			266.825	
1400	213.871			281.377	
1600	226.933			289.307	
1800	237.895			299.504	

Tablo 3. X1 numunesine ait hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri

X1					
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ (mN)	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ (mN)	H_{OND1} (MPa)	H_{OND2} (MPa)
200	77.927			324.810	
400	122.038			301.571	
600	155.290			297.974	
800	186.113			286.369	
1000	208.645	20.665	7.909	293.730	299.27
1200	232.468			289.289	
1400	249.912			297.544	
1600	266.593			303.151	
1800	281.052			310.714	

Tablo 4. X2 numunesine ait hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri

X2					
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ (mN)	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ (mN)	H_{OND1} (MPa)	H_{OND2} (MPa)
200	93.995			459.909	
400	146.564			452.238	
600	191.956			424.482	
800	230.307			411.701	
1000	264.157	31.829	11.376	404.217	430.44
1200	286.571			426.347	
1400	313.012			425.263	
1600	331.002			443.971	
1800	353.432			443.897	

Tablo 5. X3 numunesine ait hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri

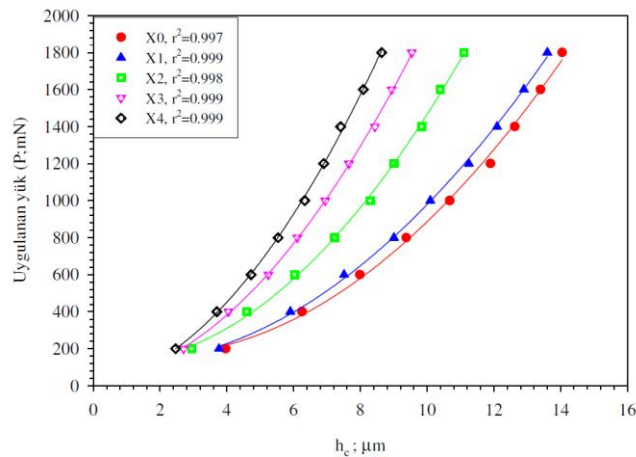
X3					
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{OND1} (MPa)	H_{OND2} (MPa)
200	79.743			620.598	
400	119.301			647.202	
600	154.500			612.458	
800	180.013			627.857	
1000	204.737	29.450	16.540	622.595	625.18
1200	225.588			628.346	
1400	248.545			611.683	
1600	263.447			631.959	
1800	280.991			631.344	

Tablo 6. X4 numunesine ait hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerleri

X4					
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{OND1} (MPa)	H_{OND2} (MPa)
200	72.567			790.297	
400	108.824			802.957	
600	138.905			780.436	
800	162.562			878.749	
1000	186.106	29.379	20.862	767.417	789.33
1200	202.850			791.405	
1400	217.686			814.812	
1600	237.691			787.478	
1800	253.870			783.448	

Şekil 13 dikkatli bir şekilde incelendiğinde teorik olarak beklenenden farklı bir şekilde lineerlikten sapmalar görülmektedir. Özellikle Quinn ve Quinn tarafından yapılan bir çalışmada sertlik-test yükü eğrisinin belirli bir sertlik değerine geldiğinde platoya ulaştığı gözlemlenmiştir [30]. Bu değer gerçek sertlik değerine karşılık geldiğini öne sürmüşler. Quinn ve Quinn yaklaşımına göre OND modeli kullanılarak hesaplanan H_{OND1} ve H_{OND2} değerlerinin platoya geçiş değerleri oldukça uzaktır. Bu nedenle OND modelinin de BSCCO süperiletkeninin gerçek sertlik değerlerinin hesaplanmasında yetersiz olduğu belirlenmiştir.

Son olarak GOND modeline göre elde edilen $P_{maks}-h_c$ grafiği Şekil 14'te gösterilmektedir. GOND modeline göre de H_{GOND1} ve H_{GOND2} olmak üzere iki farklı yükten bağımsız sertlik değerleri hesaplanabilmektedir. a_1 ve a_2 değerleri $P(h)$ verilerinin $P_{maks}-h_c$ grafiğinden elde edilmektedir.

**Şekil 14. Numunelerin GOND Modeline göre $P-h_c$ grafiği**

GOND modeline göre elde edilen H_{GOND1} ve H_{GOND2} değerleri her bir numune için sırasıyla Tablo 7-11'de sunulmaktadır.

Tablo 7. X0 numunesine ait hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} deęerleri

X0						
P (mN)	a_{1hc} (mN)	a_0 (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{GOND1} (MPa)	H_{GOND2} (MPa)
200	-59.011				346.151	
400	-92.415				394.370	
600	-117.597				394.439	
800	-140.938				378.795	
1000	-158	128.919	-15.649	10.065	381.968	380.843
1200	-176.041				372.886	
1400	-189.250				377.808	
1600	-201.882				380.349	
1800	-212.832				385.371	

Tablo 8. X1 numunesine ait hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} deęerleri

X1						
P (mN)	a_{1hc} (mN)	a_0 (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{GOND1} (MPa)	H_{GOND2} (MPa)
200	-142.778				352.353	
400	-225.167				414.401	
600	-287.431				409.748	
800	-337.313				405.057	
1000	-384.195	196.083	-35.974	10.495	394.132	397.098
1200	-428.058				382.663	
1400	-454.323				393.373	
1600	-482.070				397.380	
1800	-505.356				404.413	

Tablo 9. X2 numunesine ait hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} deęerleri

X2						
P (mN)	a_{1hc} (mN)	a_0 (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{GOND1} (MPa)	H_{GOND2} (MPa)
200	-41.562				484.840	
400	-64.807				597.777	
600	-84.878				577.428	
800	-101.836				557.921	
1000	-116.804	129.811	-14.074	14.762	542.181	558.547
1200	-126.715				558.661	
1400	-138.406				551.086	
1600	-146.361				565.566	
1800	-156.279				560.474	

Tablo 10. X3 numunesine ait hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} deęerleri

X3						
P (mN)	a_{1hc} (mN)	a_0 (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$ $\frac{(mN)}{(\mu m)^2}$	H_{GOND1} (MPa)	H_{GOND2} (MPa)
200	52.332				628.089	
400	78.293				681.900	
600	101.393				649.781	
800	118.136				664.231	
1000	134.362	25.959	19.327	17.386	657.368	657.813
1200	148.046				661.609	
1400	163.111				643.277	
1600	172.891				662.503	
1800	184.404				660.699	

Tablo 11. X4 numunesine ait hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} değerleri

X4						
P (mN)	$a_1 h_c$ (mN)	a_0 (mN)	$\frac{a_1}{(\mu m)}$	$\frac{a_2}{(\mu m)^2}$	H_{GOND1} (MPa)	H_{GOND2} (MPa)
200	72.773				793.280	
400	109.133				804.000	
600	139.300				780.932	
800	163.023				788.028	
1000	186.635	-0.686	29.462	20.867	767.567	789.523
1200	203.425				791.493	
1400	218.304				814.860	
1600	238.365				787.485	
1800	254.591				783.432	

Hesaplanan H_{GOND1} ve H_{GOND2} değerleri incelendiğinde her ikisinin de OND modeline göre plato değerine daha yakın olduğu görülmektedir. Literatürde farklı malzemeler üzerinde çalışmalar yapan araştırmacıların vurguladıkları en önemli noktanın yükten bağımsız sertlik değerlerinin plato bölgesine yakın olması gerekliliğidir. Bu nedenle deneysel olarak elde edilen verilerin yüksek korelasyona sahip olmaları ve elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin plato değerine oldukça yakın olması nedeniyle GOND modelinin bu çalışmada kullanılan mikrosertlik analizlerinde kullanılması en uygun model olduğu tespit edilmiştir. Özellikle GOND modeli ile elde edilen $a_1 h_c$ değerlerinin OND modeline göre, W değerlerinin de Hays-Kendall yaklaşımına göre oldukça düşük olduğu görülmüştür.

Yapılan analizlerden elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

1. Diğer süperiletkenlere benzer şekilde BSCCO süperiletkeni çentik boyutu etkisi (ÇBE) gösterir.
2. Hays-Kendall yaklaşımıyla tahmin edilen W (kalıcı deformasyon oluşturmak için gerekli olan minimum yük) olması gereken değerinden oldukça yüksektir.
3. P/h_c-h_c eğrisinin iki farklı eğim göstermesinden dolayı, OND modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin analizinde bu modelinin yetersiz olduğu sonucuna varıldı.
4. Yüksek korelasyon sabiti göz önünde bulundurulduğunda, GOND modeliyle hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin, diğer modellerden elde edilen sertlik değerlerinden daha uygun olduğunu söylemek mümkündür.
5. Gd atomlarının süperiletken taneler arasındaki zayıf bağları kuvvetlendirici şekilde rol oynayarak temiz BSCCO süperiletkeninin Gd katkısı ile birlikte sertliğinin arttığı sonucuna varıldı.

Referanslar

- [1] A.T. Ulgen, T. Turgay, C. Terzioglu, G. Yildirim and M. Oz, "Role of Bi/Tm substitution in Bi-2212 system on crystal structure quality," Pair wave function and polaronic states, vol.764, pp.755-766, 2018.
- [2] A. Costa, F.M., N.M. Ferreira, S. Rasekh, A.J.S. Fernandes, M.A. Torres, M.A. Madre and J.C. Diez, Sotelo, "Very large superconducting currents induced by growth tailoring," Cryst. Growth Des. vol.15, pp.2094-2101, 2015.
- [3] B. Wang, Y. Ren, Z. Deng, J. Zheng, W. Zhang, J. Zhang and X. Zheng, "A high-temperature superconducting maglev-evacuated tube transport (HTS maglev-ETT) test system," IEEE Trans. Appl. Supercond. vol.27, pp.1-8, 2017.
- [4] H. Wang, J. Zhang, X. Niu, B. Tian, H. Hui and Y. Xin, "Electrical insulation of HTS coils in saturated iron core superconducting fault current limiter," IEEE Trans. Appl. Supercond. vol.24, pp.1-4, 2014.
- [5] R.S. Dondapati, A. Kumar, G.R. Kumar, P.R. Usurumarti and S. Dondapati, "Superconducting magnetic energy storage (SMES) devices integrated with resistive type superconducting fault current limiter (SFCL) for fast recovery time," J. Energy Storage. vol.13, pp.287-295, 2017.
- [6] G. Yildirim, "Determination of optimum diffusion annealing temperature for Au surface-layered Bi-2212 ceramics and dependence of transition temperatures on disorders," J. Alloy. Comp. vol.699, pp.247-255, 2017.

- [7] Y. Zalaoglu, F. Karaboga, C. Terzioglu and G. Yildirim, "Improvement of mechanical performances and characteristics of bulk Bi-2212 materials exposed to Au diffusion and stabilization of durable tetragonal phase by Au," *Ceram. Int.* 0-1, 2017, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.02.104>.
- [8] S. Safran, H. Ozturk, F. Bulut and O. Ozturk, "The influence of re-pelletization and heat treatment on physical, superconducting, magnetic and micro-mechanical properties of bulk BSCCO samples prepared by ammonium nitrate precipitation method," *Ceram. Int.* 1-7, 2017, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.08.114>.
- [9] N. Hudakova, V. Plechacek, P. Dordor, K. Flachbart, K. Knizek, J. Kovac et al., "Influence of PB concentration on microstructural and superconducting properties of BSCCO superconductors," *Supercond Sci Technol*, vol.8 no.5, p.324, 1995.
- [10] C.S. Lim, L. Wang, C.K. Chua, Z. Sofer, O. Jankovsk'y and M. Pumera, "High temperature superconducting materials as bi-functional catalysts for hydrogen evolution and oxygen reduction," *J Mater Chem A*, vol.3, no.16, p.8346, 2015.
- [11] H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi and T. Asano, "A new high-Tc oxide superconductor without a rare-earth element," *Jpn J Appl Phys 2 Lett*; 27(2):L209. L. Bass, P. Clements, and R. Kazman, *Software Architecture in Practice*, 2nd ed. Reading, MA: Addison Wesley, 2003. [E-book] Available: Safari e-book. 1988.
- [12] H. Ohta, A. Koike, K. Hoshino, H. Kotaka, E. Sudoh, K. Kato et al., "Neuromagnetic squid measurements in a helmet-type superconducting magnetic shield of BSCCO," *IEEE Trans Appl Supercond*, vol.3, no.1, p.1953, 1993.
- [13] J.S. Lamas, C.A. Baldan, C.Y. Shigue, A. Silhanek and V. Moshchalkov, "Electrical and magnetic characterization of BSCCO and YBCO HTS tapes for fault current limiter application," *IEEE Trans Appl Supercond*, vol.21, no.3, p.3398, 2011.
- [14] J.R. Hull, "Applications of high-temperature superconductors in power technology," *Rep Prog Phys*, vol.66, no.11, p.1865, 2003.
- [15] S. Cauffman, M. Blank, P. Cahalan, K. Felch, R.W. McGhee and M. Coffey, "Operation of a 95 GHz 100 kW gyrotron in a high-T-c(BSCCO) magnet," In: *IEEE*. 2006.
- [16] M. Kang, Y. Kim, H. Lee, G. Cha and K. Ryu, "Magnetic field and critical current of a BSCCO HTS magnet at various aspect ratios," *IEEE Trans Appl Supercond*, vol.21, no.3, p.2271, 2011.
- [17] R.W. McGhee, E.E. Burkhardt, A. Berryhill and D.M. Coffey, "Design and test results of a BSCCO-2223 magnet for gyrotron application," *IEEE Trans Appl Supercond*, vol.15, no.2, p.1189, 2005.
- [18] H. Fallah-Arani, S. Baghshahi, A. Sedghi, D. Stornaiuolo, F. Tafuri, D. Massarotti and N. Riahi-Noori, "The influence of heat treatment on the microstructure, flux pinning and magnetic properties of bulk BSCCO samples prepared by sol-gel route," *Ceram. Int.*, vol.44, pp.5209-5218, 2018, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.12.128>.
- [19] G. Kirat, O. Kizilaslan and M.A. Aksan, "Effect of the Er-substitution on critical current density in glass-ceramic $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Er}_x\text{O}_{10+\delta}$ superconducting system," *Ceram. Int.* vol.42, pp. 15072-15076, 2016.
- [20] H. Yang, M.B. Shahzad, X. Yu and Y. Qi, "Influence mechanism of secondary gel technique on Bi-2212 superconducting phase: gel model simulation and verification," *Mater. Des.*, vol.99, pp. 115-119, 2016.
- [21] D.C. Green, R. Boston, S. Glatzel, M.R. Lees, S.C. Wimbush, J. Potticary, W. Ogasawara and S.R. Hall, "On the mechanism of cuprate crystal Growth: the role of mixed metal carbonates," *Adv. Funct. Mater.*, vol.25, pp. 4700-4707, 2015.
- [22] M.E. Kir, B. Özkurt and M.E. Aytekin, "The effect of K-Na co-doping on the formation and particle size of Bi-2212 phase," *Phys. B Condens. Matter* vol.490, pp. 79-85, 2016.
- [23] O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, B. Düzgün and N. Ucar, "Indentation size effect and microhardness study of β -Sn single crystals," *Chin. Phys. Lett.*, vol.22, pp.3137-3140, 2005.
- [24] A. Ekicibil, A. Coskun, B. Ozcelik and K. Kıymac, "The Effect Of Gd Concentration On The Physical of $\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.3-x}\text{Gd}_x\text{Sr}_2\text{Ca}_3\text{Cu}_4\text{O}_{12+y}$ Superconductors," *Journal of Low Temperature Physics*, vol.140, pp.105-117, 2005.
- [25] W.C. Oliver, G.M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. Mater. Res.* vol.7, no.6, pp.1564-1583, 1992.

[26] I.N. Sneddon, "The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussines problem for a punch of arbitrary profile," *International Journal of Science Engineering*, vol.3, pp.47-57, 1965.

[27] C. Hays and E.G. Kendall, "An analysis of Knoop microhardness," *Metall.*, vol.6, pp. 275-282, 1973.

[28] H. Li and R.C. Bradt, "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals," *Journal of Materials Science*, vol.28, pp.917-926, 1993.

[29] J. Gong, J. Wu and Z. Guan, "Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, vol.19, pp.2625-2631, 1999.

[30] J.B. Quinn and V.D. Quinn, "Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach," *Journal of Materials Science*, vol.32, pp.4331-4346, 1997.