

The Effect of Sintering Number on Crystallographic and Microhardness Properties of MgB_2 Samples Obtained by Mixing Ready MgB_2 Powders and Mg and B Powders

Naki KAYA^{1,*} 0000-0003-2287-676X Serap SAFRAN² 0000-0001-5084-9369

¹ T.C. İstanbul Arel University, Vocational School, Opticianry Program, 34295, Küçükçekmece/İSTANBUL

² Ankara University, Faculty of Sciences, Department of Physics, 06100, Tandoğan/ANKARA

Article Info:

Research article

Received: 28.02.2022

Revision: 01.04.2022

Accepted: 25.04.2022

Highlights

- Superconductivity.
- Mechanical Properties.
- Structural Properties.

Keywords

MgB_2

XRD Method

Vickers Method

Graphical/Tabular Abstract

In this study classical solid state reaction method were used. The samples were prepared in the Solid State Laboratory of the Physics Department of Ankara University. Figure A shows the experimental process.

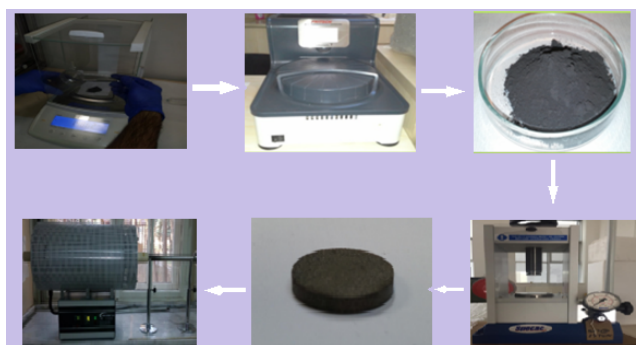


Figure A. Experimental process

Purpose: The main purpose of this study is to examine how the sintering number on crystallographic and microhardness properties of MgB_2 samples obtained by mixing ready MgB_2 powders and Mg and B powders, which is obtained by solid state reaction method.

Theory and Methods: In this study, classical solid state reaction method in sample preparation, X-Ray Diffraction Method in crystallographic analysis; In microhardness analysis, Vickers Method; Meyer's Law, Proportional Sample Resistance Model (PSR), Hays-Kendall Approach (HK) and Elastic/Plastic Deformation Model (EPD) are used for microhardness modelling.

Results: As a result of the analyzes, it was seen that the ready samples had better results in general.

Conclusion: The result shows that that the characteristic peaks of MgB_2 are dominant in all samples, in general, increasing the number of heat treatments decreased the particle size and spacing between the planes in the samples, and caused a general increase in the lattice parameters. Meanwhile, it is observed that Meyer's Law is the most successful model in explaining the microhardness character of the samples and all samples exhibited Indentation Size Effect (ISE) behavior.



The Effect of Sintering Number on Crystallographic and Microhardness Properties of MgB₂ Samples Obtained by Mixing Ready MgB₂ Powders and Mg and B Powders

Naki KAYA^{1,*} 0000-0003-2287-676X Serap SAFRAN² 0000-0001-5084-9369

¹T.C. İstanbul Arel Üniversitesi, Meslek Yüksekokulu, Optisyenlik Programı, 34295, Küçükçekmece/İSTANBUL.

²Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, 06100, Tandoğan/ANKARA.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
 Başvuru: 28.02.2022
 Düzeltilme: 01.04.2022
 Kabul: 25.04.2022

Keywords

MgB₂
 XRD Method
 Vickers Method

Anahtar Kelimeler

MgB₂
 XRD Yöntemi
 Vickers Yöntemi

Abstract

In this study, it is investigated comparatively how the heat treatment number of MgB₂ samples obtained by mixing the MgB₂ powders purchased and elemental Mg and B powders changed on the crystallographic and microhardness properties. Within the scope of this study, ready-made MgB₂ powders and Mg-B powders are mixed and pressed in stoichiometric ratios and turned into 4 tablets of 1 gram each. Tablets are sintered 1, 2, 3 and 4 times at 670 °C in a 10 bar argon atmosphere for 60 minutes and subjected to crystallographic and microhardness analysis. Classical solid state reaction method in sample preparation, X-Ray Diffraction Method in crystallographic analysis; In microhardness analysis, Vickers Method; Meyer's Law, Proportional Sample Resistance Model (PSR), Hays-Kendall Approach (HK) and Elastic/Plastic Deformation Model (EPD) are used for microhardness modelling. The result shows that the characteristic peaks of MgB₂ are dominant in all samples, in general, increasing the number of heat treatments decreased the particle size and spacing between the planes in the samples, and caused a general increase in the lattice parameters. Meanwhile, it is observed that Meyer's Law is the most successful model in explaining the microhardness character of the samples and all samples exhibited Indentation Size Effect (ISE) behavior.

Hazır MgB₂ Tozları ile Mg ve B Tozlarının Karışımı Yolu ile Elde Edilen MgB₂ Numunelerinin Kristalografik ve Mikrosertlik Özellikleri Üzerinde Sinterleme Sayısının Etkisi

Öz

Bu çalışmada hazır olarak satın alınan MgB₂ tozları ile elementel Mg ve B tozlarının karışımı yolu ile elde edilen MgB₂ numunelerinin ısı işlem sayısının kristalografik ve mikrosertlik özellikleri üzerinde nasıl bir değişim meydana getirdiği karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Bu çalışma kapsamında hazır MgB₂ tozları ve Mg-B tozları stokiometrik oranlarda karıştırılıp preslenerek 1'er gram halinde 4 adet tablete dönüştürülmüştür. Tabletler 1, 2, 3 ve 4 kez 670 °C'de 10 bar argon atmosferinde 60 dakika boyunca ayrı ayrı sinterlenip, kristalografik ve mikrosertlik analizine tabi tutulmuştur. Numune hazırlama aşamasında klasik katıhal reaksiyon yöntemi, kristalografik analizlerde, X-Işını Kırınım Yöntemi; Mikrosertlik analizlerinde, Vickers Yöntemi; Mikrosertlik modellerinde, Meyer's Kanunu, Orantılı Numune Direnci Modeli (PSR), Hays-Kendall Yaklaşımı (HK) ve Elastik/Plastik Deformasyon Modeli (EPD) kullanılmıştır. Elde edilen analiz sonuçlarında tüm numunelerde MgB₂'ye ait karakteristik piklerin baskın olduğu, genel olarak ısı işlem sayısının artmasının numunelerde tanecik büyüklüğünü ve düzlemler arası mesafeyi azalttığı, örgü parametrelerinde ise genel bir artışa sebep olduğu görülmüştür. Aynı zamanda numunelerin mikrosertlik karakterini açıklamada en başarılı modelin Meyer's Kanunu olduğu ve tüm numunelerin Çentik Boyut Etkisi (ISE) davranışı sergilediği gözlenmiştir.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

MgB₂ bileşiğinde süperiletkenlik özelliğinin gözlemlenmesinden [1] bu yana, bu bileşik ile ilgili oldukça geniş bir ölçekte çok sayıda çalışmalar yapılmıştır ve günümüzde de yapılmaya devam edilmektedir. MgB₂ bileşiği basit kristal yapıya sahip olması, sentezlenme işlemlerinin kolaylığı, yüksek sıcaklık süperiletkenlerine göre maliyetinin daha ucuz olması, bazı fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyi olması, metallere ve alaşımlar içerisinde yüksek kritik geçiş sıcaklığı, eş-uyum uzunluğunun genişliği, taneler arası güçlü bağlar, yüksek kritik akım yoğunluğu, düşük anizotropi ve yüksek akım taşınması için uygun tanecikler arası sınırlara sahip olması gibi [2] özellikleri ile bu bileşiğe olan ilgiyi arttırmaktadır. Literatürde MgB₂'nin manyetik [3-5], elektriksel [6-8], kristalografik [9-10] ve mekaniksel özelliklerini [11-12] inceleyen çok sayıda çalışmaya rastlamak mümkündür. Literatürde MgB₂ üzerine yapılan çalışmaların, süperiletkenlerin en önemli fiziksel karakteristiklerinden olan elektrik ve manyetik özellikleri üzerinde yoğunlaştığı, buna karşın mikrosertlik açısından MgB₂ üzerine yapılan çalışmaların daha az olduğu görülmektedir. Bu çalışmada elde edilen numunelerin mikrosertlik ve kristalografik özellikleri üzerinde durulmuştur.

Mekanik özellikler süperiletkenler üzerinde teknolojik sahada kullanılabilirlik açısından belirleyici kriterlerden birisidir. Örneğin, yüksek akım taşıma özelliğine sahip çok sayıda seramik tabanlı süperiletken için sertlik değerlerinin yüksek oluşu nedeni ile kırılabilirliğe yatkınlık göstermesi, teknolojik uygulamalarda kullanımında nispeten olumsuz bir durum oluşturmaktadır.

Malzemelerin sertlik-yumuşaklık durumu, malzemeye uygulanan dış kuvvete karşı malzemenin göstermiş olduğu tepki, malzeme üzerine uygulanan kuvvet kaynağının malzeme içerisinde girme derinliği gibi malzemenin mikrosertlik karakteri açısından önemli yorumların yapılmasına olanak sağlayan aynı zamanda uygulanabilirliğinin kolaylığına ve kısa sürede ölçüm yapabilme özelliklerine sahip olduğu için Vickers Yöntemi birçok araştırmacı tarafından ürettikleri malzemelerin mikrosertlik analizleri için kullanılmaktadır [13]. Bu çalışmada da Vickers Yöntemi kullanılarak farklı yaklaşım modellerinde numunelerin mikrosertlik karakterleri tayin edilmiştir.

Literatür örneklerinde sıklıkla karşılaşılan bir durum; MgB₂'nin elde edilme aşamasında uygulanan yöntemlerin değişikliğinin, MgB₂'nin mikrosertlik davranış açısından Ters Çentik Etkisi (RISE) ve Çentik Etkisi (ISE) davranışı sergilemesinde doğrudan etkili olduğunu göstermesidir. MgB₂'nin Vickers Yöntemi ile mikrosertlik özelliklerinin incelendiği bir çalışmada, MgB₂'nin ISE davranışı sergilendiği bulunmuştur [14]. Yine MgB₂'nin Vickers Yöntemi ile mikrosertlik özelliklerinin incelendiği bir başka çalışmada da MgB₂'ye Bi₂Sr₂Ca₁Cu₂O_{8+x} (Bi-2212) eklenmesi ile MgB₂'de RISE davranışı sergilediği gözlenmiştir [15].

Bu çalışmada ex-situ (hazır MgB₂ tozlarını tablet haline getirdikten sonra ısıl işlem uygulanması) ve in-situ (Mg ve B tozlarını sitokiyometrik oranda karıştırıp tablet haline getirdikten sonra ısıl işlem uygulanması) yöntemleri ile üretilmiş MgB₂ numuneleri üzerinde sinterleme sayısının yapısal ve mekanik özellikler üzerindeki etkisi araştırılmış ve bu iki yöntem ile üretilmiş numuneler birbirleri ile karşılaştırılmıştır. Elde edilen numunelerin kristalografik analizleri yapılarak örgü parametreleri, tanecik boyutları, düzlemler arası mesafeleri hesaplanmıştır. Aynı zamanda Vickers Yöntemi ile mikrosertlik analizleri yapılarak Meyer's Kanunu, PSR modeli, HK yaklaşımı ve EPD modeline göre mikrosertlik modellemeleri yapılmıştır.

2. MATERYAL VE METOTLAR (MATERIALS AND METHODS)

Bu çalışmada numune eldesi için klasik katıhal reaksiyon yöntemi kullanılmıştır. Hazır olarak alınan MgB₂ tozlarının ve Mg ile B tozları kullanarak elde edilen MgB₂ karışımının birden çok sinterleme işlemi ile reakte edilmesi sonucu, MgB₂ üzerinde meydana gelen kristalografik ve mikrosertlik özelliklerindeki değişimler karşılaştırılmalı olarak incelenmiştir. % 95-97 saflıkta B tozları (PVZ-95-122, Pavezyum) ve ≥ 99 % saflıkta Mg tozları (13112-100G, Aldrich Chemistry) sitokiyometrik oranda karıştırılarak, toplamda 4 gram olacak şekilde tartıldı. Bu tozlar Retsch marka karıştırıcı ile 111 rpm dönme hızında 3 saat karıştırılmıştır. Karıştırılan tozlar ve satın alınan %99 saflıkta MgB₂ tozları (553913- Sigma Aldrich), 1'er gram olacak şekilde Specac marka manuel presleme aleti ile 8 ton/cm² basınç altında 4 adet tablete dönüştürülmüştür. Böylece toplamda 8 adet tablet elde edilmiştir. Daha sonra tabletler ayrı ayrı 1, 2, 3 ve

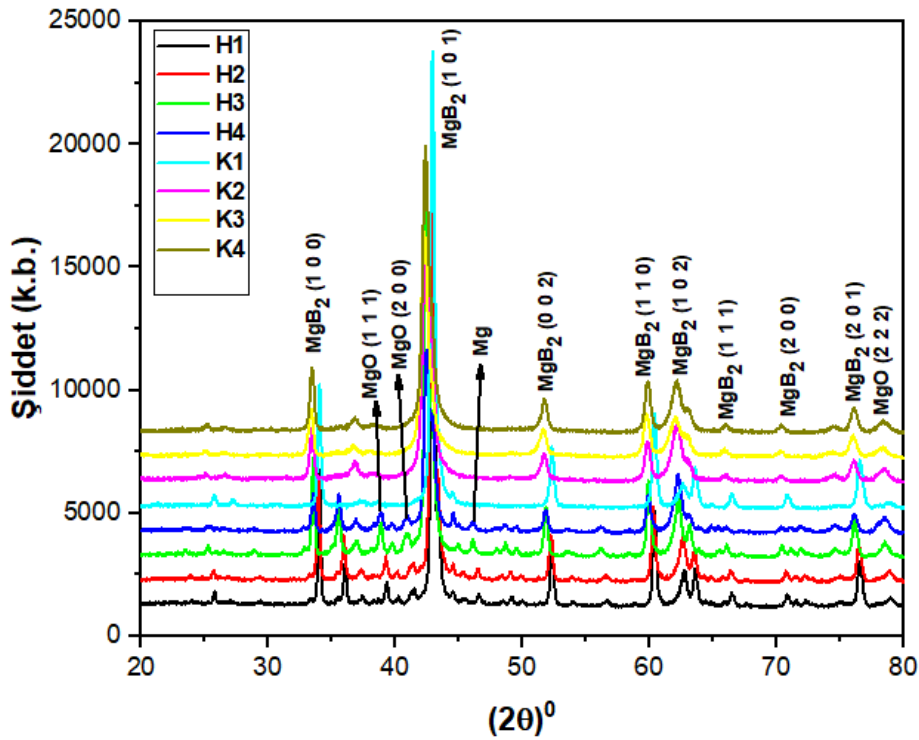
4 defa 10 bar argon atmosferi altında tüp fırında oda sıcaklığından başlanarak 5 dk/^oC ısıtma hızında 670 ^oC'ye kadar çıkartılıp 1 saat boyunca bu sıcaklıkta sinterlenmiştir.

Sinterleme sayısına göre hazır MgB₂ tozları sırası ile H1, H2, H3, H4 olarak isimlendirilirken, Mg ve B tozlarından elde edilen MgB₂'ye ise sinterleme sayısına göre sırası ile K1, K2, K3 ve K4 isimleri verilmiştir. Elde edilen numunelerin yapısal karakterizasyonu X-Işını Kırınımı Yöntemi ve mikrosertlik analizi ise Vickers Yöntemi ile yapılmıştır.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSION)

3.1. XRD Analizi Sonucu

Elde edilen numunelerin kristalografik analizlerinin yapılabilmesi açısından, numuneler Rigaku MiniFlex 2 marka x-ışını kırınım ölçer cihazı ile dalga boyu $\lambda=0,15418$ nm olan, 40 kV, 30 mA CuK _{α} ışını kullanılarak dakikada 0,02 derece tarama açısı ile $2\Theta=20^{\circ}-80^{\circ}$ aralığında XRD ölçümü alınmıştır. Ölçüm sonucu elde edilen grafik Şekil 3.1'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Numunelere ait XRD grafiği

XRD analizlerinde Eva Programı kullanılmıştır. Şekil 3.1.'de MgB₂'nin (1 0 0), (1 0 1), (0 0 2), (1 1 0), (1 0 2), (1 1 1), (2 0 0) ve (2 0 1) düzlemlerine ait kırınım çizgilerinin ortaya çıktığı görülmektedir. Bu durum tüm numunelerde MgB₂ yapısının oluştuğunu göstermektedir. MgB₂ düzlem piklerinin yanı sıra Mg ve MgO düzlem pikleri de görülmektedir. MgB₂'nin en güçlü kırınım çizgisi(ana pik) olduğu bilinen (1 0 1) düzlemine [16] ait karakteristik pikin tüm numunelerde keskin ve güçlü olduğu görülmektedir. Numunelerin tanecik boyutu, düzlemler arası mesafesi ve örgü parametreleri hesabında (0 0 2) ve (1 0 1) düzlem pikleri kullanılmıştır.

Numunelerin tanecik boyutu hesabı literatürde Debye Scherrer Denklemi [17,18] olarak bilinen ve Denklem 3.1'de gösterilen denklem ile hesaplanmıştır.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

Burada D; tanecik boyutu (nm), K; kübik sistemler için kullanılan sabit (0,9) [19], λ ; x ışını kaynağından gönderilen ışının dalga boyu (0,15418 nm), β ; en şiddetli pikin yarı pik genişliği (FWHM) ve θ ; pik açısıdır. Denklem 3.1'de gösterilen denklem ile hesaplanmıştır.

MgB₂'nin karakteristik olarak hegzagonal yapıda olduğu [20] bilindiği için numunelerin düzlemlerarası mesafeleri hegzagonal yapılarda kullanılan Denklem 3.2 ile hesaplanmıştır.

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left[\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.2)$$

Hegzagonal yapıların örgü parametrelerini hesaplamada kullanılan bu denklemde; d düzlemler arası mesafe, h, k, l Miller indisleri, a ve c örgü parametreleridir. Örgü parametrelerinden a ile b hegzagonal yapılarda eşit değer aldıklarından denklemde b parametresi yer almamaktadır. Numunelerin düzlemlerarası mesafeleri ise Denklem 3.3 ile gösterilen ve literatürde sıklıkla kullanılan Bragg Yasası ile hesaplanmıştır.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.3)$$

Bu denklemde λ dalga boyu, d düzlemler arası mesafe ve θ en güçlü düzlem pikine karşılık gelen pik açısıdır. Aynı zamanda Şekil 3.1'den yararlanılarak numunelerin her birine ait β (FWHM) ve (1 0 1) düzlemine karşılık gelen pik açıları bulunmuştur. Hesaplamalar sonucu elde edilen veriler Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1. Numunelere ait kristalografik veriler

	D (tanecik boyutu) (nm)	β (yarı pik genişliği) (radyan)	2(θ)⁰ (1 0 1) düzlemi pik açısı (derece)	d (düzlemler arası mesafe) (nm)	a=b (örgü parametre si) (nm)	c (örgü parametre si) (nm)
H1 (1 0 1)	30,378	0,288	42,926	2,106	2,809	4,214
H2 (1 0 1)	26,920	0,325	42,841	2,110	2,814	4,222
H3 (1 0 1)	24,918	0,348	42,443	2,129	2,839	4,259
H4 (1 0 1)	10,667	0,799	42,462	2,123	2,830	4,246
K1 (1 0 1)	23,323	0,365	42,920	2,107	2,809	4,214
K2 (1 0 1)	9,457	0,901	42,386	2,132	2,843	4,265
K3 (1 0 1)	12,906	0,660	42,293	2,124	2,831	4,247
K4 (1 0 1)	13,545	0,632	42,373	2,133	2,844	4,266

Tablo 3.1 incelendiğinde; numunelerin tanecik boyutlarında, sinterleme sayısına bağlı olarak genel bir azalış eğilimi görülürken bu azalış durumu H serisi numunelerde daha düzenli bir halde gerçekleşmektedir. K serisi numunelerin tamamının tanecik boyutları aynı sinterleme sayısına sahip olan H serisi numunelerinin tanecik boyutlarından daha küçük olarak bulunmuştur. Genel olarak sinterleme sayısının artışı ile numunelerin düzlemler arası mesafeleri artma eğilimi gösterirken, H serisi numunelerine nazaran K serisi numunelerinin düzlemler arası mesafelerinin daha fazla olduğu bulunmuştur.

Pik genişliğinin dar olması numunenin kristalleşmesinin daha hızlı ve daha düzgün olduğuna, kristalitenin de daha iyi olduğuna işaret eder [21]. Bu bağlamda değerlendirildiğinde; Tüm H serisi numunelerin, tüm K serisi numunelere oranla kristalleşmesinin daha hızlı, daha düzgün olduğu ve kristalitlerinin daha iyi olduğu görülmektedir. Tüm numunelerde sinterleme sayısının artışı kristalitenin bir miktar bozulmasına ve pik genişliklerinin de artmasına sebep olduğu Tablo 3.1'deki β değerlerinden anlaşılmaktadır. MgB₂ bileşiğinin (1 0 1) düzlemine karşılık gelen pik açısının 42.4⁰ olduğu bilinmektedir. Tablo 3.1 incelendiğinde tüm numunelerde sinterleme sayısının artması pik açısının kayma miktarını azaltırken, örgü parametrelerini de arttırdığı görülmektedir. H serisi ve K serisi tüm numuneler incelendiğinde; sinterleme sayısının artmasına bağlı olarak tanecik boyutunda azalış, yarı pik genişliği (β) değerinde artış,

(1 0 1) düzlemine karşılık gelen pik açısı ($2(\Theta)^0$) değerinde azalış, düzlemlerarası mesafe (d) değerinde ve örgü parametreleri (a, b, c) değerlerinde artış görülmüştür.

Tablo 3.2. Aynı sinterleme sayısına sahip H ve K serisi numunelerinin kristalografik değerlerinin karşılaştırılmasını vermektedir. Bu tablodan sinterleme sayısının tüm parametrelere etkisine bakıldığında H serisi numunelerinin K serisi numunelere kıyasla daha homojen yapıda üretildiği sonucuna ulaşılmıştır.

Tablo 3.2. Aynı sinterleme sayısına sahip numunelerin kristalografik değerlerinin karşılaştırılması

Tanecik Boyutu	H1>K1, H2>K2, H3>K3, H4>K4
Yarı Pik Genişliği	H1<K1, H2<K2, H3<K3, H4<K4
(1 0 1) Düzlemine ait Pik Açısı	H1>K1, H2>K2, H3>K3, H4>K4
Düzlemlerarası Mesafe	H1<K1, H2<K2, H3<K3, H4<K4
Örgü Parametreleri (a,b,c)	H1=K1, H2<K2, H3>K3, H4<K4

3.2. Mikrosertlik Analizi Sonuçları

3.2.1. Vickers Yöntemine Göre Analiz

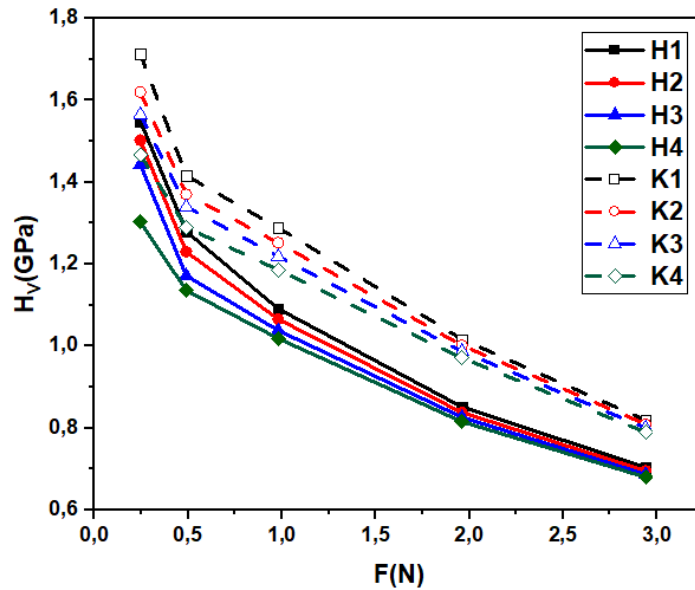
Yüke bağlı mikrosertlik değerleri (H_V), gerilme değerleri (Y), girme derinliği (d) tüm malzemeler için ayrı ayrı 0,24 N, 0,49 N, 0,98 N, 1,96 N ve 2,94 N değerinde yük uygulanarak hesaplanmış ve Tablo 3.3 oluşturulmuştur. Ayrıca Şekil 3.2’de gösterilen, uygulanan yük ile mikrosertliklerinin değişimi grafiği çizilmiş olup bu grafik sayesinde numunelerin ISE veya RISE davranışlarından hangisini gösterdikleri belirlenmiştir. Vickers Yönteminde Denklem 3.4, Denklem 3.5 ve Denklem 3.6 kullanılmıştır.

$$H_V = 1854,4 \times \frac{F}{d^2} \quad (3.4)$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (3.5)$$

$$Y \cong \frac{H_V}{3} \quad (3.6)$$

Burada H_V Vickers sertlik değeri, d_1 ve d_2 numune üzerinde oluşan çentici izinin köşegen uzunluğu ve Y gerilme değeridir.



Şekil 3.2. Vickers yöntemine göre numunelere ait mikrosertlik değerlerinin uygulanan yük ile değişim grafiği

Şekil 3.2.'de tüm numunelerde uygulanan dış yükün artması ile beraber mikrosertlik değerlerinde bir azalış görülmektedir. Bu durum numunelerin ISE davranışı sergilediklerini göstermektedir. H serisi numunelerin sertlik değerlerinin K serisi numunelerden daha küçük olduğu görülmekte olup bu durum H serisi numunelerin K serisine göre daha yumuşak olduğu şeklinde yorumlanabilir.

Tablo 3.3. Tüm numuneler için hesaplanan mikrosertlik değerleri

	F(N)	d (µm)	Hv (Gpa)	Y (GPa)		F(N)	d (µm)	Hv (Gpa)	Y (GPa)
H1	0,25	17,12	1,55	0,52	K1	0,25	16,28	1,71	0,57
	0,49	26,65	1,28	0,43		0,49	25,33	1,42	0,47
	0,98	40,81	1,09	0,36		0,98	37,55	1,29	0,43
	1,96	65,34	0,85	0,28		1,96	59,79	1,02	0,34
	2,94	88,03	0,70	0,23		2,94	81,60	0,82	0,27
H2	0,25	17,39	1,50	0,50	K2	0,25	16,74	1,62	0,54
	0,49	27,18	1,23	0,41		0,49	25,75	1,37	0,46
	0,98	41,30	1,07	0,36		0,98	38,10	1,25	0,42
	1,96	65,86	0,84	0,28		1,96	60,25	1,00	0,33
	2,94	88,56	0,70	0,23		2,94	82,08	0,81	0,27
H3	0,25	17,74	1,44	0,48	K3	0,25	17,04	1,57	0,52
	0,49	27,85	1,17	0,39		0,49	26,04	1,34	0,45
	0,98	41,85	1,04	0,35		0,98	38,62	1,22	0,41
	1,96	66,33	0,83	0,28		1,96	60,68	0,99	0,33
	2,94	89,12	0,69	0,23		2,94	82,55	0,80	0,27
H4	0,25	18,67	1,30	0,43	K4	0,25	17,60	1,47	0,49
	0,49	28,28	1,14	0,38		0,49	26,55	1,29	0,43
	0,98	42,24	1,02	0,34		0,98	39,14	1,19	0,40
	1,96	66,77	0,82	0,27		1,96	61,18	0,97	0,32
	2,94	89,56	0,68	0,23		2,94	83,09	0,79	0,26

Tablo 3.3 incelendiğinde hem H serisi numunelerde hem de K serisi numunelerde sinterleme sayısının artırılmasının, girme derinliğini arttırdığı buna bağlı olarak da gerilme değerinin azaldığı görülmektedir. Bu bağlamda sinterleme sayısının artışı ile elde edilen numunelerin sertlik değerlerinin azaldığı, daha yumuşak malzemelerin üretildiği ifade edilebilir. Aynı sinterleme sayısına sahip H ve K serisi numunelerinin karşılaştırılabilmesi açısından Tablo 3.4 oluşturulmuştur.

Tablo 3.4. Aynı sinterleme sayısına sahip numunelerin girme derinliği, gerilme değerleri ve yüke bağlı mikrosertlik değerlerine göre karşılaştırılması

Girme Derinliği	H1>K1, H2>K2, H3>K3, H4>K4
Gerilme Değeri	H1<K1, H2<K2, H3<K3, H4<K4
Yüke Bağlı Mikrosertlik Değerleri	H1<K1, H2<K2, H3<K3, H4<K4

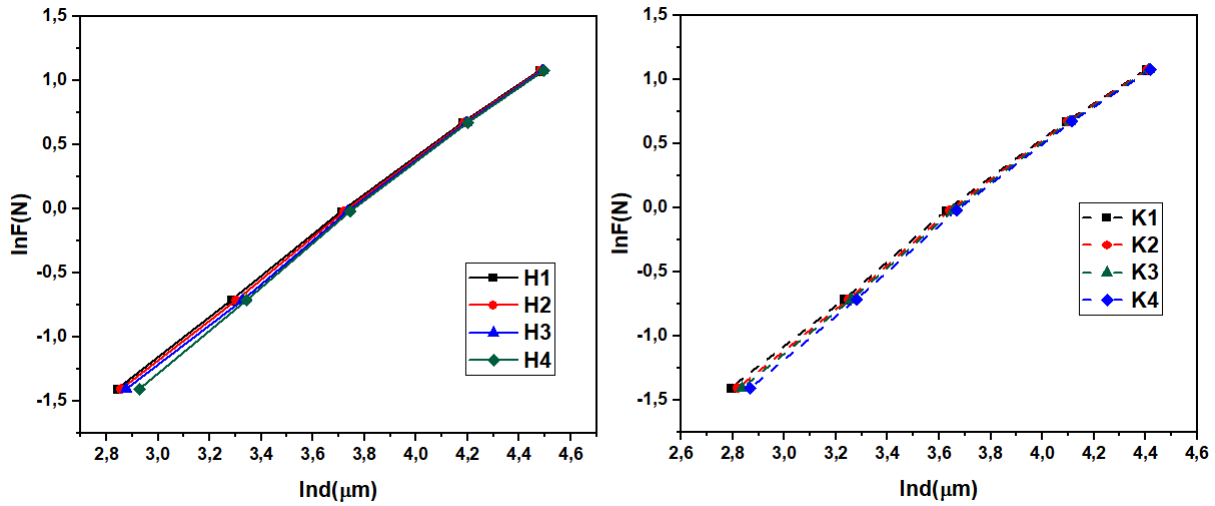
Tablo 3.4'te aynı sinterleme sayısındaki tüm H serisi numunelerin tüm K serisi numunelerine nazaran daha yumuşak olduğu dolayısı ile H serisi numunelerin aynı sinterleme sayısına sahip K serisi numunelerine nazaran girme derinliklerinin daha fazla, gerilme değerlerinin ve yüke bağlı mikrosertlik değerlerinin de daha az olduğu görülmektedir. Yapılan Vickers analizi sonucunda sinterleme sayısının artışı tüm numuneler üzerinde yumuşatıcı bir etki doğurduğu belirlenmiştir.

3.2.2. Meyer's Kanununa Göre Mikrosertlik Analizi Sonucu

Meyer's Kanununa göre yapılan mikrosertlik analizleri Denklem 3.7 kullanılarak yapılmaktadır.

$$F = Ad^{n_k} \quad (3.7)$$

Bu denklemde; n_k Meyer's üssü, A ise malzeme sabitidir. Meyer's Kanununa göre n_k 2'den küçük ise numuneler ISE davranışı sergilerken, n_k 2'den büyük ise numuneler RISE davranışı sergilemektedir dolayısı ile n_k 2 ve 2'den daha büyükse malzemede ISE davranışı görülmemektedir [22]. Aynı zamanda $1 < n_k < 1,6$ durumu numunenin sert olduğunu, $n_k > 1,6$ durumu ise numunenin yumuşak olduğunu göstermektedir [23]. Şekil 3.3 numunelerin $\ln F$ - $\ln d$ grafiğini gösterirken, Tablo 3.5. Meyer's Kanununa göre deneysel verilerden elde edilen değerleri göstermektedir.



Şekil 3.3. Numunelerin $\ln F$ - $\ln d$ grafiği

Tablo 3.5. Meyer's Kanununa göre deneysel verilerden elde edilen değerler

Numune	n_k	H_v (GPA)	Numune	n_k	H_v (GPA)
H1	1,525	0,703-1,549	K1	1,559	0,818-1,713
H2	1,537	0,695-1,502	K2	1,579	0,809-1,620
H3	1,553	0,686-1,443	K3	1,590	0,800-1,565
H4	1,593	0,679-1,303	K4	1,591	0,789-1,467

Tablo 3.5 incelendiğinde numunelerin n_k değerlerinin 2'den küçük olduğu dolayısı ile numunelerin ISE davranışı gösterdiği, aynı zamanda tüm numunelerde $1 < n_k < 1,6$ şartı sağlandığından numunelerin sert oldukları anlaşılmaktadır. H_v değerlerinin ise Vickers analizinde elde edilen H_v değer aralığında çıktığı görülmektedir. Bu durum Meyer's Kanununun numunelerin mikrosertlik davranışını açıklamada başarılı bir model olduğu şeklinde yorumlanabilir.

3.2.3. PSR Modeline Göre Mikrosertlik Analizi Sonucu

PSR modeline göre numunelerin W_{PSR} ve H_{PSR} değerleri hesaplanarak Tablo 3.6 oluşturulmuştur. Bu değerlerin hesaplanabilmesi için Denklem 3.8 ve Denklem 3.9 kullanılmıştır.

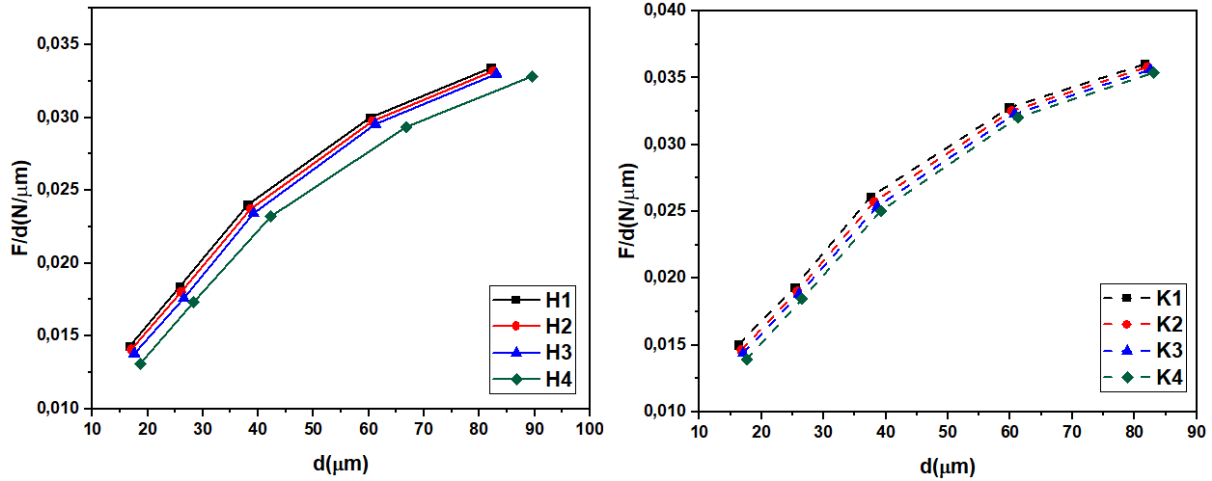
$$\frac{F}{d} = W_{PSR} + A_{1PSR}d \quad (3.8)$$

$$H_{PSR} = 1854,4 \times A_{1PSR} \quad (3.9)$$

Vickers analizi sonucu elde edilen verilerden yararlanılarak Şekil 3.4.'te gösterilen F/d-d grafiği çizilmiştir. PSR modeline göre W_{PSR} değeri negatif ise numuneler RISE, W_{PSR} pozitif ise numuneler ISE davranışı göstermektedir.

Tablo 3.6. PSR modeline göre deneysel verilerden elde edilen değerler

NUMUNE	W_{PSR} (N/(μm))	H_{PSR} (GPA)	NUMUNE	W_{PSR} (N/(μm))	H_{PSR} (GPA)
H1	0,011	0,495	K1	0,011	0,599
H2	0,010	0,496	K2	0,011	0,604
H3	0,010	0,500	K3	0,010	0,604
H4	0,009	0,512	K4	0,009	0,610



Şekil 3.4. PSR modeline göre numunelerin F/d-d grafiği

Tablo 3.6.'da W_{PSR} değerlerinin tüm numuneler için pozitif olduğu görülmektedir. Bu durum tüm numunelerde görülen ISE davranışının bu model ile de doğrulandığını göstermektedir. Ancak Tablo 3.6'daki elde edilen H_{PSR} değerleri incelendiğinde bu değerlerin Vickers analizi ile elde edilen H_v değer aralıklarında değerler almadığı görülmektedir. Dolayısıyla ile bu modelin numunelerin mikrosertlik karakterini açıklamada başarılı olmadığı ifade edilebilir.

3.2.4. HK Yaklaşımına Göre Mikrosertlik Analizi Sonucu

HK yaklaşımına göre Şekil 3.5'te gösterilen F-d² grafiği çizilmiştir. Denklem 3.10 ile Denklem 3.11 kullanılarak W_{HK} ve H_{HK} değerleri bulunup Tablo 3.7 oluşturulmuştur.

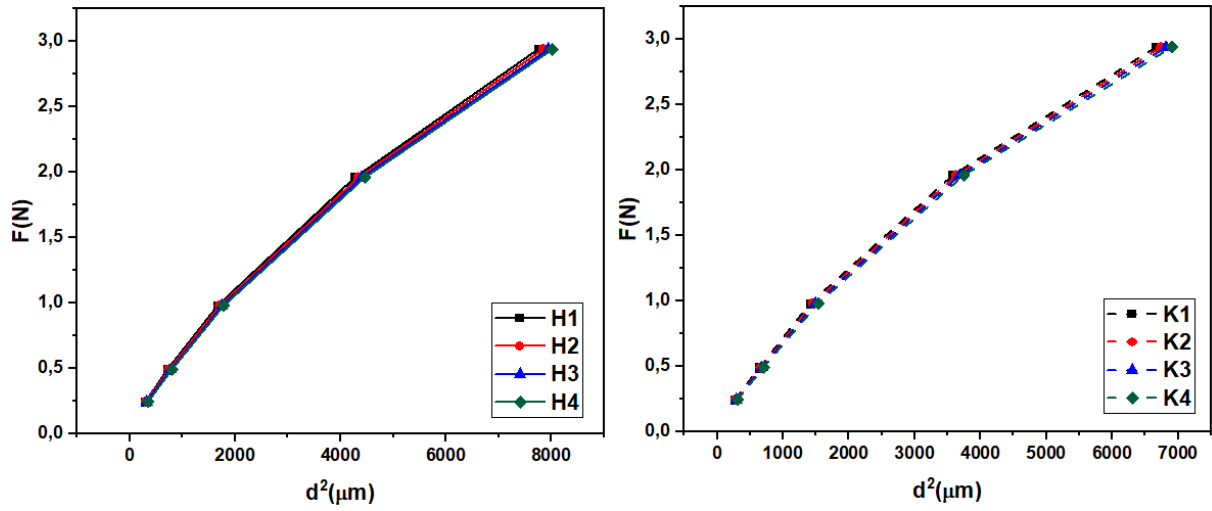
$$F - W_{HK} = A_{1HK}d^2 \quad (3.10)$$

$$H_V = 1854,4 \times A_{1HK} \quad (3.11)$$

HK yaklaşımına göre W_{HK} değerinin negatif çıkması, uygulanan dış kuvvetle numunede plastik deformasyon için yeterli kuvvete ulaşıldığı fakat elastik deformasyon için uygun kuvvet oluşturulmadığını, bu değer pozitif çıkması ise uygulanan dış kuvvetle numunede hem elastik hem plastik deformasyon meydana geldiğini göstermektedir [24].

Tablo 3.7. HK yaklaşımına göre deneysel verilerden elde edilen değerler

NUMUNE	W_{HK} (N)	H_{HK} (GPa)	NUMUNE	W_{HK} (N)	H_{HK} (GPa)
H1	0,272	0,663	K1	0,273	0,775
H2	0,226	0,656	K2	0,265	0,768
H3	0,258	0,650	K3	0,259	0,760
H4	0,249	0,645	K4	0,251	0,752

**Şekil 3.5.** HK yaklaşımına göre numunelerin $F-d^2$ grafiği

Tablo 3.7’de tüm numunelere ait W_{HK} değerinin pozitif olduğu görülmektedir. Bu durumda uygulanan dış kuvvetle numunelerde hem elastik hem plastik deformasyon meydana geldiği sonucu çıkmaktadır. Fakat HK yaklaşımına göre hesaplanan H_{HK} değerleri Vickers analizi ile elde edilen H_v değer aralığında bulunmadığı için bu yaklaşımın da numunelerin mikrosertlik karakterini açıklamada yeterli olmadığını göstermektedir.

3.2.5. EPD Modeline Göre Mikrosertlik Analizi Sonucu

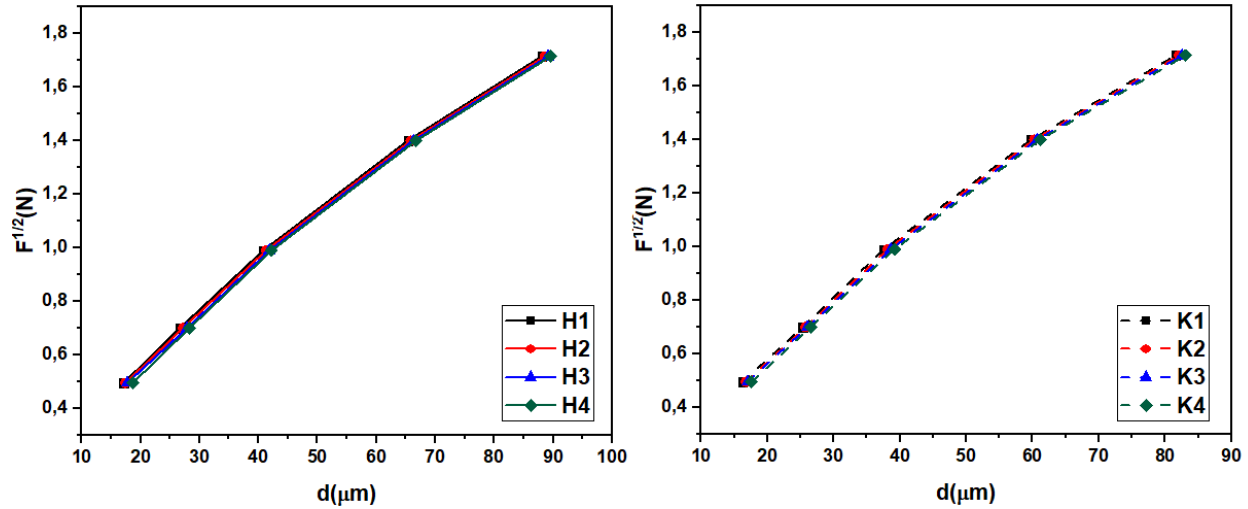
Bu modele göre Denklem 3.12 ve Denklem 3.13 kullanılarak Tablo 3.8 oluşturulmuş ve Vickers analizi verilerinden yararlanılarak Şekil 3.6’da gösterilen $F^{1/2}-d$ grafiği çizilmiştir.

$$F = A_2(d_p + d_e)^2 \quad (3.12)$$

$$H_{EPD} = 1854,4 \times A_2 \quad (3.13)$$

Tablo 3.8. EPD modeline göre deneysel verilerden elde edilen değerler

Numune	$A_2^{1/2}$ (N/(μm^2))	d_e ((μm))	H_{EPD} (GPa)	Numune	$A_2^{1/2}$ (N/(μm^2))	d_e ((μm))	H_{EPD} (GPa)
H1	0,017	0,242	0,546	K1	0,018	0,234	0,649
H2	0,017	0,236	0,543	K2	0,018	0,225	0,649
H3	0,017	0,228	0,543	K3	0,018	0,220	0,646
H4	0,017	0,216	0,547	K4	0,018	0,210	0,646

**Şekil 3.6.** EPD modeline göre numunelerin $F^{1/2}$ - d grafiği

Tablo 3.8 incelendiğinde tüm numunelerin d_e değerinin pozitif olduğu görülmektedir. Bu durum uygulanan yüke bağlı olarak tüm numunelerde hem elastik hem de plastik deformasyon oluştuğunu ifade etmektedir. Her ne kadar bu sonuç HK yaklaşım analizi sonucu ile uyumlu görülse de, Tablo 3.8’de verilen H_{EPD} değerleri Vickers analizi sonucu ile elde edilen H_v değer aralıklarında yer almadığı için, EPD modeli bu çalışmada elde edilen numunelerin mikrosertlik karakterlerini açıklamada yeterli olmadığı sonucu ortaya çıkmaktadır.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Bu çalışmada elde edilen tüm numuneler incelendiğinde; sinterleme sayısının artışına bağlı olarak taneçik boyutunda azalış, yarı pik genişliği, düzlemlerarası mesafe ve örgü parametreleri değerlerinde artış görülmüştür. Tüm numunelere bakıldığında H serisi numunelerinin K serisi numunelere kıyasla kristalografik açıdan daha düzgün yapıda oluştuğu sonucuna ulaşılmıştır. Numunelerin tamamında ISE davranışı gözlemlenirken, numunelerin mikrosertlik karakterini açıklamada en başarılı modelin Meyer’s Kanunu olduğu belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışmanın deneysel sürecinin gerçekleştirildiği Ankara Üniversitesi Fizik Bölümü Katihal Laboratuvarına teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y. and Akimitsu, J. (2001). Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. Nature, 410, 6824, 63-64.
- [2] Buzea, C., Yamashita, T. (2001). Review of superconducting properties of MgB_2 . Superconductor Science and Technology, 14, 115-146.

- [3] Yamamoto, A., Ishihara, A., Tomita, M., Kishio, K. (2014). Permanent magnet with MgB₂ bulk superconductor. *Applied Physics Letters*, 105(3):032601-032601-4.
- [4] Rabbers, J.J., Oomen, M.P., Bassani, E., Ripamonti, G., Giunchi, G. (2010). Magnetic shielding capability of MgB₂ cylinders. *Superconductor Science and Technology*, 23, 125003 (4pp).
- [5] Patel, D., Matsumoto, A., Kumakura, H., Maeda, M., Kim, S-H., Liang, H., Yamauchi, Y., Choi, S., Kim, J.H., Hossain, Md., S. A. (2022). MgB₂ Superconducting Joint Architecture with the Functionality to Screen External Magnetic Fields for MRI Magnet Applications. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 14, 2, 3418–3426.
- [6] Wang, L., Chen, W., Li, C., Yan, G., Feng, Y., Zhang, P., Zhang, Y., Zhao, Y. (2022). Enhanced critical current density at high magnetic fields in MgB₂ wire processed by in-situ spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 891, 162007.
- [7] Jung, S.G., Pham, D., Han, Y., Lee, J.M., Kang, W.N., Kim, C., Yeo, S., Jun, B.H., Park, T. (2022). Improvement of bulk superconducting current capability of MgB₂ films using surface degradation. *Scripta Materialia*, Volume 209, 114424.
- [8] Wang, L., Chen, W., Li, C., Yan, G., Feng, Y., Zhang, P., Zhang, Y., Zhao, Y., (2022). Enhanced critical current density at high magnetic fields in MgB₂ wire processed by in-situ spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 891, 162007.
- [9] Xu, M., Kitazawa, H., Takano, Y., Ye, J., Nishida, K., Abe, H., Matsushita, A., Kido, G. (2001). Single crystal MgB₂ with anisotropic superconducting properties. *Applied Physics Letters*, 79, 2779.
- [10] Lee, S., Mori, H., Masui, T., Eltsev, Y., Yamamoto, A., Tajima, S. (2001). Growth structure analysis and anisotropic superconducting properties of MgB₂ single crystals. *Journal of the Physical Society of Japan*, 70, 2255-2258.
- [11] Yılmazlar, M., Terzioğlu, C., Doğruer, M., Karaboğa, F., Soylu, N., Zalaoglu, Y., Yıldırım, G., Öztürk, Ö. (2014). Evaluation of Microstructural and Mechanical Properties of Ag Diffused Bulk MgB₂ Superconductors. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, vol. 27, no. 1, pp. 77–82, Jan.
- [12] Öztürk, Ö., Aşıkuzun, E., Kaya, Ş. (2015). Significant change in micro mechanical structural and electrical properties of MgB₂ superconducting ceramics depending on argon ambient pressure and annealing duration,” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 26, no. 6, pp. 3840–3852.
- [13] Liang, K. M., Orange, G. and Fantozzi, G. (2004). Evaluation by Indentation of Fracture Toughness of Ceramic Materials. *Journal of Materials Science*, Vol. 25, pp. 207-214
- [14] Kölemen, U. (2006). Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models. *Journal of Alloys and Compounds*, 425, 429–435.
- [15] Taylan Koparan, E., Savaskan, B., Ozturk, O., Kaya, S., Aksoy, C., Wang, J., Speller, S.C., Grovenor, C. R. M., Gencer, A., Yanmaz, E. (2016). Changes in mechanical and structural properties of Bi-2212 added MgB₂ superconductors. *J Mater Sci: Mater Electron*, 27:6060–6070. DOI 10.1007/s10854-016-4531-4.
- [16] Feng, Q. R., Chen, C., Xu, J., Kong, L., Chen, X., Wang, Y., Gao Z. (2004). Study on the formation of MgB₂ phase. *Physica C: Superconductivity*, 411(1), 41-46.
- [17] Suryanarayana, C., Norton, M. G. (1998). X-Ray diffraction a practical approach. (Birinci Basım). New York: Plenum Publishing Corporation, 212.

- [18] Scherrer P, Bestimmung der inneren Struktur und der Größe von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. Kolloidchemie Ein Lehrbuch, Springer, Berlin (1912), p 387–409.
- [19] Altuntaş, G., Altuntaş, O., Bostan, B. (2021). Characterization of Al-7075/T651 Alloy by RRA Heat Treatment and Different Pre-deformation Effects. Trans Indian Inst Met. <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02369-5>.
- [20] Shein, I.R., Ivanovskioe, A. L. (2002). Band Structure of ZrB₂, VB₂, NbB₂, and TaB₂ Hexagonal Diborides: Comparison with Superconducting MgB₂. Physics of the Solid State, Vol. 44, No. 10, 2002, pp. 1833–1839.
- [21] Shafi, P. M., Bose, A. C. (2015). Impact of crystalline defects and size on X-ray line broadening: A phenomenological approach for tetragonal SnO₂ nanocrystals. AIP Advances 5, 057137.
- [22] Quinn, J. B., Quinn, V. D. (1997). Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. Journal of Materials Science, 32, 4331-4346.
- [23] Mott, B. W., 1956. Microindentation Hardness Testing, Butterworhs, London.
- [24] Li, H., Bradt, R. C. (1996). The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. Journal Material Science, 31, 1065.