# YBCO İNCE FİLMLERİN DARBELİ LAZER YIĞMA TEKNİĞİYLE HAZIRLANMASI

**Mustafa Tolga YURTCAN**

**Doktora Tezi**

**Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı**

**Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK**
**Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL**

**2011**

**Her hakkı saklıdır**

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

# YBCO İNCE FİLMLERİN DARBELİ LAZER YIĞMA TEKNİĞİYLE HAZIRLANMASI

Mustafa Tolga YURTCAN

NANOBİLİM VE NANOMÜHENDİSLİK
ANABİLİM DALI

ERZURUM
2011

Her hakkı saklıdır

# T.C.
# ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
# FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## TEZ ONAY FORMU

YBCO İNCE FİLMLERİN DARBELİ LAZER YIĞMA TEKNİĞİYLE HAZIRLANMASI

Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK danışmanlığında, Mustafa Tolga YURTCAN tarafından hazırlanan bu çalışma 19/07/2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından. Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı'nda Doktora tezi olarak **oybirliği** ile kabul edilmiştir.

| | | | |
|---|---|---|---|
| Başkan | : Prof. Dr. Hasan EFEOĞLU | *İmza* | : |
| Üye | : Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK | *İmza* | : |
| Üye | : Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL | *İmza* | : |
| Üye | : Prof. Dr. Ali Ercan EKİNCİ | *İmza* | : |
| Üye | : Doç. Dr. Yüksel ÖZDEMİR | *İmza* | : |
| Üye | : Doç. Dr. Ahmet MAVİ | *İmza* | : |
| Üye | : Doç. Dr. Uğur Cem HASAR | *İmza* | : |

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum
**Enstitü Müdürü**
**Prof. Dr. Ömer AKBULUT**

Bu çalışma Bilimsel Araştırma Projesi kapsamında desteklenmiştir.
Proje No: 2008 / 183

**Not:** Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

# ÖZET

Doktora Tezi

YBCO İNCE FİLMLERİN DARBELİ LAZER YIĞMA TEKNİĞİYLE HAZIRLANMASI

Mustafa Tolga YURTCAN

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK

Ortak Danışman: Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL

Bu çalışmada, yüksek kaliteli süperiletken $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) ince filmleri, Darbeli Lazer Yığma (PLD) tekniği kullanılarak $LaAlO_3$ (100) (LAO) alttaşlar üzerine başarıyla büyütülmüştür. PLD ile hazırlanan YBCO ince filmlerin kalitesi ve süperiletkenlik özellikleri üzerine oksijen basıncının etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla, YBCO ince filmleri üç farklı oksijen basıncında (150, 200 ve 250 mTorr) cilalanmış alttaşlar üzerine büyütülmüştür. LAO alttaşa ve YBCO/LAO ince filmlere ait Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı (RHEED) desenleri incelenmiştir. Hazırlanan filmlerin mikroyapısının karşılaştırmalı olarak incelenmesi amacıyla X-Işını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılmıştır. YBCO ince filmlerin süperiletkenlik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla AC manyetik alınganlık ve dört-nokta direnç ölçümü yapılmıştır. İnce filmlerin kompozisyonunun belirlenmesi amacıyla Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) kullanılmıştır. Oksijen basıncı haricinde; atış sayısı, tekrarlama frekansı, büyütme sıcaklığı, ısıtma ve soğutma hızı, hedef-alttaş mesafesi, lazer uyarma enerjisi, tavlama sıcaklığı ve basıncı gibi diğer değişkenler sabitlenmiştir. PLD ile büyütülen YBCO ince filmlerden elde edilen ölçümler, 150mTorr'da hazırlanan numunenin kristal yapı ve süperiletkenlik özellikleri olarak en iyi sonucu verdiğini göstermiştir. Sonuç olarak elde edilen deneysel bulgular, diğer deneysel bulgu ve teorik verilerle karşılaştırılmıştır ve iyi bir uyum içerisinde olduğu belirlenmiştir.

**2011, 106 sayfa**
**Anahtar Kelimeler:** Darbeli Lazer Yığma Ünitesi, PLD, $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, YBCO, Y123, RHEED, İnce Film

## ABSTRACT

PhD. Thesis

YBCO THIN FILM DEPOSITION VIA
PULSED LASER DEPOSITION TECHNIQUE

Mustafa Tolga YURTCAN

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Nanoscience and Nanoengineering

Supervisor: Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK

Co-Supervisor: Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL

In this study, high quality superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) thin films were successfully deposited on $LaAlO_3$ (100) (LAO) using *in situ* Pulsed Laser Deposition (PLD) method. The influence of oxygen pressure on film quality and superconducting properties of YBCO thin films prepared by PLD was investigated. For this purpose, YBCO thin films were deposited on polished substrates at three different oxygen pressures (150, 200 and 250 mTorr). Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED) patterns of LAO substrate and YBCO/LAO thin films were observed. X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Atomic Force Microscope (AFM) techniques were used to make comparative studies of film microstructure. To determine superconducting properties of YBCO thin films AC magnetic susceptibility and Four-Point Resistivity measurements were conducted. The composition of the thin films was determined by Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (EDX). Except for oxygen pressures, all other variables such as number of pulses, repetition rate, deposition temperature, heating and cooling rate, target-substrate distance, laser excitation energy, annealing temperature and annealing pressure were fixed. Analysis and measurements of these films revealed that crystal structure quality and superconducting properties of YBCO thin films deposited by PLD are best at the oxygen deposition pressure of 150 mTorr. The obtained experimental results were compared with the other experimental results and theoretical values and it was found that there is a good agreement.



**2011, 106 pages**
**Keywords:** Pulsed Laser Deposition, PLD, $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, YBCO, Y123, RHEED, Thin Film

## TEŞEKKÜR

Tez çalışmamın tamamlanmasında desteğini ve yardımını esirgemeyen tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Önder ŞİMŞEK'e, ortak danışmanım Sayın Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL'a, tez jürimden Sayın Prof. Dr. Hasan EFEOĞLU'na,

Deneysel çalışmalarımın ölçümlerinde gösterdiği yoğun ilgi ve alakası dolayısı ile Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümünden Sayın Prof. Dr. Ekrem YANMAZ'a, Atatürk Üniversitesinden, Sayın Yrd. Doç. Dr. Fatih YETİM'e, Sayın Arş. Gör. Demet TATAR'a, Sayın Arş. Gör. Mehmet YILMAZ'a, Sayın Arş. Gör. Emine Ebru DEMİRCİ'ye, Sayın Arş. Gör. Kader DAĞCI'ya, deneysel çalışmalarımın değerlendirilmesinde sağlamış olduğu katkılardan dolayı Atatürk Üniversitesinden, Sayın Doç Dr. Uğur Cem HASAR'a ve Oak Ridge Laboratuvarından Sayın Prof. Dr. David CHRISTEN'a,

Süperiletkenlik ve ileri malzemeler çalışma grubumuzdan Sayın Yrd. Doç. Dr. Erdal SÖNMEZ'e, Sayın Arş. Gör. Serdar AYDIN'a ve Sayın Arş. Gör. Güven TURGUT'a,

Tez çalışmam süresince bana büyük destek olan arkadaşlarım, Sayın Arş. Gör. Özgü BAYRAK'a, Sayın Arş. Gör. Selim SENGÜL'e, Sayın Arş. Gör. Arif Emre SAĞSÖZ'e, Sayın Arş. Gör. Yenal VANGÖLÜ'ne ve Sayın Arş. Gör. Yakup GÜNEŞ'e,

Sağladığı maddi imkânlar dolayısı ile Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu Yurt İçi Doktora Burs Programına ve Atatürk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi Programına,

Desteğini esirgemeyen tüm arkadaşlarıma ve aileme, teşekkür ederim.

Mustafa Tolga YURTCAN

Temmuz 2011

# İÇİNDEKİLER

ÖZET ..... i
ABSTRACT ..... ii
TEŞEKKÜR ..... iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ ..... vi
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... viii
ÇİZELGELER DİZİNİ ..... xii
**1. GİRİŞ ..... 1**
**2. KURAMSAL TEMELLER ..... 7**
2.1. Sıfır Direnç ve Kritik Sıcaklık ..... 7
2.2. Meissner Etkisi ..... 8
2.3. Kritik Manyetik Alan ..... 10
2.4. Kritik Akım Yoğunluğu ..... 11
2.5. London Nüfuz Derinliği ..... 12
2.6. Uyum Uzunluğu ..... 14
2.7. Manyetik Alınganlık ..... 15
2.8. I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler ..... 16
2.9. Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzemeler ..... 19
2.9.1. YBCO'nun yapısı ..... 20
2.9.2. Yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin uygulamaları ..... 25
2.10. Süperiletken İnce Film Büyütme Yöntemleri ..... 26
**3. MATERYAL ve YÖNTEM ..... 29**
3.1. YBCO Hedef Tabletin Hazırlanması ..... 29
3.2. Alttaşın Seçilmesi ve Hazırlanması ..... 29
3.3. Darbeli Lazer Yığma Ünitesi ..... 32
3.3.1. Lazer ..... 37
3.3.2. Optik bileşenler ..... 39
3.3.3. Vakum odası ..... 43
3.3.4. Harici bileşenler ..... 49
3.4. Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı ..... 50
3.5. Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi ..... 55
3.5.1. Dört nokta direnç ölçümü ..... 56

3.5.2. AC manyetik alınganlık ölçümü ..... 57
3.6. X-Işını Kırınımı Ölçümleri ..... 60
3.7. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi Ölçümleri ..... 61
3.8. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçümleri ..... 61
3.9. Atomik Kuvvet Mikroskobu Ölçümleri ..... 61
**4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA ..... 62**
4.1. XRD Analizleri ..... 62
4.1.1. YBCO hedef tablet ..... 62
4.1.2. Alttaşların temizlenmesi ..... 63
4.1.3. Sıcaklık ve hedef–alttaş mesafesi tayini ..... 64
4.1.4. Basınç aralığı tayini ..... 67
4.2. RHEED Analizleri ..... 70
4.3. SEM Analizleri ..... 73
4.4. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi ..... 79
4.5. AC Alınganlık Analizleri ..... 88
4.6. Dört Nokta Kritik Sıcaklık Ölçümleri ..... 90
4.7. Atomik Kuvvet Mikroskobu Analizleri ..... 92
**5. SONUÇ ve ÖNERİLER ..... 97**
KAYNAKLAR ..... 101
ÖZGEÇMİŞ ..... 107

## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

| | |
|---|---|
| AC | Alternatif Akım |
| AFM | Atomik Kuvvet Mikroskobu |
| ALE | Atomik Tabaka Epitaksi |
| Ba | Baryum |
| BCS | Bardeen-Cooper-Schrieffer |
| Bi | Bizmut |
| BSCCO | Bi-Sr-Ca-Cu-O Yapısı |
| Ca | Kalsiyum |
| Cu | Bakır |
| CVD | Kimyasal Buhar Biriktirme |
| DC | Doğru Akım |
| EDX | Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi |
| GPa | Gigapascal |
| H | Manyetik Alan Şiddeti |
| $H_C$ | Kritik Manyetik Alan |
| $H_{C1}$ | Alt Kritik Manyetik Alan |
| $H_{C2}$ | Üst Kritik Manyetik Alan |
| Hg | Cıva |
| ICDD | International Centre for Diffraction Data |
| $J_C$ | Kritik Akım Yoğunluğu |
| K | Kelvin |
| La | Lantan |
| LAO | $LaAlO_3$ |
| MBE | Moleküler Demet Epitaksi |
| MgO | Magnezyum Oksit |
| Nb | Niyobyum |
| O | Oksijen |
| $O_2$* | Oksijen Eksikliği |
| Oe | Oersted |

| | |
|---|---|
| PLD | Darbeli Lazer Yığma |
| PPMS | Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi |
| PVD | Fiziksel Buhar Biriktirme |
| R | Direnç |
| RHEED | Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı |
| SEM | Taramalı Elektron Mikroskobu |
| Sr | Stronsiyum |
| STO | $SrTiO_3$ |
| T | Sıcaklık |
| $T_C$ | Kritik sıcaklık |
| Tl | Talyum |
| XRD | X-Işını Kırınımı |
| Y | İtriyum |
| Y123 | $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ |
| Y211 | $Y_2BaCuO_5$ |
| YBCO | $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ |
| YSS | Yüksek Sıcaklık Süperiletken |
| YSZ | İtriyum-Sabitlenmiş Zirkonyum Dioksit |
| $\chi$ | Manyetik Alınganlık |
| $\kappa$ | Ginzburg-Landau Parametresi |
| $\xi$ | Uyum Uzunluğu |
| $\lambda$ | London Nüfuz Derinliği |
| $\lambda_T$ | Termal Genleşme Katsayısı |
| $\mu$ | Manyetik Dipol Momenti |
| $\mu_0$ | Boşluğun Manyetik Geçirgenlik Katsayısı |
| $\mu_m$ | Malzemenin Manyetik Geçirgenlik Katsayısı |

## ŞEKİLLER DİZİNİ


**Şekil 1.1.** H. K. Onnes'in cıva için direnç-sıcaklık grafiği (Kittel 2004) ..... 1

**Şekil 1.2.** Normal metaller ve süperiletken malzemeler için özdirenç-sıcaklık grafikleri (Callister 2007) ..... 2

**Şekil 2.1.** Meissner etkisi (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 8

**Şekil 2.2.** Süperiletken ve mükemmel iletkenin farkı (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 9

**Şekil 2.3.** Süperiletkenin Meissner fazı (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 11

**Şekil 2.4.** Kritik sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu (Callister 2007) ..... 12

**Şekil 2.5.** Manyetik akı yoğunluğunun derinlik ile değişimi (ASM 1990) ..... 13

**Şekil 2.6.** I. Tip süperiletkenler için faz diyagramı (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 17

**Şekil 2.7.** II. Tip süperiletkenler için faz diyagramı (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 18

**Şekil 2.8.** YSS malzemelerin kristal yapıları a) perovskit yapısı, b) kaya tuzu yapısı, c) florit yapısı, d) ab düzlemi (Hokola 2001) ..... 20

**Şekil 2.9.** a) Üç katlı perovskit yapı. b) Orijini kaydırılmış perovskit yapı (Whittingham 1995) ..... 21

**Şekil 2.10.** a) YBCO birim hücresi (Whittingham 1995), b) YBCO birim hücresinde CuO zinciri ve $CuO_2$ yüzeyleri (Saxena 2010) 22

**Şekil 2.11.** a) Ortorombik yapıdan tetragonal yapıya geçişin δ'ya bağlılığı. b) YBCO'nun c örgü parametrelerinin δ ile değişimi (Saxena 2010) ..... 23

**Şekil 2.12.** YBCO'da oksijen miktarının kritik sıcaklık üzerine etkisi (Fossheim and Sudboe 2004) ..... 24

**Şekil 2.13.** İnce film büyütme işlemi ..... 27

**Şekil 3.1.** Platin plaka ve tutucusu ..... 31

**Şekil 3.2.** PLD sistemi ..... 33

**Şekil 3.3.** PLD sisteminin şematik gösterimi ..... 35

**Şekil 3.4.** Optik bileşenlerden kesici ..... 40

**Şekil 3.5.** PLD sisteminin optik bileşenleri (Neocera 2007) ..... 41

**Şekil 3.6.** Odaklanmış lazerin a) şekli b) bilgisayar taraması ..... 42

**Şekil 3.7.** Kristal büyütme işlemi sırasında oluşan plazma bulutu ..... 44

**Şekil 3.8.** Karosel düzeneği (Neocera 2007) ..... 45

**Şekil 3.9.** Isıtıcının şematik gösterimi (Neocera 2007) ..... 47

**Şekil 3.10.** Vakum odası içerisindeki ısıtıcı düzeneği....48
**Şekil 3.11.** Platin plaka ve alttaşın 1000°C'deki görüntüsü....49
**Şekil 3.12.** Ewald küresi, karşıt çubuklar ve Laue halkaları (Klein 2001)....51
**Şekil 3.13.** RHEED'de elde edilen osilasyon (Caballero 2010)....52
**Şekil 3.14.** Fosfor ekranda gözlenen RHEED desenleri....53
**Şekil 3.15.** RHEED'de gözlenen çubuklaşma (Rocca 2009)....53
**Şekil 3.16.** RHEED ekranında gözlenen Kikuchi çizgileri (Coenen 2010)....54
**Şekil 3.17.** RHEED sisteminin şematik gösterimi....54
**Şekil 3.18.** RHEED sisteminin bileşenleri....55
**Şekil 3.19.** Fiziksel özellikler ölçüm sistemi....56
**Şekil 3.20.** Dört nokta direnç ölçüm şeması....56
**Şekil 3.21.** PPMS direnç ölçüm probu (QuantumDesign 1999)....57
**Şekil 3.22.** AC manyetik alınganlık sistemi çalışma prensibi....58
**Şekil 3.23.** Zn katkılı numunelerin AC alınganlık ölçümleri (Singh *et al.* 1997)....60
**Şekil 4.1.** YBCO hedef tabletin XRD deseni....62
**Şekil 4.2.** Temizlenmiş LAO alttaşın XRD deseni....63
**Şekil 4.3.** Temizlenmemiş LAO alttaşın XRD deseni....64
**Şekil 4.4.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 800°C için XRD deseni....65
**Şekil 4.5.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 900°C için XRD deseni....65
**Şekil 4.6.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni....66
**Şekil 4.7.** Hedef-alttaş mesafesi 6 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni....66
**Şekil 4.8.** Hedef-alttaş mesafesi 5 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni....67
**Şekil 4.9.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 150 mTorr için XRD deseni....68
**Şekil 4.10.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 200 mTorr için XRD deseni....68
**Şekil 4.11.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 250 mTorr için XRD deseni....69
**Şekil 4.12.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 200 mTorr ($O_2$*) için XRD deseni....69
**Şekil 4.13.** LAO alttaşın RHEED görüntüsü....71
**Şekil 4.14.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki RHEED deseni....71

**Şekil 4.15.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki RHEED deseni ..... 72
**Şekil 4.16.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki RHEED deseni ..... 72
**Şekil 4.17.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 73
**Şekil 4.18.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 74
**Şekil 4.19.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 74
**Şekil 4.20.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 75
**Şekil 4.21.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 75
**Şekil 4.22.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 76
**Şekil 4.23.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 76
**Şekil 4.24.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 77
**Şekil 4.25.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü..... 77
**Şekil 4.26.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve
4000 büyütmeli SEM görüntüsü ..... 78
**Şekil 4.27.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve
10000 büyütmeli SEM görüntüsü ..... 78
**Şekil 4.28.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve
15000 büyütmeli SEM görüntüsü ..... 79
**Şekil 4.29.** 150 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 81
**Şekil 4.30.** 150 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 82
**Şekil 4.31.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 83
**Şekil 4.32.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 84
**Şekil 4.33.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 85
**Şekil 4.34.** 250 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 86
**Şekil 4.35.** 250 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun
alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu ..... 87

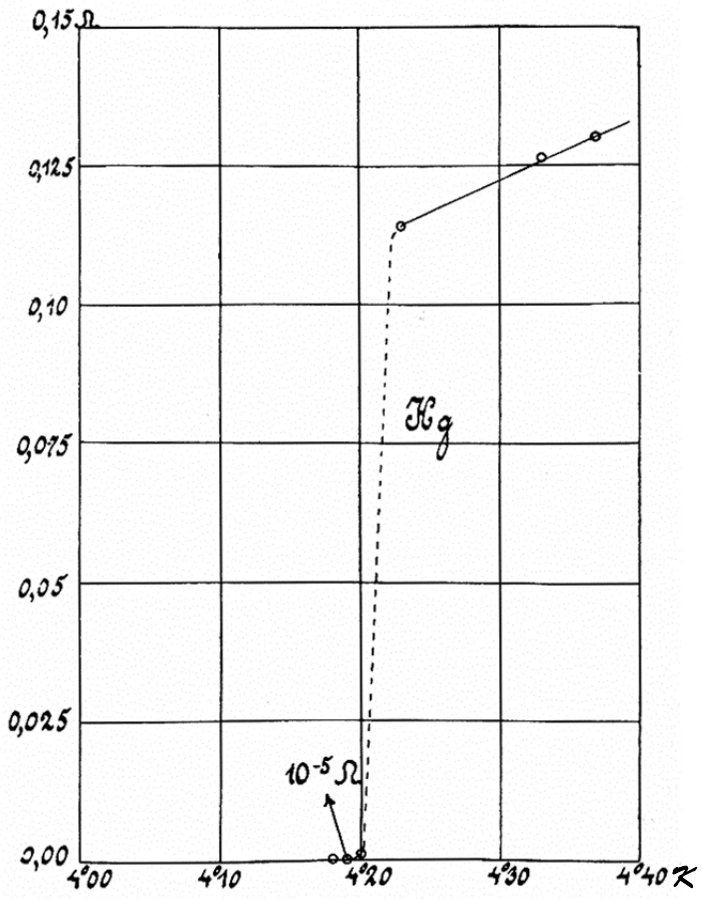
**Şekil 4.36.** 150 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için
AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi ..... 88
**Şekil 4.37.** 200 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için
AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi ..... 89
**Şekil 4.38.** 250 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için
AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi ..... 89
**Şekil 4.39.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (0 Oe)..... 90
**Şekil 4.40.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (10000 Oe)..... 91
**Şekil 4.41.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (18536 Oe)..... 91
**Şekil 4.42.** 150 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin a) üç boyutlu AFM görüntüsü,
b) iki boyutlu AFM görüntüsü ve c) çizgisel yükselti diyagramı ..... 93
**Şekil 4.43.** 200 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin a) üç boyutlu AFM görüntüsü,
b) iki boyutlu AFM görüntüsü ve c) çizgisel yükselti diyagramı ..... 94
**Şekil 4.44.** 250 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin a) üç boyutlu AFM görüntüsü,
b) iki boyutlu AFM görüntüsü ve c) çizgisel yükselti diyagramı ..... 95
**Şekil 4.45.** 200 mTorr'da ($O_2$*) büyütülen YBCO ince filmin
a) üç boyutlu AFM görüntüsü, b) iki boyutlu AFM görüntüsü ve
c) çizgisel yükselti diyagramı..... 96
**Şekil 5.1.** CuO-$Y_2O_3$-BaO'e ait üçlü faz diyagramı (Sheahen 1994) ..... 99

# ÇİZELGELER DİZİNİ

**Çizelge 2.1.** YBCO'nun süperiletkenlik özellikleri (Saxena 2010) …… 21
**Çizelge 3.1.** Örgü parametreleri ve termal genleşme katsayıları …….. 29
**Çizelge 3.2.** LAO kristalin fiziksel özellikleri (MTI 2002) ……..……..…..…… 30
**Çizelge 4.1.** Numunelerin I(003) : I(005) : I(006) pik şiddetleri oranları ……..... 70
**Çizelge 4.2.** Numunelerin $T_C$ değerleri …… 88
**Çizelge 4.3.** Numunelerin ortalama pürüzlülük değerleri ……. 92
**Çizelge 5.1.** Numunelerin ortalama atom yüzdeleri …….. 98

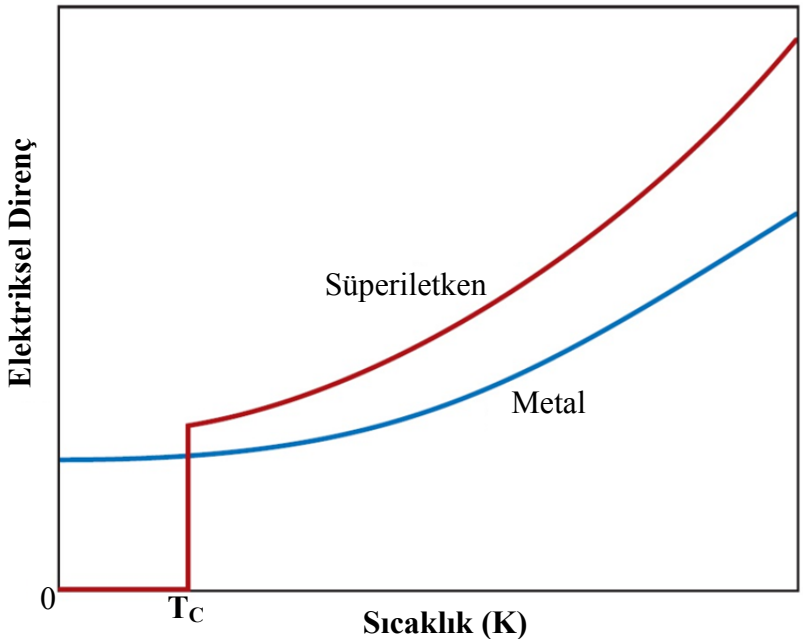
# 1. GİRİŞ

İletken olarak adlandırılan malzemelerde elektrik akımı akarken elektronların hareketine karşı bir direnç mevcut olduğundan, akımı devam ettirebilmek için sürekli olarak voltaj uygulanması gerekmektedir. Metallerin büyük bir kısmı oda sıcaklığında kendine has direnç göstermekle beraber, mutlak sıfıra kadar soğutulduklarında süperiletken hale geçerler. 1908'de helyumun sıvılaştığı sıcaklıklara inebilen kriyojenik soğutucunun icadından sonra, 1911 yılında Heike Kammerlingh Onnes, cıvanın elektriksel özelliklerinin sıcaklığa bağlılığını incelerken 4,2 K'de cıvanın özdirencinin aniden sıfıra gittiğini gözlemlemiş (Şekil 1.1) ve cıvanın daha önce bilinen özelliklerinden farklı olarak yeni bir duruma geçtiğini anlayarak, bu yeni durumu süperiletkenlik durumu olarak adlandırmıştır (Kittel 2004).




**Şekil 1.1.** H. K. Onnes'in cıva için direnç-sıcaklık grafiği (Kittel 2004)

Süperiletkenlik belirli bir sıcaklığın altında bazı malzemelerin direncinin sıfıra gitmesi olarak tanımlanmakta ve direncin sıfıra gittiği sıcaklık, kritik sıcaklık ($T_C$) olarak adlandırılmaktadır (Callister 2007) (Şekil 1.2). 1911 yılı süperiletkenliğin başlangıcı olarak kabul edilmekte olup, ilerleyen yıllarda diğer birçok metalin süperiletkenlik özelliği gösterdiği gözlenmiştir. Bu elementlerden niyobyumun (Nb) 9,25 K ile en yüksek $T_C$'ye sahip element olup (Martienssen and Warlimont 2005), bu elementin alaşımları 10 ile 23 K arasında süperiletkenlik özelliği göstermektedir.




**Şekil 1.2.** Normal metaller ve süperiletken malzemeler için özdirenç-sıcaklık grafikleri (Callister 2007)

1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld, süperiletkenlerin manyetik özelliklerini incelerken, manyetik alan içerisinde bulunan bir malzemenin süperiletken hale geçtikten sonra, manyetik alanı dışladığını keşfetmişlerdir (Meissner and Ochsenfeld 1933). Bu olay Meissner etkisi olarak adlandırılmaktadır. Fritz ve Heinz London kardeşler ise 1935 yılında Meissner etkisini açıklamak amacıyla Maxwell denklemlerine dayanan bir teori ileri sürmüşlerdir (London and London 1935). London modeli olarak adlandırılan bu teoride, durgun manyetik alanın süperiletken içerisine ne kadar sızabileceğini göstermişler ve süperiletkenliğin ilk karakteristik özelliği olan London nüfuz derinliği ($\lambda$) için bir ifade geliştirmişlerdir.

Süperiletkenliğin ikinci teorisi 1950 yılında Ginzburg ve Landau tarafından geliştirilmiştir (Fossheim and Sudboe 2004). Bu teori, süperiletkenliği açıklamak için kuantum-mekanik dalga fonksiyonlarını kullanmış ve çiftlenen elektronların nasıl etkileşeceklerini gösteren, süperiletkenliğin ikinci karakteristik özelliği olan uyum uzunluğunu ($\xi$) tanımlamışlardır (Sheahen 1994).

Maxwell tarafından cıva ile yapılan deneysel çalışmalar, atomik kütlenin artması ile süperiletkenliğin düştüğünü göstermiş olup (Maxwell 1950)**,** bu olay H. Fröhlich tarafından 1950 yılında teorik olarak açıklanmış ve izotop etkisinin, örgü hareketleri ve süperiletkenlik mekanizmasında önemli bir rol oynadığını göstermiştir (Fröhlich 1950).

1957 yılında Abrikosov, süperiletkenlerin manyetik alan altındaki davranışını inceleyerek, süperiletkenlerin I. tip ve II. tip olmak üzere, iki çeşit olarak sınıflandırılabileceğini göstermiştir (Abrikosov 1957).

London modeli ve Ginzburg-Landau teorisi klasik fizik yaklaşımı kullanılarak geliştirilmiş teoriler olup, bu teorilerde maddenin makroskobik yapısı dikkate alınmıştır. Mikroskobik anlamda süperiletkenliğin ilk teorisi ise 1957 yılında J. Bardeen, L. N. Cooper ve J. R. Schrieffer tarafından ortaya konulmuştur (Bardeen ***et al.*** 1957). BCS teorisi olarak bilinen bu teori, süperiletken akımın, bağlı elektron çiftleri tarafından taşındığı ve normal durum ile süperiletken durum arasında bir yasak enerji aralığı olduğunu öngörmektedir.

Süperiletkenliğin keşfinden sonra, bu malzemeler için potansiyel uygulama alanları bulmak amacıyla çalışmalar yapılmıştır. Bununla birlikte bu malzemelerin pahalı sıvı helyum ile oldukça düşük sıcaklıklara kadar soğutulmaları gerektiğinden, uzun süre süperiletkenlerin büyük ölçekli ticari uygulamaları mümkün olamamıştır.

1986 yılı süperiletkenlik tarihinde bir dönüm noktası niteliğindedir. Bu tarihte J. G. Bednorz ve K. A. Müller kritik sıcaklığı 35 K ile ilk yüksek sıcaklık süperiletkeni (YSS) olan La-Ba-Cu-O seramik bileşiğini elde etmeyi başarmışlar (Bednorz and

Müller 1986) ve 1987 yılında Nobel Fizik Ödülü'ne layık görülmüşlerdir. Seramiklerin normalde yalıtkan olması bu keşfi oldukça ilginç kılmaktadır. J. G. Bednorz ve K. A. Müller tarafından sentezlenen La-Ba-Cu-O bileşiği yüksek sıcaklık süperiletkenlik dönemini başlatarak süperiletkenlik alanına büyük bir hareketlilik getirmiştir. Bu tarihten sonra birçok araştırmacı, daha yüksek kritik sıcaklığa sahip seramik kombinasyonlarını elde etmek amacıyla çalışmalarına hız vermişlerdir. Bu dönemde yapılan diğer çalışmalarda La-Ba-Cu-O sisteminde kritik sıcaklığın atmosfer basıncında 40 K olduğu (Cava *et al.* 1987), yüksek basınçta ise 52 K üzerine çıktığı tespit edilmiştir (Chu *et al.* 1987). 1987 yılında ise Wu ve arkadaşları Lantan (La) yerine İtriyum (Y) kullanarak süperiletkenlik kritik sıcaklığını atmosfer basıncında 90 K üzerine çıkarmayı başarmışlardır (Wu *et al.* 1987). Bu çalışma, sıvı azotun kaynama sıcaklığından (77 K) daha yüksek sıcaklıklara çıkılması açısından oldukça önemlidir. Sıvı azot ile soğutma işleminin kolaylığı ve ucuzluğu düşünüldüğünde süperiletkenlik ticari uygulamalar açısından daha çekici hale gelmiştir. 1988 yılının başlarında Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) yapısının bulunması ile birlikte kritik sıcaklık 110 K' e ulaşmıştır (Michel *et al.* 1987; Maeda *et al.* 1988) . Daha sonraları kritik sıcaklığı 120 ile 125 K arasında olan Tl-Ca-Ba-Cu-O bileşiği bulunmuştur. (Hazen *et al.* 1988). 1993 yılında Berkley ve arkadaşları 7 GPa basınç altında bu bileşiğin kritik sıcaklığının 131,8 K olduğunu tespit etmişlerdir (Berkley *et al.* 1993). Bu tarihten sonra kritik sıcaklığı 130 K üzerinde olan $HgBa_2Ca_nCu_{n+1}O_{2n+4}$ (n=1, 2) bileşikleri elde edilmiştir (Schilling *et al.* 1993; Iqbal *et al.* 1994). Aynı yıllarda yapılan çalışmalarda cıvalı bileşiklerin kritik sıcaklıklarının, basınçla arttığı ve 10 GPa basınç altında kritik sıcaklıklarının 150 K civarında (Chu *et al.* 1993), 31 GPa basınçta ise kritik sıcaklığın 164 K civarında olduğu gösterilmiştir (Gao *et al.* 1994).

Bakır-oksit içermeyen ve 0,54 K gibi çok düşük sıcaklıklarda süperiletkenlik gösteren malzemelerin bulunmuş olmasına rağmen (Stewart *et al.* 1984), 2001 yılında Nagamatsu ve ekibi $MgB_2$ gibi basit bir bileşiğin 39 K'de süperiletken hale geçtiğini göstermişlerdir (Fossheim and Sudboe 2004). $MgB_2$ BCS tipi metalik bir süperiletken için bilinen en yüksek $T_C$ değerine sahiptir. 2008 yılında demir tabanlı kimyasal bir bileşiğin 26 K'de süperiletkenlik gösterdiği tespit edilmiş (Kamihara *et al.* 2008) ve kısa

sürede kritik sıcaklıkta 55 K değerine kadar çıkılmıştır (Paglione and Greene 2010). Bu bileşiğin bakır-oksitlerden çok farklı yapıda olması, BCS teorisi dışında bir teori geliştirilebilmesine yardımcı olması açısından oldukça önemlidir.

Yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin en önemli özelliği, bu malzemelerin sıvı azot sıcaklığına (≈77 K) kadar soğutulmalarının yeterli oluşudur. Yüksek sıcaklık süperiletkenlerini kullanarak, elektronik bileşenlerin boyutlarının küçültülmesi ve performanslarının iyileştirilmesi mümkündür. $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO) bileşiği bu malzemeler içerisinde en iyi bilineni ve en yaygın olarak çalışılanıdır. Mikro-elektronik bileşenlerin yapımında ince film şeklindeki süperiletkenlerin kullanılması gerekmektedir. İnce filmlerin üretilebilmesi için geliştirilen en başarılı tekniklerden birisi Darbeli Lazer Yığma (PLD) tekniğidir. Bu teknik yüksek enerjili lazer darbelerinin, hedef malzeme yüzeyinde bulunan parçacıklarla etkileşmesi ve bunun sonucunda buharlaştırılması prensibine dayanmaktadır. Buharlaşan parçacıklar, alttaş kristali üzerine yığılarak ince film haline gelmektedir. Bu teknik YBCO gibi seramik olan YSS malzemeleri de içeren, hemen her çeşit malzemeye uygulanabilmektedir (Chrisey and Hubler 1994).

YSS malzemelerin en önemli uygulama alanları, mikro-elektronik bileşenler, süperiletken teller, kablolar ve mıknatıslardır. Süperiletken tel, kablo ve mıknatısların elde edilmesi gibi uygulama alanlarında, genellikle külçe süperiletkenlere ihtiyaç duyulmasına rağmen, mikro-elektronik bileşenlerin elde edilmesinde ince film şeklindeki süperiletken malzemelere gereksinim vardır.

Bu tezde, ince film şeklinde büyütülecek malzeme olarak YBCO tercih edilmiştir. YSS malzemelerden YBCO'nun seçilmiş olmasının nedeni, diğer nadir toprak elementlerini (lantanitler) içeren YSS'lerin YBCO'ya kıyasla değişken $T_C$, performans ve çivileme davranışı göstermeleridir (Wee *et al.* 2007). YBCO ince filmler PLD tekniği kullanılmak suretiyle elde edilmiştir. YBCO süperiletken ince filmlerin birçok farklı kristal alttaş üzerine büyütülmesi mümkündür. Bununla birlikte iyi bir ince filmin elde edilebilmesi açısından, alttaşın YBCO ile aynı yönelimde olması ve alttaş ile

YBCO'nun örgü sabitlerinin birbirine yakın değerlere sahip olması oldukça önemlidir. Bu durum dikkate alınarak, bu çalışmada perovskit kristal örgü yapısına sahip olan YBCO ince filmlerinin kristal örgü yapısıyla iyi uyum sağlaması ve termal genleşme katsayılarının birbirine yakın olması nedeniyle, $LaAlO_3$ (LAO) alttaş olarak tercih edilmiştir. YBCO ince filmler elde edilmeden önce, PLD sistemindeki kontrol edilebilir değişkenleri değiştirmek suretiyle, film büyütme için en uygun koşullar belirlenmiştir. PLD sistemine entegre edilmiş olan Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı (RHEED) ile, elde edilen kırınım desenleri gözlenerek, YBCO filmlerin tek kristal şeklinde büyüyüp büyümediği kontrol edilmiştir. İnce filmlerin yüzey morfolojisi Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) yardımıyla, kristal yapısı ise X-Işını Kırınımı (XRD) kullanmak suretiyle belirlenmiştir. Elde edilen ince filmlerin elektriksel özellikleri Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi (PPMS) yardımıyla elde edilmiş ve elde edilen bu değerler mevcut deneysel ve teorik değerler ile karşılaştırılmıştır.

# 2. KURAMSAL TEMELLER

## 2.1. Sıfır Direnç ve Kritik Sıcaklık

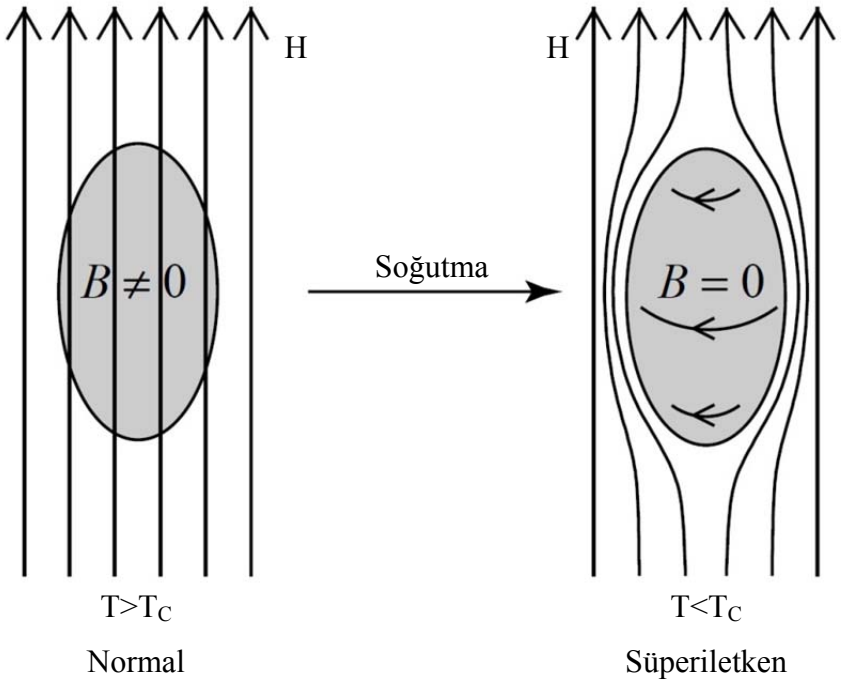
Bir iletkende akım, metal içinde serbestçe hareket eden iletim elektronları tarafından taşınmaktadır. İletken malzemelere potansiyel fark uygulanması sonucunda, iletim elektronları kristal örgü ile elastik olmayan çarpışmalar yapmaktadırlar. İletken malzemelerde direncin varlığı, iletim elektronlarının kristal örgü ile yaptıkları çarpışmalarla ilişkilidir. Bu çarpışmalar sonucunda iletim elektronlarının enerjilerinin bir kısmı ısı enerjisine dönüşür. Süperiletkenlik özelliği göstermeyen, bakır ve altın gibi soy metaller ile çoğu ferromanyetik malzemelerin direnci sıcaklık düştükçe azalmasına karşın, bu malzemelerin direnci, 0 K'e yaklaşıldığında, sıfıra gitmez.

Buna karşın bazı metal, alaşım ve seramiklerin ise, $T_C$ olarak adlandırılan belirli bir sıcaklığın altında örgü titreşimlerinin enerjisi, ters spin ve momentuma sahip iki elektronun enerjisinden büyük olduğu için; kristal örgü, elektron çiftleri üzerine çekme kuvveti uygular. Çiftlenen bu elektronlar malzeme içerisinde herhangi bir dirence maruz kalmadan ilerler (Bardeen *et al.* 1957).

Çiftlenen elektronlar, Cooper Çiftleri olarak adlandırılmaktadır. Elektronların Cooper çiftleri oluşturarak kristal örgü ile çarpışmaya uğramaması nedeniyle, direnç sıfıra gider, bu da akımların sürekli olmasına yol açar. Yani süperiletken bir malzemede başlatılan herhangi bir akım, bir voltaj uygulanmasına gerek kalmadan devam eder. Bu durum direncin sıfıra gitmesinin bir sonucudur. Süperiletken malzemelerde oluşturulan akımlar, süperiletkenlik koşulları sağlandığı sürece, yıllarca sürmektedir. Süperiletken olarak adlandırılan bu tür malzemelerin $T_C$ değerleri, süperiletken malzemenin cinsine ve ortam koşullarına bağlı olarak değişmektedir.

## 2.2. Meissner Etkisi

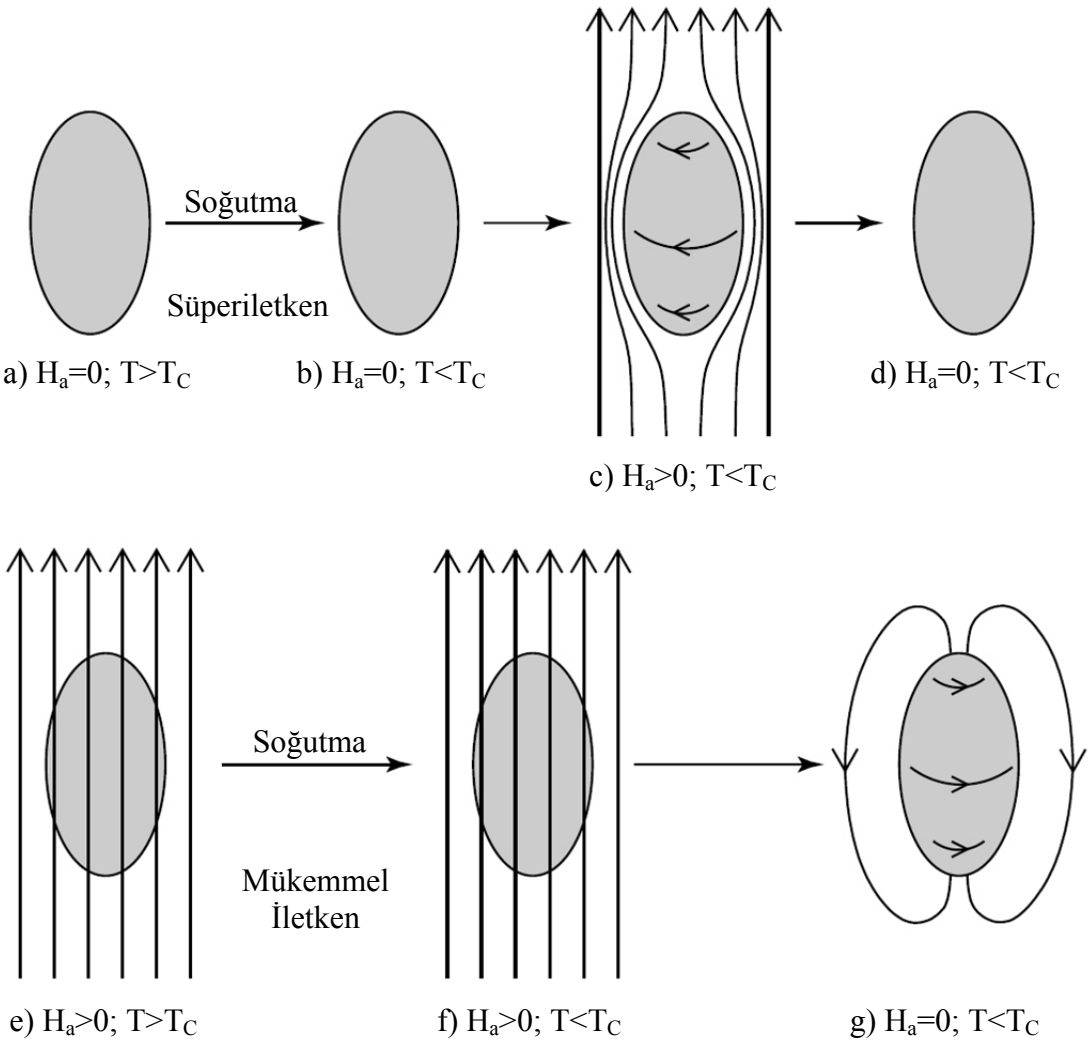
Süperiletken bir malzeme kritik sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta, uygulanan bir dış manyetik alana ($H_a$) yerleştirildiğinde, manyetik alan malzeme içerisine tamamen nüfuz eder. Kritik sıcaklığın atında, süperiletken halde olduğunda ise ($T<T_C$), süperiletken içindeki bileşke manyetik alanı sıfır yapacak şekilde (B=0), süperiletken yüzeyinde oluşan kararlı akımlar tarafından, dış manyetik alana zıt yönde bir manyetik alan oluşur (Şekil 2.1). "Meissner Etkisi" olarak bilinen süperiletkenlik halinin bu özelliği, dış manyetik alanın süperiletken malzemeden dışarlanması şeklinde ifade edilir (Meissner and Ochsenfeld 1933). Meissner etkisi en basit şekilde bir süperiletkenin yüzeyinin üzerinde, küçük bir mıknatısın havada asılı kalması suretiyle deneysel olarak gösterilebilmektedir.




**Şekil 2.1.** Meissner etkisi (Fossheim and Sudboe 2004)

Süperiletken içerisindeki net manyetik alan sıfır olduğu için, süperiletken mükemmel bir iletken malzeme gibi davranır. Meissner etkisi, çoğu zaman mükemmel iletkenlerde olması beklenen mükemmel diyamanyetizma ile karıştırılmaktadır. Bir süperiletken

içerisindeki manyetik alanın sıfır olması, sıfır dirençten kaynaklanan mükemmel diyamanyetizmadan farklıdır (Şekil 2.2).




**Şekil 2.2.** Süperiletken ve mükemmel iletkenin farkı (Fossheim and Sudboe 2004)

Başlangıçta dış manyetik alan yokken ($H_a$=0), oda sıcaklığında bulunan süperiletken malzeme (Şekil 2.2.a), kritik sıcaklığın altına kadar soğutulmaktadır (Şekil 2.2.b). Bir dış manyetik alan uygulandıktan sonra, süperiletken malzeme manyetik alanı dışarlamaktadır (Şekil 2.2.c). Uygulanan dış manyetik alan kaldırıldığında, süperiletken malzemenin içerisindeki manyetik akı sıfır olmaktadır (Şekil 2.2.d).

Başlangıçta dış manyetik alan varken ($H_a$>0), oda sıcaklığında bulunan mükemmel iletken malzeme (Şekil 2.2.e), kritik sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda, mükemmel iletken içerisindeki manyetik akı, Lenz yasasına uygun olarak değişmemektedir (Şekil 2.2.f). Uygulanan dış manyetik alan kaldırıldığında, mükemmel iletkenin içerisindeki manyetik akı sabit kalmaktadır (Şekil 2.2.g).

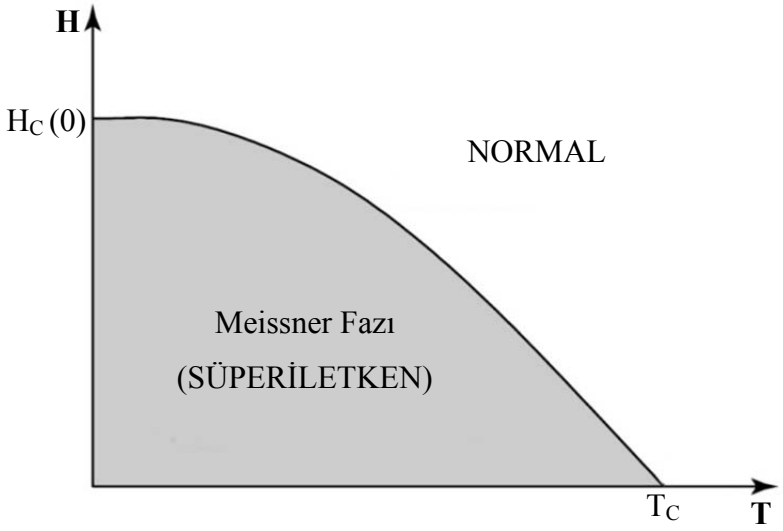
Sonuç olarak, başlangıçta dış manyetik alan olsun ya da olmasın, oda sıcaklığında bulunan süperiletken malzeme, kritik sıcaklığın altına kadar soğutulduğunda, manyetik alanı dışarlarken, mükemmel iletken içerisindeki manyetik akı değişmemektedir. Uygulanan dış manyetik alan kaldırıldığında süperiletken içerisindeki manyetik akı sıfır olurken, mükemmel iletkenin içerisindeki manyetik akı aynen kalmaktadır (Fossheim and Sudboe 2004).

### 2.3. Kritik Manyetik Alan

Süperiletkenin önemli özelliklerinden birisi de kritik manyetik alandır ($H_C$). Bu kritik alan değerine kadar, süperiletken malzeme dışarıdan uygulanan manyetik alanı tamamen dışarlar. Dış manyetik alanın değeri, bu kritik değeri aşınca malzemenin süperiletkenlik özelliği bozulur. Kritik manyetik alan değeri

$$H_C(T) = H_C(0)\left[1 - \left({}^{T}/_{T_C}\right)^2\right] \quad (1)$$

şeklinde verilmiş olup (Tinkham 2004), hem kritik sıcaklığa hem de ortamın sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir (Şekil 2.3). Bu manyetik alan değeri, malzemenin süperiletkenlik özelliğinin bozulmadan uygulanabileceği maksimum alan değeridir. Kritik alan değeri malzemenin yapısına ve manyetik alan uygulanış yönüne bağlı olarak da değişebilir. Bu kritik değerin altındaki manyetik alanlarda ise malzeme süperiletkenlik özelliğini korur.

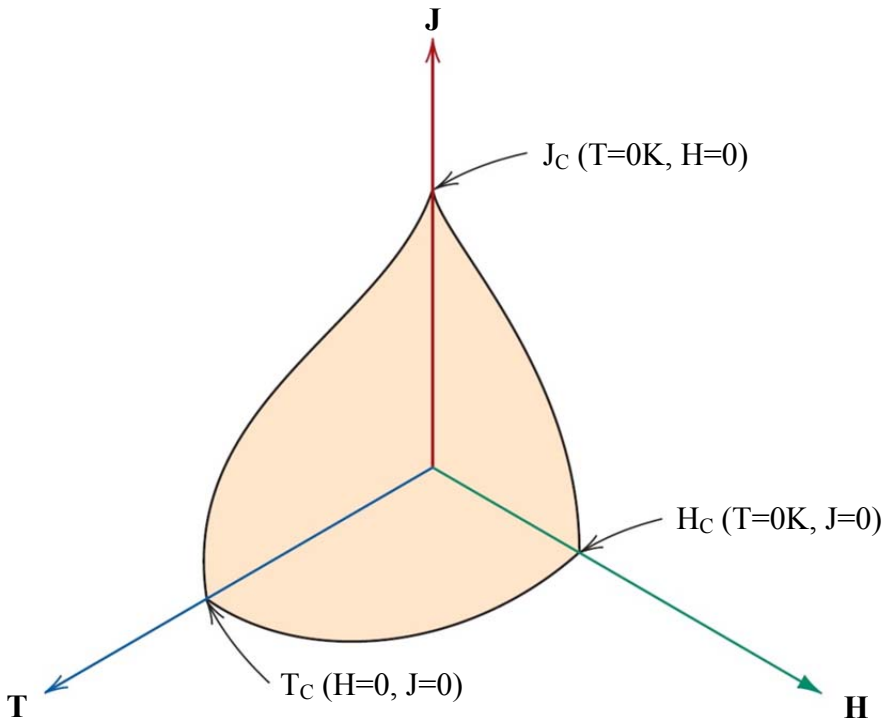



**Şekil 2.3.** Süperiletkenin Meissner fazı (Fossheim and Sudboe 2004)

## 2.4. Kritik Akım Yoğunluğu

Süperiletkenliği, yalnızca kuvvetli bir dış manyetik alanın uygulanmasıyla değil, aynı zamanda malzemeden kritik akım yoğunluğu ($J_C$) olarak adlandırılan, bir akım değerinden daha büyük akımlar geçirmek suretiyle de ortadan kaldırmak mümkündür. Yani süperiletken malzemelerin taşıyabileceği maksimum bir akım mevcuttur. Bu akımdan daha büyük akımlar süperiletken malzemeden geçirilirse, süperiletken kritik sıcaklığın altında olsa bile, süperiletkenliği bozulur ve normal hale geçer. Kritik akım yoğunluğunun değeri sıcaklığın bir fonksiyonudur. Süperiletkenin sıcaklığını azaltacak olursak, taşıyabileceği akım da artar.

Kritik sıcaklık, kritik manyetik alan ve kritik akım yoğunluğu süperiletkenleri karakterize eden en önemli parametrelerdir. Şekil 2.4'de normal ve süperiletken durumları ayıran sıcaklık - manyetik alan - akım yoğunluğu sınırını gösterilmektedir. Bu sınırın konumu malzemeye bağlıdır. Bu sınır ve orijin arasında kalan; sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu değerlerinde malzeme süperiletken halde, sınırın dışında ise normal haldedir.

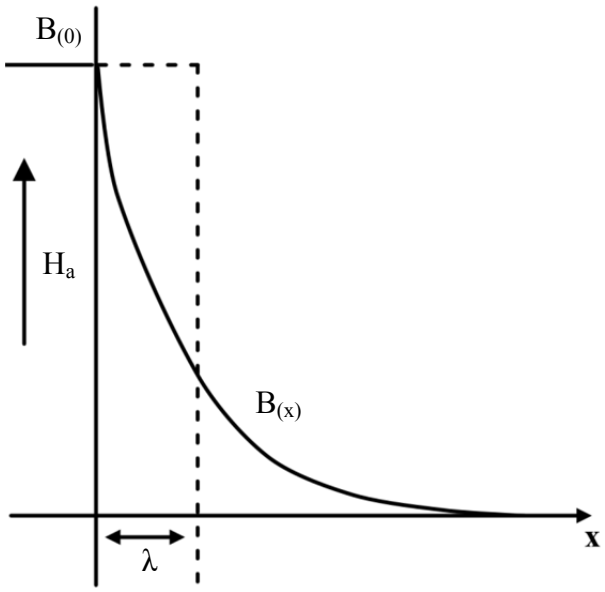



**Şekil 2.4.** Kritik sıcaklık, manyetik alan ve akım yoğunluğu (Callister 2007)

## 2.5. London Nüfuz Derinliği

Süperiletken malzemelerde belirli bir $H_C$ değerinden sonra, numunenin süperiletkenlik özelliği kaybolmaktadır. Süperiletken malzemede dış manyetik alanı dışlayan yüzey akımlarını, sadece malzemenin yüzeyiyle sınırlandırmak doğru değildir. Yüzey akımları farklı malzemelerde değişik değerler almasına karşın, yaklaşık 10–100 nm kalınlığa sahip ince bir yüzey tabakasında akar. Bu nedenle manyetik akı yoğunluğu (B) süperiletken malzemenin yüzeyinde aniden sıfıra düşmez, bunun yerine akı perdeleyici yüzey akımlarının aktığı bölgede yavaş yavaş sıfıra düşer. Kritik manyetik alan değerine kadar uygulanan manyetik alan değerleri için, manyetik alan numune içerisinde üstel olarak azalarak belirli bir derinlikte sıfır olur.

Manyetik alanın sıfıra düştüğü ya da perdeleyici yüzey akımlarının numunede aktığı derinlik, nüfuz derinliği (λ) olarak adlandırılmaktadır. Yarı sonsuz dikdörtgenler prizması şeklindeki bir süperiletken malzemenin içinde, akı yoğunluğunun numune yüzeyinden olan x uzaklığı ile değişimi Şekil 2.5'de gösterilmektedir.




**Şekil 2.5.** Manyetik akı yoğunluğunun derinlik ile değişimi (ASM 1990)

Süperiletkenliğin London Teorisine göre, nüfuz derinliğinden daha kalın bir numunedeki manyetik akı yoğunluğunun, malzeme içerisinde ki konuma bağlı üstel değişimi,

$$B_{(x)} = B_{(0)} e^{-x/\lambda} \tag{2}$$

şeklinde ifade edilmektedir. Burada $B_{(0)}$ malzeme yüzeyindeki manyetik akı yoğunluğudur. Manyetik alanın nüfuz etmesi olayı, öncelikle ince film ya da ince toz süperiletkenlerle çalışırken önem kazanmaktadır. Örneğin, film kalınlığı λ mertebesinde veya bu değerden küçükse uygulanan alan numunenin tamamına kolaylıkla nüfuz eder ve böylece akı dışarlanması tam olarak gerçekleşmez.

Nüfuz derinliği (λ) süperiletkenlik elektronlarının yoğunluğuna bağlı olarak değişmektedir. Bu değişim;

$$\lambda = \left(\frac{mc^2}{4\,\pi\, n_s\, e^2}\right)^{1/2} \tag{3}$$

ile verilmektedir. Burada, m elektronun kütlesi, c ışık hızı, e elektronun yükü ve $n_s$ ise çiftlenmiş elektron yoğunluğudur.

Nüfuz derinliği sıcaklığa bağlı olarak da değişmektedir. Bu değişim ise;

$$\lambda(T) = \frac{\lambda_0}{\left[1-\left(T/T_C\right)^4\right]^{1/2}} \quad (4)$$

ile verilmektedir (Schmidt 1997). Burada $\lambda_0$ 0 K'deki nüfuz derinliği, $T_C$ ise kritik sıcaklıktır. Düşük sıcaklıklarda nüfuz derinliği sıcaklıktan hemen hemen bağımsızdır ve yaklaşık olarak $\lambda_0$'a eşittir. Sıcaklık, süperiletken malzemenin kritik sıcaklığına yaklaştıkça, uygulanan dış alan malzeme içerisinde daha derin noktalara nüfuz eder ve sonuçta malzemenin tümünden geçerek, malzemenin normal hale gelmesine sebep olur.

YSS'lerde nüfuz derinliği genellikle birkaç bin atom arası mesafe düzeyinde olup, çok büyük bir değere sahiptir ve kristallografik yönelimlere bağlı olarak büyüklüğü değişmektedir.

### 2.6. Uyum Uzunluğu

Uyum uzunluğu ($\xi$) süperiletkenliğin belirlenmesinde kullanılan önemli parametrelerden birisidir. Süperiletkenliğin oluşabileceği en küçük boyut veya Cooper çiftlerinin bir arada bulunabileceği en küçük mesafe olarak tanımlanmaktadır. Uyum uzunluğu, elektron veya boşluk çiftleri gibi süperiletken yük taşıyıcıların yoğunluğundaki uzaysal değişimler için bir oran vermekte olup, Cooper çiftlerinin birbirleri ile nasıl etkileşeceğini gösteren bir parametredir (Sheahen 1994). Uyum uzunluğu,

$$\xi_0 = \frac{2h\,v_f}{\pi\varepsilon_g} \quad (5)$$

ile verilmektedir. Burada $v_f$ fermi enerjisindeki elektronların hızı, h Planck sabiti ve $\varepsilon_g$ süperiletkenlik bant aralığıdır. YSS'lerde uyum uzunluğu genellikle birkaç atom arası mesafe düzeyinde olup, çok küçük bir değere sahiptir ve kristallografik yönelimlere bağlı olarak değişmektedir.

## 2.7. Manyetik Alınganlık

Akım taşıyan bir telin manyetik alan oluşturması gibi, atom içerisindeki elektronlar da bir manyetik alan oluşturmaktadır. I akımına sahip, A alanlı bir akım halkasının manyetik dipol momenti $\mu=I\cdot A$ ile verilip, V hacimli ve toplam manyetik momenti $\mu_{Toplam}$ olan malzemenin mıknatıslanma vektörü (M)

$$M = \frac{\mu_{Toplam}}{V} \tag{6}$$

ile ifade edilmektedir (Young *et al.* 2007).

Malzeme içerisindeki toplam manyetik alan (B), uygulanan dış manyetik alan ($B_0$) ile malzemenin manyetik alanının ($B_m$) toplamına eşittir. Malzemenin manyetik alanı

$$B_m = \mu_0 M \tag{7}$$

ile verildiğinden, toplam manyetik alan

$$B = B_0 + \mu_0 M \tag{8}$$

şeklinde ifade edilir.

$$H = {}^{B_0}/_{\mu_0} \tag{9}$$

olarak tanımlanan manyetik alan şiddeti ve $B_0$ değeri denklem 8'de yerine yazılacak olursa

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M = \mu_0 (H + M) \tag{10}$$

elde edilir. Paramanyetik ve diyamanyetik olarak adlandırılan malzemelerde M, H ile orantılıdır. Bu orantı;

$$M = \chi H \tag{11}$$

şeklinde olup, burada $\chi$ manyetik duygunluk olarak adlandırılan malzemenin cinsine göre değişen birimsiz bir katsayıdır. $\chi$ değerinin pozitif olduğu paramanyetik malzemelerde M ve H aynı yönlü olup, negatif olduğu diyamanyetik malzemelerde ise M ve H ters yönlüdür. Denklem 11, denklem 10'da yerine yazılacak olursa,

$$B = \mu_0 (H + M) = \mu_0 (H + \chi H) = \mu_0 (1 + \chi) H \tag{12}$$

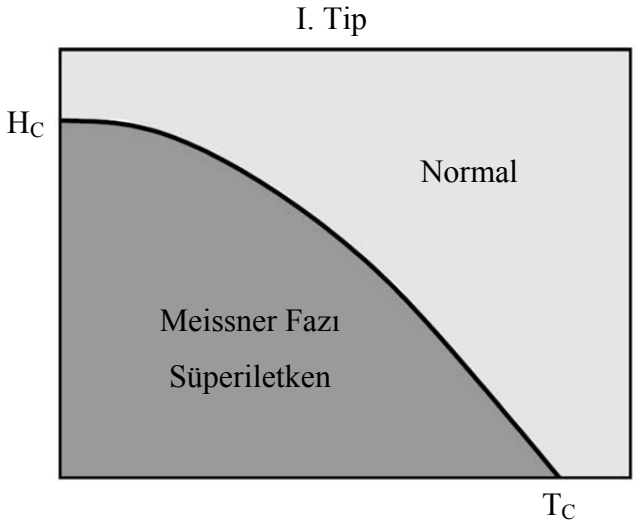
elde edilir. Burada $\mu_0 (1+\chi)$ manyetik geçirgenlik sabiti olup, $\mu_m$ ile gösterilmektedir. $\mu_m > \mu_0$ olduğu durumda malzemeler paramanyetik, $\mu_m < \mu_0$ olduğu durumlarda ise diyamanyetik olarak sınıflandırılmaktadır (Serway and Jewett 2004).

### 2.8. I. Tip ve II. Tip Süperiletkenler

Nüfuz derinliğinin uyum uzunluğuna oranı, Ginzburg-Landau parametresi ($\kappa=\lambda/\xi$) olarak adlandırılmaktadır. I. Tip ve II. Tip olarak adlandırılan iki tip süperiletken mevcuttur. $0<\kappa<1/\sqrt{2}$ aralığındaki süperiletkenler I. Tip süperiletkenler, $\kappa>1/\sqrt{2}$ olan süperiletkenler ise II. Tip süperiletkenlerdir. $\kappa$'da ki artış, II. Tip süperiletkenliği öne

çıkarmaktadır. Uyum uzunluğu ve nüfuz derinliği, malzemenin elektronlarının ortalama serbest yoluna bağlıdır. Malzemedeki ortalama serbest yol malzemeye safsızlıklar eklenerek kısaltılabilir. Safsızlıkların eklenmesi nüfuz etme derinliğini arttırır, buna karşın uyum uzunluğunu azaltır.

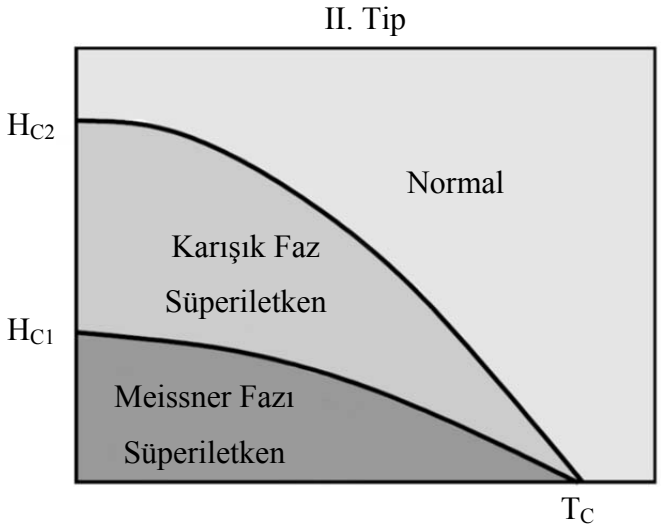
Yüksek saflığa sahip kalay, cıva ve kurşun gibi saf elementlerin büyük bir çoğunluğu I. Tip süperiletkendir. YBCO ve BiCaSrCuO gibi yüksek sıcaklık süperiletkenleri ise II. Tip süperiletkenlerdir. I. Tip süperiletkenlerde $H<H_C$ durumunda Meissner etkisi nedeniyle, uygulanan dış manyetik alan tamamen dışlanır ve direnç sıfıra gider. Şekil 2.6'da süperiletken Meissner fazı ile normal faz görülmektedir.




**Şekil 2.6.** I. Tip süperiletkenler için faz diyagramı (Fossheim and Sudboe 2004)

$H>H_C$ olması durumunda ise, uygulanan dış manyetik alan malzemeye nüfuz eder ve süperiletkenlik ortadan kalkar. Kritik manyetik alan değerleri çok küçük olduğu için I. Tip süperiletkenlerin, süperiletken mıknatıs yapımında kullanılması elverişli değildir. (Sheahen 1994)

II. Tip süperiletkenler, alt kritik manyetik alan ($H_{C1}$) ve ondan çok daha büyük olan, üst kritik manyetik alan ($H_{C2}$) olmak üzere iki tane kritik manyetik alana sahiptirler (Fossheim and Sudboe 2004) (Şekil 2.7).




**Şekil 2.7.** II. Tip süperiletkenler için faz diyagramı (Fossheim and Sudboe 2004)

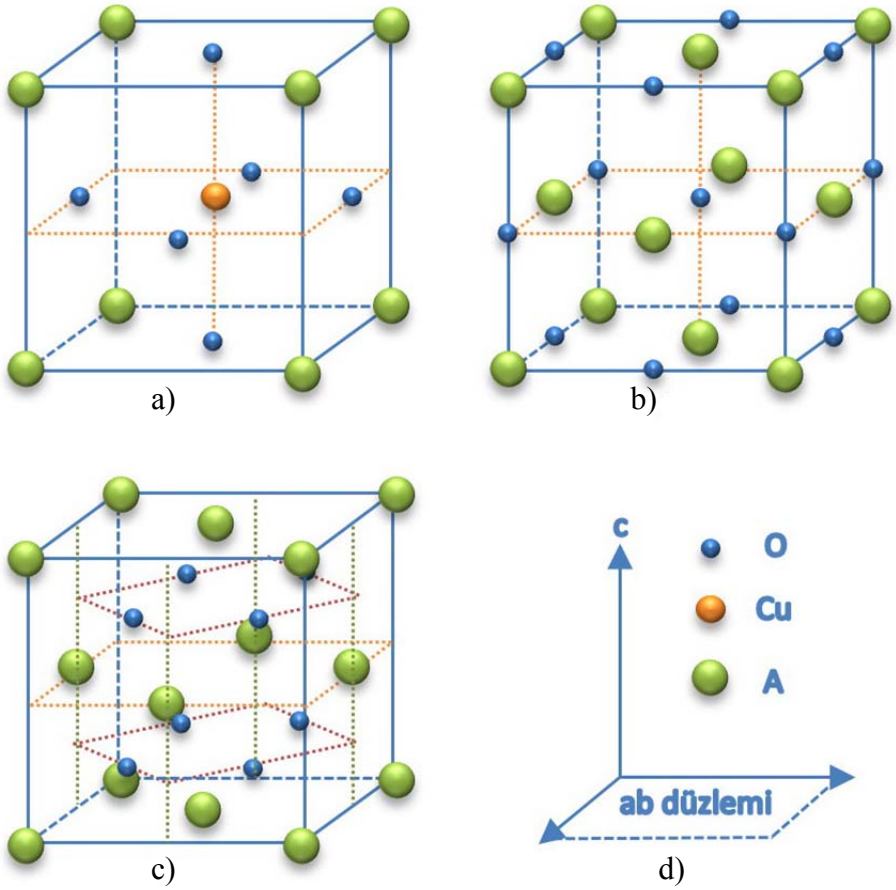
$H_{C1}$'in altındaki manyetik alan değerleri için ($H<H_{C1}$), bütün manyetik alan çizgileri dışlanır. Bu durum I. Tip süperiletkenlerde gözlenen Meissner etkisinin aynısıdır. $H_{C1}$ ile $H_{C2}$ arasındaki manyetik alan değerlerinde ise ($H_{C1}\leq H\leq H_{C2}$), dış manyetik alan malzemenin içerisine nüfuz etmeye başlar. Karışık faz olarak adlandırılan bu durumda, malzemenin bir kısmı normal, diğer kısmı ise süperiletken haldedir. Karışık halde bulunan malzeme elektriksel olarak süperiletken olmasına rağmen, mükemmel diyamanyetizma özelliği göstermez. Manyetik alanın süperiletkene nüfuz etmesi $H_{C1}$ değerinde başlar ve süperiletkenliğin ortadan kalktığı $H_{C2}$ değerinde, manyetik alanın tamamı süperiletkene nüfuz eder. II. Tip süperiletkenler, I. Tipe kıyasla oldukça büyük $H_C$ değerlerine sahiptirler. Bakır oksit tabanlı I. Tip süperiletkenlerde $H_{C1}$ ve $H_{C2}$ oranı çok büyüktür (Fossheim and Sudboe 2004). $H_C$ ve $J_C$ değerleri, nüfuz derinliği ve uyum uzunluğu gibi iki önemli parametreye bağlıdır.

Nüfuz derinliği, yüzey akımları nedeniyle manyetik alanın sıfıra düştüğü karakteristik uzunluk, uyum uzunluğu ise süperiletkenliğin oluşturulabileceği en kısa mesafenin bir ölçüsüdür. Nüfuz derinliğinin uyum uzunluğuna oranı, Ginzburg-Landau parametresi olarak bilinir. Bu parametrenin $1/\sqrt{2}$'den büyük olması durumunda, akı tamamen dışlanmaz ve girdaplar olarak bilinen merkezler boyunca süperiletkene nüfuz eder. Her bir girdap $\Phi=h\cdot c/2e = 2{,}07\text{x}10^{-7}$ Gauss$\cdot$cm$^2$ olarak bilinen kuantumlu bir akı birimine

sahiptir. Merkezlerin çevresinde dönen akımlar uygulanan alana paralel bir manyetik alan oluşturur. Bu küçük manyetik momentler birbirlerini iterler ve flakson örgüsü olarak bilinen düzenli yapılar oluşturmak için hareket ederler. Süperiletken malzeme büyük bir akım taşıyacaksa, girdap hareketi direnç oluşturduğu için, girdapların manyetik alandan dolayı hareket etmemeleri oldukça önemlidir. Süperiletkendeki örgü kusurları ve safsızlık atomları bu girdapları tuzaklayabilir ve onların hareketlerini kısıtlayabilirler. Bu olay akı çivilenmesi olarak bilinmektedir. Çivileme merkezleri, radyasyon yardımıyla veya safsızlıkların eklenmesi ile oluşturulan kusurlar, nano boyutlu noktalar, nanoçubuklar ve nanosütünlar yardımıyla süperiletken malzeme içerisinde bilinçli olarak oluşturulabilir.

## 2.9. Yüksek Sıcaklık Süperiletken Malzemeler

YSS malzemeler, genellikle kompleks kristal yapılara sahiptirler. Birçok bileşik, en azından üç farklı kimyasal elementten oluşmaktadır. Malzemelerin büyük bir çoğunluğu katmanlı bakır oksitlerdir. Yani bakır-oksit tabakaları arasında, diğer oksitler ve nadir toprak elementleri tarafından oluşturulan yalıtkan düzlemler bulunmaktadır. YSS malzemelerin kristal örgüsü genellikle, perovskit (Şekil 2.8a), kaya tuzu (Şekil 2.8b) veya flüorit bloklar (Şekil 2.8c) olarak adlandırılan üç farklı yapı taşından oluşmaktadır. Her bir blok, ab olarak adlandırılan düzlemde (Şekil 2.8d), yatay olarak genişleyen bir tabakayı temsil etmektedir. YSS bakır-oksitlerdeki perovskitin temel yapısı $ACuO_3$ şeklindedir. Burada A, YBCO'daki itriyum veya baryum gibi nadir toprak veya toprak alkali bir elementi temsil etmektedir. Florit ve kaya tuzu gibi diğer bloklar hiç bakır içermez. Kaya tuzu blokları hem oksijen hem de A atomu içeren katmanlardan oluşur. Flüorit yapısı ise ya oksijen ya da A atomu içeren alternatif tabakalardan oluşmaktadır. YSS bileşiğin bir birim hücresi, bu farklı tip yapıtaşlarının bileşimi şeklindedir (Hokola 2001). Tabakalı yapısı nedeniyle YSS malzemeler güçlü bir anizotropiye sahiptirler. London nüfuz derinliği gibi süperiletkenlik parametreleri farklı doğrultularda farklı değerler almaktadır. Aynı zamanda dik c yönündeki normal haldeki direnci, yatay a ve b yönlerindeki direncinden çok daha büyük olabilir. Bu nedenle yük iletimi, süperiletken halde bile bu tabakalarla sınırlanır.




**Şekil 2.8.** YSS malzemelerin kristal yapıları **a)** perovskit yapısı, **b)** kaya tuzu yapısı, **c)** florit yapısı, **d)** ab düzlemi (Hokola 2001)

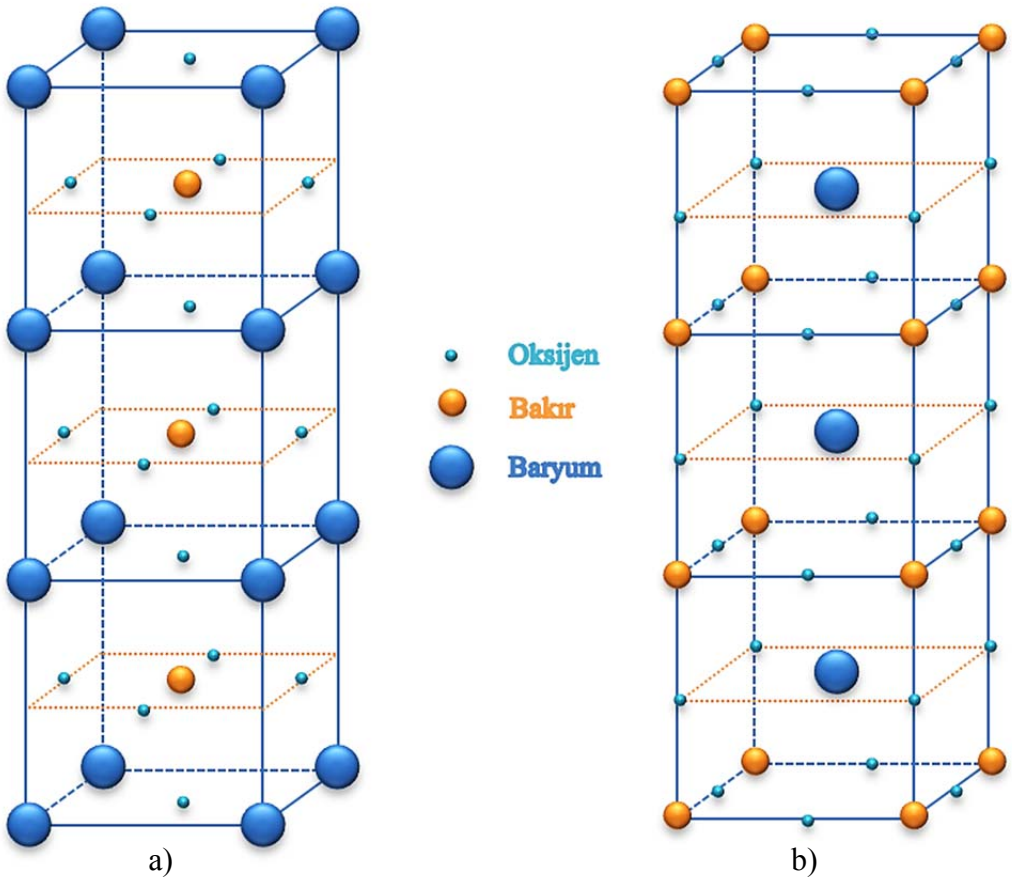
### 2.9.1. YBCO'nun yapısı

YBCO en etkin olarak çalışılan YSS malzemelerinden birisidir. Bu malzeme birçok araştırma alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. YBCO, 77 K üzerinde $T_C$'ye sahip olarak bulunan ilk süperiletken olup, dört elementli kararlı bir seramiktir (Wu *et al.* 1987). Diğer YSS malzemelerinin aksine, YBCO'nun tek fazlı olarak elde edilmesi daha kolaydır. Aynı zamanda, bu malzeme herhangi bir zehirli element veya uçucu bileşik içermez. Bununla birlikte, havada dâhil olmak üzere, nemli bir ortamda kolayca bozulabilmektedir. Süperiletkenlik özellikleri kristal yapıdaki yönelime bağlı olarak değişmektedir. YBCO'nun süperiletkenlik özelliklerinin farklı yönelimlerdeki değerleri Çizelge 2.1'de gösterilmiştir (Saxena 2010).

**Çizelge 2.1.** YBCO'nun süperiletkenlik özellikleri (Saxena 2010)

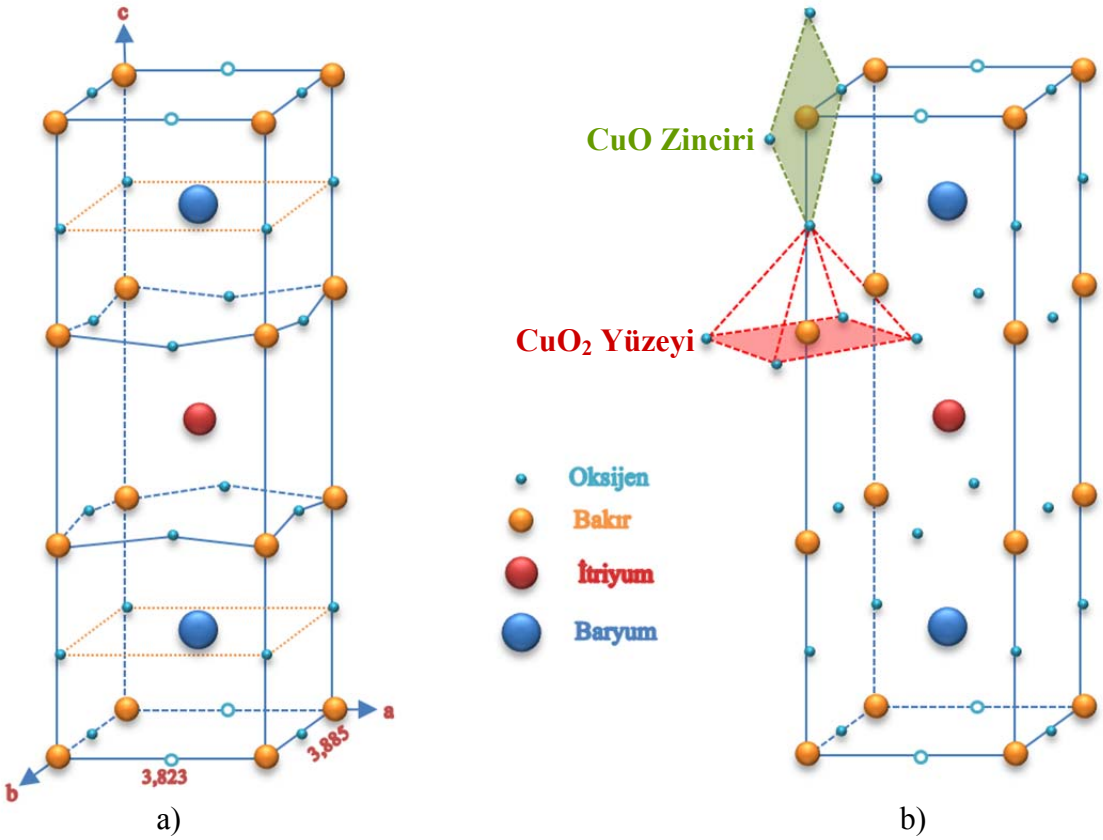
| | c ekseni boyunca | ab yüzeyi boyunca |
|---|---|---|
| $\xi$ (Å) | $\approx$ 2 - 3 | $\approx$ 15 - 20 |
| $\lambda$ (Å) | 1500 | 7500 |
| $J_C$ (77 K'de A/cm$^2$) | $10^4$ | $10^6$ |
| $H_{C2}$ | 150 T | 30 T |

Perovskit birim hücresinin üç kez tekrarlanması ile elde edilen yapı Şekil 2.9.a'da gösterilmiştir. Bu yapının orijininin kaydırılması sonucu YBCO birim hücresini oluşturacak yapı elde edilmektedir (Şekil 2.9.b) (Whittingham 1995).




**Şekil 2.9. a)** Üç katlı perovskit yapı. **b)** Orijini kaydırılmış perovskit yapı (Whittingham 1995)

YBCO birim hücresinde merkezde baryum atomu yerine itriyum atomu bulunmaktadır, itriyum atomunun bulunduğu ab düzleminde olması gereken oksijen atomları ise eksiktir ve itriyum atomunun bulunduğu perovskit yapıdaki oksijen atomları, itriyum atomuna daha yakındır. YBCO birim hücresi için iki oksijen atomunun eksik olması ile $YBa_2Cu_3O_7$ elde edilmektedir. Şekil 2.10.a'da YBCO ortorombik birim hücresi gösterilmektedir (Whittingham 1995). İtriyum atomunun bulunduğu perovskit hücrenin ab düzlemlerinde $CuO_2$ yüzeyleri bulunmakta ve YBCO birim hücresinin en üst ve en alt ab düzleminde oksijen eksikliği bulunduğundan, bu yüzeyler $CuO_2$ yüzeyi yerine, CuO zinciri olarak adlandırılmaktadırlar (Saxena 2010) (Şekil 2.10.b).

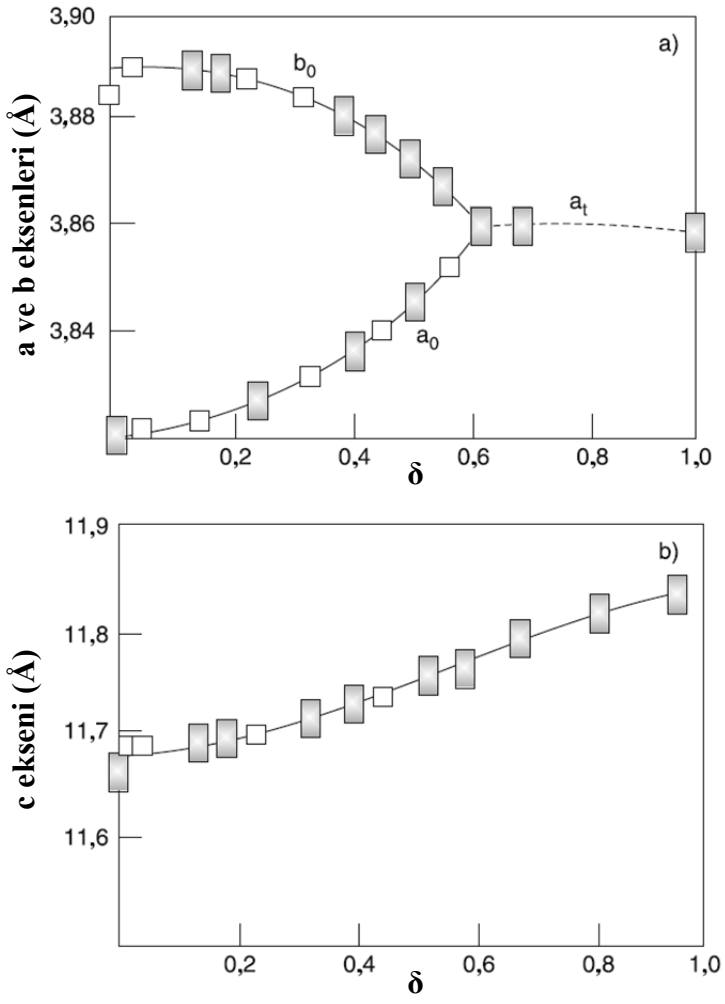



a) b)

**Şekil 2.10. a)** YBCO birim hücresi (Whittingham 1995), **b)** YBCO birim hücresinde CuO zinciri ve $CuO_2$ yüzeyleri (Saxena 2010)

YBCO yapısının genel formülü $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ şeklindedir. Burada $\delta$, $1 \geq \delta \geq 0$ aralığında değer almaktadır. Örneğin $\delta \geq 0,6$ iken yapı tetragonaldir. Cu atomlarının +1 değerlikli olduğu süperiletken olmayan $Y_1Ba_2Cu_3O_6$ yapısında oksijen zincirleri yoktur.

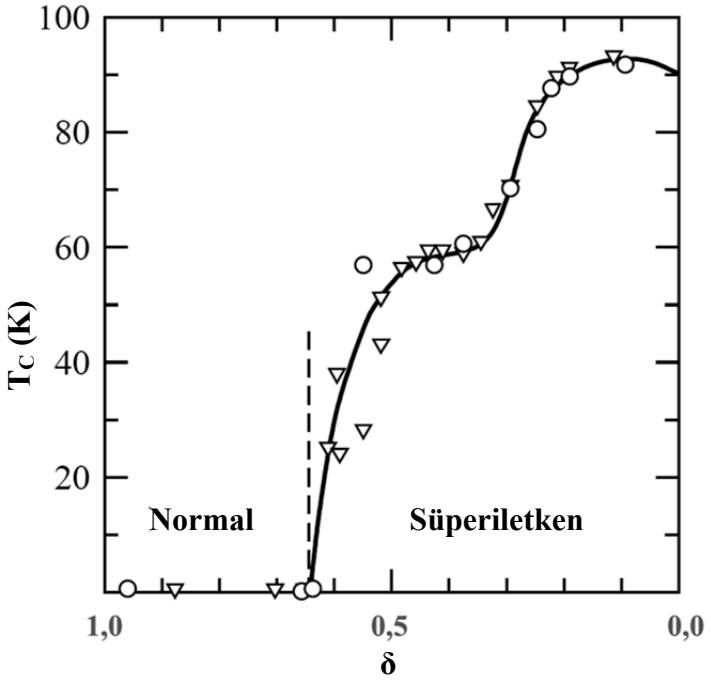
YBCO'nun ortorombik yapısı süperiletken olmasına rağmen, YBCO'daki oksijen eksikliği ortorombik yapının bozulmasına yol açmaktadır. CuO zincirleri, oksijen eksikliği nedeniyle kusurlu olduğu için kimyasal formülde 7-δ terimi kullanılmaktadır. Bu durumun sebeplerinden birisi oksijen atomlarının hareketliliğidir. Hareketlilik yükselen sıcaklık ile arttığı için δ aynı zamanda sıcaklığa da bağlıdır. δ=0 olduğunda, $CuO_2$ zincirleri mükemmel bir şekilde sıralanmıştır ve örgü ortorombik (a≠b≠c) yapıya sahiptir. δ≥0,6 olduğu daha yüksek sıcaklık değerlerinde, YBCO tetragonal (a=b≠c) yapıya geçmekte ve süperiletkenlik ortadan kalkmaktadır. Şekil 2.11a'da ortorombik yapıdan tetragonal yapıya geçişin ve Şekil 2.11b'de ise c örgü parametresinin oksijen stokiyometrisine bağlılığı gösterilmektedir (Saxena 2010).




**Şekil 2.11. a)** Ortorombik yapıdan tetragonal yapıya geçişin δ'ya bağlılığı.
**b)** YBCO'nun c örgü parametrelerinin δ ile değişimi (Saxena 2010)

İtriyum atomu yerine başka nadir toprak elementleri kullanılarak hazırlanan örneklerde süperiletkenliğin ciddi şekilde etkilenmediği tespit edilmiş ve süperiletkenliğin $CuO_2$ yüzeyleri arasında gerçekleştiği kabul görmüştür. CuO zincirleri yük sağlayıcı depo olarak görev almaktadırlar. YBCO birim hücresindeki itriyum atomunun görevi ise $CuO_2$ yüzeylerini birbirinden ayıracak boşluğu oluşturmaktır (Sheahen 1994).

Cava ve arkadaşları (○) ile Jorgensen ve arkadaşlarının (▽) deneysel verileri kullanılarak elde edilmiş olan, YBCO'da oksijen eksikliğinin (δ) $T_C$ üzerine etkisi Şekil 2.12'de gösterilmektedir (Fossheim and Sudboe 2004). Yalnızca ortorombik yapı süperiletkendir ve bu yapı yalnızca 500°C altındaki sıcaklıklarda kararlı haldedir. Bu durum ince film kaplamasını zorlaştırmaktadır. Kaplama daha yüksek sıcaklıklarda yapılmak zorunda olduğundan, yüksek sıcaklıktaki tetragonal yapının bir faz geçişi ile ortorombik yapıya dönüşmesi için, tavlama yapılması gerekmektedir. Faz geçişi sıcaklığı tavlama süresince mevcut olan oksijen miktarına bağlıdır (Hokola 2001).




**Şekil 2.12.** YBCO'da oksijen miktarının kritik sıcaklık üzerine etkisi (Fossheim and Sudboe 2004)

### 2.9.2. Yüksek sıcaklık süperiletken malzemelerin uygulamaları

Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRI) güçlü manyetik alan içerisinde, radyo dalgaları ile bazı atomların protonlarının titreşimini sağlamak suretiyle, vücuttaki dokuları görüntülemeye yarayan bir tekniktir. MRI cihazlarında, ihtiyaç duyulan yüksek manyetik alanların elde edilmesi amacıyla süperiletken bobinler kullanılmaktadır (Lvovsky and Jarvis 2005). MRI cihazları YSS'lerin en büyük ticari kullanım alanıdır (Morrow 2000).

Günümüzde YSS'ler manyetik kaldırma ile MagLev trenlerinde ulaşım alanında kullanılmaktadır. Süperiletken mıknatıslar ile elde edilen bu manyetik kaldırma ile raylar ile olan sürtünme ortadan kaldırılmış, ısı olarak elektromıknatıslarda harcanan elektrik enerjisinin önüne geçilmiş ve daha küçük boyutlu süperiletken mıknatıslar kullanılmıştır (Wang *et al.* 2002; Lee *et al.* 2006).

Manyetik akı değişimlerini tespit etmek amacıyla kullanılan Süperiletken Kuantum Girişim Cihazları (SQUID) çok düşük manyetik değişimleri tespit edebilmektedir. İki süperiletken bölgenin çok ince yalıtkan tabaka ile ayrılması sonucu elde edilen eklemde, süperiletken akımların tünelleme yapacağı 1962 yılında B. D. Josephson tarafından öngörülüp, 1974 yılında gösterilmiştir (Josephson 1974). Bu eklem Josephson eklemi olarak adlandırılmakta olup, SQUID'lerde çok düşük manyetik değişimleri tespit etmek amacıyla Josephson eklemleri kullanılarak çeşitli araştırmalar yapılmaktadır (Lee *et al.* 1995; Francke *et al.* 1998; Ramos *et al.* 1998; Ramos *et al.* 1999; Nagendran *et al.* 2011).

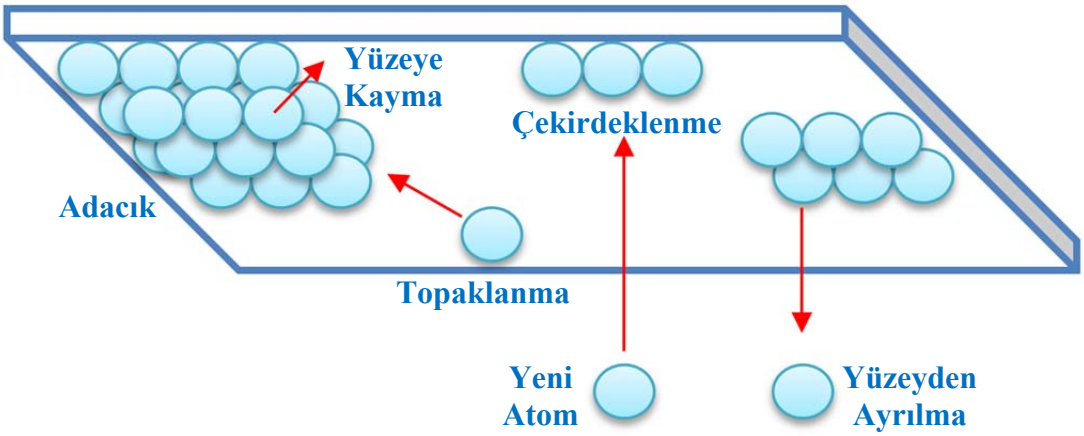
Günümüzde elektromanyetik radyasyon detektörleri olarak kullanılan bolometreler, yarıiletken veya süperiletken bileşenler içermektedir. Elektromanyetik radyasyona maruz kalan bolometrenin direnci önemli oranda değiştiğinden, bolometreler sıcaklık tayini amacıyla da kullanılabilmektedirler. YBCO kullanılarak bolometre hazırlanması konusunda çeşitli çalışmalar bulunmaktadır (Aboudihab *et al.* 1994; Danerud *et al.* 1994; Moftakharzadeh *et al.* 2008)

Elektrik santrallerinde; elektrik üretimi, saklanması ve iletimi alanlarında da kullanılmaya başlayan süperiletkenler, telekomünikasyon alanında ise ince film olarak kendine filtreleme alanında yer bulmaktadır (Shen *et al.* 1997; Akasegawa *et al.* 2002).

YSS malzemelerin uzayın düşük sıcaklığı göz önüne alındığında, uzay mekikleri ve uydularda kullanım alanları bulması mümkün görünmektedir (Gregorwich 1998).

## 2.10. Süperiletken İnce Film Büyütme Yöntemleri

İnce film büyütme işlemi temel olarak üç adımdan oluşmaktadır. İlk adımda; atom, molekül veya iyonlar oluşturulmakta, ikinci adımda; bunlar alttaş üzerine transfer edilmekte ve üçüncü adımda ise alttaş üzerinde katı halde yoğuşması sağlanmaktadır. Kristal büyütme işlemi atomların alttaş yüzeyine çarpmasıyla başlamaktadır. Bu atomlar alttaş ile termal dengede olmadığından alttaş yüzeyinde hareket ederler ve birbirleri ile etkileşerek çekirdek olarak adlandırılan kümeler oluştururlar. Çekirdek kararsız bir yapıdadır ve zamanla ayrışma eğilimindedir. Ayrışma olmadan başka atomlar ile birleşirse büyümeye başlar ve belirli bir kritik boyutun üstünde kararlı hale geçer. Atomlardan oluşan yığıntıların bu kritik boyutu aşmasına çekirdeklenme aşaması denilmektedir. Çekirdek gerek alttaş yüzeyinde gerekse alttaşın normali yönünde büyümeye devam edecektir. Yataydaki büyüme alttaş normali yönündeki büyümeden çok daha yüksek orandadır. Büyümüş çekirdekler adacıklar olarak adlandırılmakta olup, küçük adacıklar zamanla birbirleriyle birleşerek yüzey alanını azaltmaya çalışacaktır. Büyük adacıkların oluşturulması işlemi topaklanma olarak adlandırılmakta olup, atomların yüzey hareketliliği sıcaklık ile artmaktadır. Büyük adacıklar birlikte büyürler ve alttaş üzerinde doldurulmamış boşluklar oluştururlar. Zamanla bu yapı gözenekli bir yapıya dönüşecek ve boşlukların dolmasıyla sürekli film yüzeyi oluşturulacaktır (Wasa *et al.* 2003). Şekil 2.13'de ince film şeklinde kristal büyütme işlemi gösterilmektedir.




**Şekil 2.13.** İnce film büyütme işlemi

İnce film büyütme işlemlerinde, kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD) ve bu yöntemlerin bir arada olduğu metotlar kullanılmaktadır. Safsızlıkların önlenmesi amacıyla büyütme işlemi genellikle vakum odasında gerçekleştirilmektedir. PVD yönteminde, doğrudan buharlaştırılan malzeme, belirlenen yüzeyler üzerine yoğuşturulmaktadır. CVD yönteminde ise, atom veya moleküllerin kimyasal yollarla ayrıştırılarak, alttaş yüzeyinde kimyasal reaksiyon ürünleri oluşturulmaktadır (Martin 2009).

Süperiletken ince filmlerin büyütülmesinde çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Saçtırtma (sputtering) yönteminde; iyonlaştırılmış atomlar uygulanan bir DC gerilimle hızlandırılarak katı hedef bombardıman edilmekte ve hedef atomlarının katı yüzeyden ayrılması sağlanmaktadır. Bu yöntem elektronik materyallerin üretiminden, optik bileşenlerde koruyucu tabakaların oluşturmasına kadar birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Moleküler Demet Epitaksi (MBE) yönteminde; termal olarak buharlaştırılan yüksek saflıktaki elementler, farklı kanallardan alttaş üzerine yönlendirilerek alttaş üzerinde kristal yapı büyütülmektedir. Bu yöntemde, yüksek saflıktaki elementler alttaşa ulaşmadan önce, birbirleriyle veya vakum odasındaki gazlar ile etkileşmediklerinden yüksek kaliteli ince filmler elde edilebilmektedir. Oldukça yavaş bir kristal büyütme yöntemi olan MBE'de, filmin kalınlığının kontrolü çok kolay olduğundan, çok ince filmlerin üretilmesi mümkün olabilmektedir. Atomik tabaka epitaksi (ALE) yönteminde; tepkimeye girecek buhar fazındaki maddeler alttaş üzerine

sıralı püskürtücüler ile tabakalar şeklinde yerleştirilmektedir. Darbeli lazer yığma (PLD) yönteminde; odaklanan lazer demeti ile hedef yüzeyinden plazma oluşturulmakta ve alttaş üzerinde kristal olarak büyütme yapılmaktadır.

PLD'nin çalışma mantığı son derece basit olup, geniş basınç aralığında kullanılabilmektedir. Karmaşık seramikler de dâhil olmak üzere, hemen her türlü malzemenin bu yöntem ile büyütülebilmesi, bu yöntemin en önemli avantajlarından birisidir (Chrisey and Hubler 1994). Diğer kristal film büyütme yöntemlerine göre daha yüksek film kalitesi ve yapısal özellikler sağlamaktadır.

# 3. MATERYAL ve YÖNTEM

## 3.1. YBCO Hedef Tabletin Hazırlanması

Hedef tabletin hazırlanması için Matech şirketinden temin edilen yüksek saflıktaki YBCO tozu kullanılmıştır. Hassas terazide ölçülen 12 gram toz, 1 inç çapındaki kalıp takımı kullanılarak, 98 kN'luk kuvvet altında sıkıştırılarak tablet haline getirilmiştir. Kalıp takımı kullanılmadan önce aseton ve metanol yardımıyla yüzey temizliği yapılmıştır. Elde edilen tabletin PLD sisteminde kullanılabilecek sertliğe getirilmesi amacıyla, atmosfer basıncında 905°C'de 20 saat süre ile tavlanmıştır (Yanmaz *et al.* 2009).

## 3.2. Alttaşın Seçilmesi ve Hazırlanması

YBCO'da ab yüzeyinin direnci c ekseni boyunca olan dirençten çok daha küçük olduğundan, ab yüzeyi ince film boyunca olacak şekilde büyütme yapılmaktadır. YBCO gibi perovskit yapılı ince filmlerin büyütülmesinde, $SrTiO_3$ (STO), İtriyum-Sabitlenmiş Zirkonyum Dioksit (YSZ) ve $LaAlO_3$ (LAO) alttaşlar, termal genleşme katsayılarının ve kristal örgülerinin uyumlu olması sebebiyle tercih edilmektedirler (Hollmann *et al.* 1994). Çizelge 3.1.'de LAO, STO, YSZ ve YBCO için 25°C'deki örgü parametreleri ve termal genleşme katsayıları verilmektedir (MTI 1997; Kawashima *et al.* 1998; MTI 2000; MTI 2002; Imai *et al.* 2010).

**Çizelge 3.1.** Örgü parametreleri ve termal genleşme katsayıları

| | **Örgü Parametreleri** | **Termal Genleşme Katsayıları ($\lambda_T$)** |
|---|---|---|
| LAO | a=b=3,790 Å | $10x10^{-6}$/°C |
| STO | a=b=3,905 Å | $10,4x10^{-6}$/°C |
| YSZ | a=b=5,125 Å ($a/\sqrt{2}$=3,624 Å) | $10,3x10^{-6}$/°C |
| YBCO | a=3,823 Å, b=3,885 Å | $13,4x10^{-6}$/°C |

Çizelge 3.1'de verilen değerler göz önüne alındığında, LAO alttaşlar termal genleşme katsayısı olarak dezavantajlı olmalarına rağmen, örgü parametresi bakımından YBCO'ya diğer alttaşlara kıyasla daha yakındır. Maliyet göz önüne alındığında, LAO attaşlar öne çıkmaktadır. Bahsi geçen nedenlerden dolayı deneylerde LAO tercih edilmiştir. LAO kristal alttaşlar MTI şirketinden tek yüzü cilalı, (100) yönelimli ve 3 inç çaplı plakalar olarak satın alınmıştır. Satın alınan LAO alttaşların fiziksel özellikleri Çizelge 3.2'de verilmektedir.

**Çizelge 3.2.** LAO kristalin fiziksel özellikleri (MTI 2002)

| | |
|---|---|
| Kristal Yapısı | Rombohedral (25°C)<br>(a=3,790 Å, c= 13,110 Å) |
| | Kübik (t>435°C)<br>(a=3,821 Å) |
| Büyütme Yöntemi | Czochralski |
| Yoğunluk | 6,520 g/cm$^3$ |
| Erime Noktası | 2080°C |
| Termal Genleşme | 10x10$^{-6}$/$^o$C |
| Dielektrik katsayısı | ≈ 25 |
| Yüzey Pürüzlülüğü | <10 Å |

LAO plakaları 25°C'de kübik yapıda olmadığından elmas kalem kullanılarak kesilememiştir. TED Pella şirketine ait katı Crystalbond 509-3 yapıştırıcısı ısıtılarak akışkan hale getirilmiş, LAO plakaları ile cam yüzeyi arasına sürülmüş ve sonrasında oda sıcaklığına soğutularak LAO plakanın cam ile yapıştırılması sağlanmıştır. Soğuma işlemi sonrasında plakaların 5x15x0,5 mm boyutlarında alttaşlar haline getirilmesi amacıyla, Buehler Isomet kristal kesicisi kullanılmıştır.

İstenilen boyutlara getirilen alttaşlar cam üzerinden ısıtılarak ayırılmıştır. Alttaş üzerinde kalan yapıştırıcı malzeme ve organik kirlerin temizlenmesi için ultrasonik temizleyicide aseton ve metanol organik çözücü olarak kullanılmıştır.

Alttaşın yerleştirileceği platin yüzeyi daha önceki kaplamalardan ve gümüş tutturucudan arındırılması amacıyla, her kaplama öncesi zımpara ile temizlenmekte, sonrada özel temizleme bezi yardımıyla aseton ve metanol kullanılarak termal kontak için hazır hale getirilmektedir. Vakum altında dışarıya gaz vermeyen, yüksek sıcaklıklara dayanıklı ve en önemlisi alttaşın çıkarılması sırasında problem arz etmeyecek, termal iletkenliği yüksek bir tutturucu kullanılması son derece önemlidir. Temizlenen alttaşlar PLD sisteminde alttaşı tutacak olan platin plakaya TED Pella şirketine ait termal iletkenliği yüksek "200 Silver Paint" sıvı gümüş tutturucu ile yapıştırılmaktadır. Bu işlem sırasında alttaş ile platin plaka arasında boşluk kalmaması son derece önemlidir. Yapıştırma işlemi sonrası sıvı haldeki gümüş tutucunun kurutulması amacıyla platin plaka, 25 Watt'lık halojen lamba altında yarım saat boyunca bekletilmektedir. Kuruma işlemi tamamlandıktan sonra platin plaka ve tutucusu (Şekil 3.1) PLD sistemi içerisine yerleştirilmektedir.



**Şekil 3.1.** Platin plaka ve tutucusu

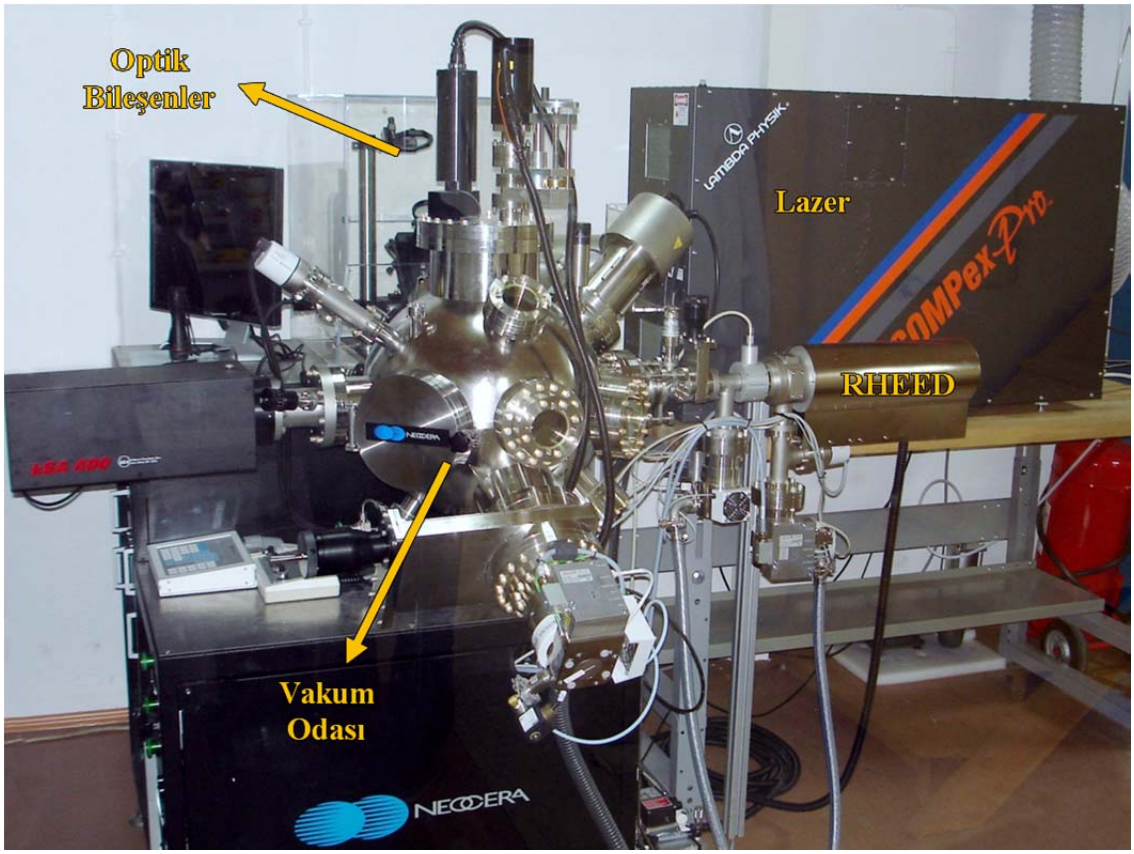
### 3.3. Darbeli Lazer Yığma Ünitesi

"Pulsed Laser Deposition" ismi Nisan 1989 tarihinde San Fransisco'da birincisi düzenlenen "Material Research Society Symposium on Pulsed Laser Ablation" sempozyumunda katılımcıların oylamaları ile belirlenmiştir.

PLD sisteminin tercih edilmesinin nedeni, tek bir elementten kompleks materyallere kadar hemen her materyale büyütme yapılabilmesidir (Lee *et al.* 1991; Bierleutgeb and Proyer 1997). Hedef malzemenin stokiyometrisi ince film üzerinde başarıyla oluşturulabilmekte ve oksitli malzemelerde tek adımda büyütme işlemi tamamlanabilmektedir. Oksit malzemeler haricinde yarıiletken tampon tabaka, elmasımsı karbon, polimer, yarıiletken süperörgü ve ferroelektrik, ferrit, tribolojik ve de biyo-malzemelerde kullanım alanı bulmaktadır.

Oldukça basit bir yapıya sahip sistemde, vakum odasında hedef malzeme ile alttaş tutucu bulunmaktadır. Vakum odasına dışından gönderilen yüksek enerjili lazer demeti, hedef malzeme üzerinde odaklanmakta ve malzemeyi buharlaştırarak, alttaş üzerinde ince film büyütülmektedir. Lazerin yönlendirilmesinde ve odaklanmasında optik bileşenler kullanılmaktadır. Büyütme sırasında plazma uyarımı olsun ya da olmasın hemen her tür reaktif gaz kullanılabilir.

Deneylerde Neocera firması tarafından üretilen "Complete P180 PLD Laboratory" PLD sistemi kullanılmıştır. Bu sistem temel olarak; lazer ünitesi, optik bileşenler, vakum odası, RHEED, programlanabilir ısıtıcı, programlanabilir çoklu hedef tutuculu karosel düzeneği ve bilgisayardan oluşmaktadır (Şekil 3.2).




**Şekil 3.2.** PLD sistemi

Lazerin hedef malzeme ile etkileşimi, lazerin özelliklerine ve hedef malzemenin termodinamik yapısına bağlıdır. Katı yüzey ile etkileşen lazer, önce elektron uyarılmasında elektromanyetik enerjiye, daha sonrada buharlaşma, uyarılma ve plazma oluşumunda termal, kimyasal ve mekanik enerjiye dönüştürülmektedir. Bu işlem sonucunda bir plazma bulutu (plume) oluşmakta olup, plazma bulutu içerisinde atomlar, moleküller, elektronlar, iyonlar, katı partiküller ve erimiş damlacıklar (globul) bulunmaktadır (Okada and Maeda 1997). Yoğun plazma bulutu içerisinde ortalama serbest yol çok küçük olduğundan, plazma bulutu lazer etkileşiminin hemen sonrasında hedef yüzeyinden vakum ortamına doğru yayılmaktadır. Bu durum; hızlı tepki, eş buharlaşma ve yüksek enerjili partiküller elde edilmesi yönünden olumlu, mikrometre boyutlu partiküller ve dar açılı saçılma olması yönünden olumsuzdur (Chrisey and Hubler 1994).

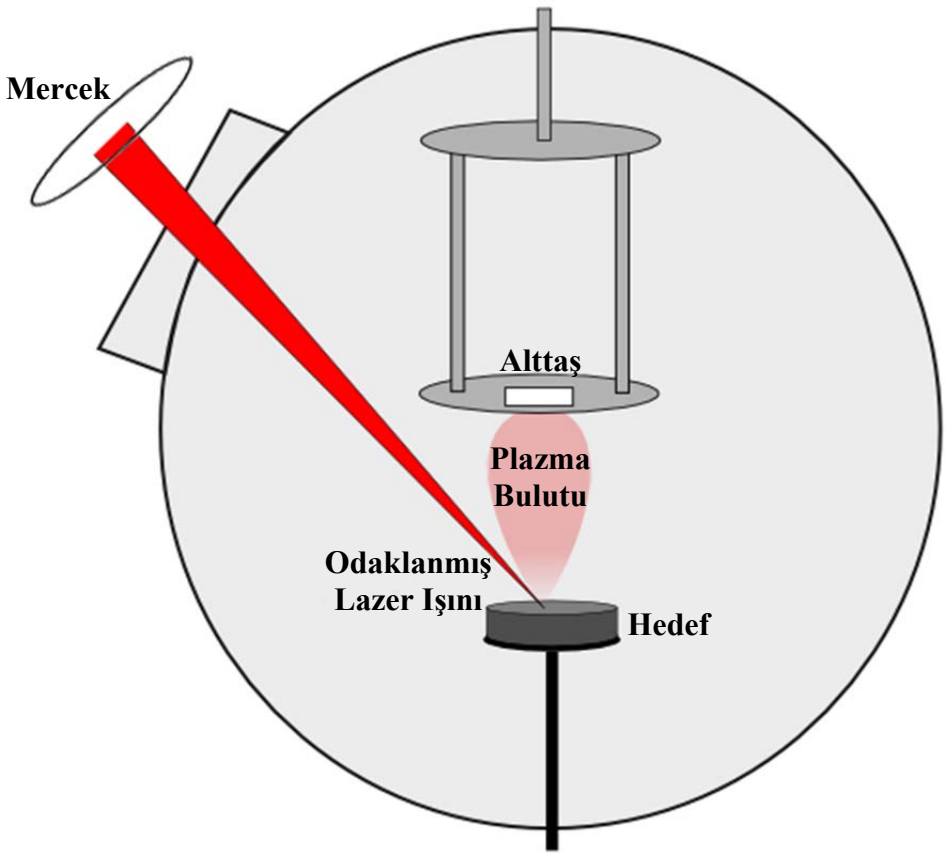
Yüksek güçlü Ruby-Lazerin bulunmasının ardından, lazerlerin katı, sıvı ve gaz malzemeler ile etkileşimleri deneysel ve teorik olarak araştırılmaya başlanmıştır (Meyerand and Haught 1963; White 1963). Lazer ile etkileşim sonucu buharlaşan malzemeler, ince film büyütme fikrini doğurmuş ve vakum ortamında yapılan ilk büyütme deneyi H. M. Smith ve A. F. Turner tarafından Ruby-Lazer kullanılarak 1965 yılında yapılmıştır. İlerleyen yıllarda yavaş bir seyir seyreden araştırmalar, çok yüksek yük yoğunluğu verebilen ve küçük atma süreleri sağlayabilen Q-Anahtarlamanın geliştirilmesi ile hız kazanmıştır. Lazer teknolojisindeki hızlı gelişmeler ile Ruby-Lazerlerden daha yüksek yenileme hızına sahip $CO_2$ ve Nd:Cam gibi lazerler PLD'de kullanılmaya başlanmıştır. Diğer taraftan giderek azalan maliyetin yanında, daha yüksek enerjilere çıkılması ve atışlar arasında geçen zamanın kısalması, PLD ile yapılan araştırma sayısını benzer şekilde arttırmıştır. (Chrisey and Hubler 1994). Ticari olarak satılan lazerlerinin yaygınlaşmasıyla, PLD ile elde edilen epitaksiyal yarıiletken filmler, süperörgüler ve heteroyapılar, Molecular Beam Epitaxy (MBE) ile elde edilenler ile kıyaslanabilir hale gelmiştir (Cheung 1983; Dubowski *et al.* 1985). Yüksek dayanıklılığa sahip Nd:YAG lazerler ile mikrometre üstü çok kalın filmlerin büyütülmesi mümkün olmuştur.

Lazer ışını hedef ile etkileşime girdiğinde, fotonlar yüzey tarafından soğrularak, "Knudsen katmanı" olarak adlandırılan, erimiş bir katman oluşturmaktadır. Çok kısa sürede çok büyük miktarlarda kütle taşınımı ile buharlaşma işlemi gerçekleşir. Bu işlem süresince buharlaşan plazma bulutu, sıvı katman üzerine güçlü bir tepkime basıncı oluşturarak, erimiş damlacık şeklinde partiküllerin yüzeyden dışarlanmasına sebep olmaktadır (Von Allmen 1976).

Plazma bulutu ile lazerin etkileşmesi sonucu sıcaklık artacak ve plazma bulutu içerisindeki partiküller daha fazla enerji kazanacaktır. Bu durum yüzey boşluğunun tersi olacak şekilde yüzeyde tek başına duran atomların (adatom) mobilitesini arttıracak ve büyütme işlemine olumlu katkı sağlayacaktır (Chrisey and Hubler 1994).

PLD'nin basit yapısı ve esnekliği deney koşullarının kolaylıkla değiştirilebilmesini beraberinde getirmiştir. Plazma bulutunu oluşturan lazerin büyütme sistemi dışında olması nedeniyle, karosel ile hedef malzeme değiştirilerek çok katmanlı filmlerin büyütülmesi mümkündür.

Büyütme ortamı hemen her tür reaktif gaz içerebilir. Hızlı ve yüzey normaline yönelmiş plazma bulutu nedeniyle, kullanılan gaz ile olan sınırlı sayıdaki çarpışmalar, plazma bulutunun yörüngesini pek etkilememektedir. Bu nedenle reaktif gaz 1 Torr basınca kadar kullanılabilmektedir. Diğer fiziksel buhar kaplama yöntemlerine kıyasla daha yüksek basınçlara çıkılabiliyor olması, PLD yöntemini farklı kılmaktadır. Tek bir değişkenin değiştirilmesi, plazma bulutu ve büyüme hızı gibi sonraki adımları etkileyebilmektedir (Chrisey and Hubler 1994). PLD sisteminin şematik bir diyagramı Şekil 3.3'de gösterilmiştir.




**Şekil 3.3.** PLD sisteminin şematik gösterimi

PLD yönteminin iki temel dezavantajı bulunmaktadır. Bunlardan ilki plazma bulutunun dar açılı olarak yayılması sonucu geniş yüzeylerde homojenliğin sağlanamaması, diğeri ise gözlemlenen sıçrama (splashing) olayıdır. Boyutları 0,1 μm ile birkaç mikrometre arasında değişen bu partiküller, yüzeyde pürüzlülük oluşturacak ve elektronik aygıtlarda kullanılan yarıiletken filmlerin kalitesini düşürecektir. Optik filmlerde ise kusurların ve saçılma merkezlerinin oluşmasına neden olacak ve taşıyıcıların hareketini düşürüp, filmin ömrünü azaltacaktır.

Sıçrama olayı, erime noktası altında yüksek buhar basıncına sahip malzemeler, yoğun tek kristal hedefler ve yüksek termal iletkenliği olan malzemeler hariç, hemen her materyalde gözlenebilmektedir. Bu olay üç farklı şekilde görülebilmektedir:

- Yüzey altı kaynama olarak bilinen sıçrama türünde; yüzey katmanlarının buharlaşması için gereken süre, lazerin enerjisinin ısıya dönüşme süresinden kısa ise, yüzey buharlaşmasından önce yüzey altı katman aşırı ısınır ve mikrometre boyutlu erimiş damlacıklar, alttaşa doğru hareket ederler
- Şok dalgası tepme basıncı tarafından sıvı katmanın dışlanması türündeki sıçramalarda; plazma bulutunun şok dalgası, sıvı katmanın üstünde bir tepme basınç kuvveti oluşturmakta ve mikrometre boyutlu yoğun damlacıklar, alttaşa hareket etmektedir.
- Kabuk kalkması türündeki sıçramalarda ise; hedef malzemeden çıkan gelişigüzel şekilli katı partiküller, alttaşa gitmektedir.

Kabuk kalkması türündeki sıçramalarda; özellikle sinterlenmiş seramik hedeflerde yüzey, lazer atmalarından dolayı aşınmakta ve yüzeyde birkaç mikrometre boyutunda iğne görünümlü mikroyapılar oluşmaktadır. Bu dallanmış yapılar gölgeleme etkisi nedeniyle lazerin geliş yönüne yönelmektedir (Wong *et al.* 1991). Çok ince olan bu yapılar, yoğun lazer altında ortaya çıkan termal şok tarafından kırılmakta ve kalıntılar hızla genleşen plazma bulutu ile alttaşa taşınmakta ve ince film üzerinde katılaşmaktadır (Chrisey and Hubler 1994).

Sıçrama sorununun ortadan kaldırılması amacıyla mekanik partikül filtreleri, eksen dışı PLD, hedef yüzeyi geliştirmeleri ve plazma bulutu manipülasyonu yöntemleri geliştirilmiştir. Mekanik partikül filtreleri, büyütme hızını düşürmekte ve pratik kullanım sorunları çıkarmaktadır. Eksen dışı (off-axis) PLD yönteminde alttaş hedefle aynı eksende olmayacak şekilde yerleştirilmekte olup, büyütme hızı düşmekte, daha da önemlisi stokiyometrinin korunmasında problemler yaşanabilmektedir. Hedef yüzeyi geliştirmelerinde, sıçramanın engellenmesi amacıyla pürüzsüz hedef yüzeyi hazırlanmakta olup, hemen her kullanım öncesi yüzeyin düzeltilmesi gerekmekte ve bu işlem birçok malzemede işe yaramamaktadır. Deneylerde kullanılan PLD sisteminde kullanılan plazma bulutu manipülasyonu yöntemi ise, 1986 yılında H. Sankur tarafından geliştirilmiş olup, bu yöntemde hedef belirli bir açısal hızla döndürülmektedir. Açısal hız nedeniyle büyük kütleli yavaş partiküller santrifüjlenmekte ve normal yörüngelerinden saptırılmaktadır (Chrisey and Hubler 1994). Deneyler sırasında hedefin açısal hızı 10°/s olarak seçilmiştir.

### 3.3.1. Lazer

Lazerler monokromatik enerji kaynağı olup, PLD sistemlerinde film büyütmek için önemli rol oynamaktadırlar. Uygun seçim yapılarak, lazerler hemen her tür film büyütmede kullanılabilmektedir. İnce filmler için $cm^2$'ye 1 J'den yüksek enerji verebilen lazerlere ihtiyaç duyulmakta olup, buna uygun lazerlerde dalga boyu genellikle 200 nm ile 400 nm aralığındadır. Büyütmede kullanılacak çoğu malzeme bu dalga boyu aralığında güçlü soğurma özelliği göstermektedir. Soğurma katsayıları kısa dalga boylarına gidildikçe artma eğiliminde olup, hedef yüzeyine nüfuz etme buna bağlı olarak azalmaktadır. Belirtilen aralık için daha düşük dalga boyu seçimiyle daha ince katmanlar yüzeyden kaldırılabildiği için, bu durum kaplama açısından avantaj oluşturmaktadır. PLD için genellikle Excimer veya Nd:YAG lazerler yardımıyla, morötesi bölgede lazer atmaları üretilir. Ticari olarak satılmakta olan lazerlerde dalga boyları; ArF için 193 nm, KrF için 248 nm, XeCI için 308 nm ve Nd:YAG için 355 nm'dir (Koster 1999). Excimer lazerler gazlı sistemleri olup, Nd:YAG lazerlerin aksine doğrudan morötesi bölgede fotonlar yayınlamaktadırlar. Atma başına 500 mJ enerjiye

çıkabilmekte ve yüksek frekanslar ile lazer darbeleri verebilmektedirler. Bu nedenle PLD sistemlerinde Excimer lazerler tercih edilmekte olup, Excimer lazer sistemleri içerisinde KrF en yüksek verime sahip olanıdır (Chrisey and Hubler 1994).

Lazerin hedef ile etkileşmesi sırasındaki termal difüzyon uzunluğu

$$L=2(D\cdot\tau)^{1/2} \tag{13}$$

ile verilmektedir. Burada, L; her atışta yüzeyden kalkan malzeme katmanının kalınlığı, D; termal difüzyon katsayısı ve $\tau$; lazerin hedef malzeme ile etkileştiği süre, yani lazerin atma süresidir. Bu ifadeden de anlaşılacağı üzere, kısa süreli lazer atmalarının kullanılması, büyütme işleminde ince katmanların kaldırılması, dolayısı ile stokiyometrinin korunması açısından önemlidir (Chrisey and Hubler 1994).

PLD sisteminde Coherent COMPex PRO 102 model lazer kullanılmıştır. Gaz olarak KrF kullanan lazer; 248 nm dalga boyunda lazer üretmekte olup, 30 kV'da maksimum 400 mJ/atma enerjisine sahiptir. Hava soğutmalı olan lazer 1-10 Hz frekanslı lazer atmaları üretmekte olup, bir atma süresi 20 ns'dir (Coherent 2006). Lazer hem manüel, hem de PLD sistemi için hazırlanmış olan yazılım ile kontrol edilebilmektedir. Lazerin çıkış gücü veya lazer sürücü gerilimi sabitlenebilmektedir. Kullanılan gazın zamanla bileşiminin bozulması nedeniyle, sabit voltaj altında, lazerin enerjisinde günlük bazda düşüşler gözlemlenmektedir. Hedef üzerindeki enerjinin 250 mJ'de sabitlenmesi amacıyla, otomatik olarak voltaj artırımı yapılarak, lazerin gücü sabitlenmiştir. Maksimum voltaj (30 kV) değerine ulaşıldıktan sonra lazer sisteminin haznesindeki gazın tahliye edilmesi ve yeniden doldurulması gerekmektedir. Excimer lazerlerde kullanılan klor ve flor gibi halojen gazlar insan sağlığı için zararlı olduğundan, gaz dolumu sırasında havalandırmaya dikkat edilmeli, tahliye edilen gaz filtrelerden geçirilmeli ve filtrelerin doluluk oranları takip edilerek güvenlik önlemleri alınmalıdır. Lazerin kararlı hale gelerek kullanılabilmesi için, büyütme işlemi öncesi 1 saat süre ile lazerin çıkışı kendi koruyucusu kullanılarak kapatılmakta ve ateşleme işlemi yapılmaktadır.

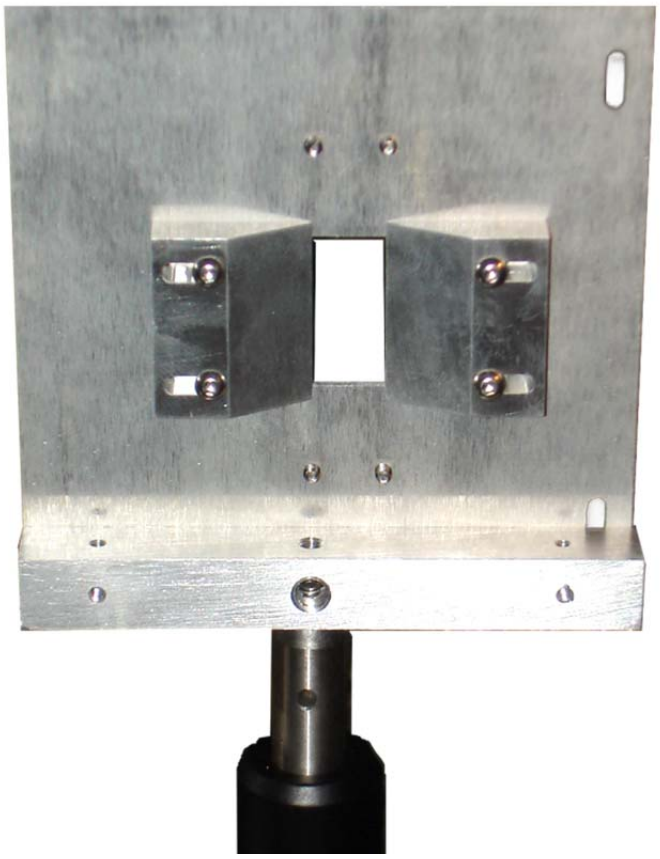
PLD sisteminde kullanılan lazer, 4. seviye lazer kategorisine girmekte olup, kullanımı sırasında sürekli olarak koruyucu lazer gözlüğü takılması gerekmektedir. Lazer gözlüğü seçiminde, kullanılan lazerin dalga boyunda, lazer ışınının ne kadar zayıflatıldığına (OD değeri) dikkat edilmesi oldukça önemlidir. Kullanılan lazer demeti mor ötesi bölgede olduğundan, çıplak gözle görülememektedir. Uygun koruyucu gözlük kullanılmaması durumunda, herhangi bir yüzeyden yansıyan lazerin gözle teması sonucunda, gözde kalıcı hasar oluşturur.

### 3.3.2. Optik bileşenler

Lazer kaynağı ile vakum odası arasında lazeri düzenlemek, yönlendirmek ve odaklamak amacıyla kesici, aynalar, mercekler ve lazer giriş penceresinin camı kullanılmaktadır. Parmak izleri, toz ve benzeri yapışkanlar, lazerin yoluna etki etmenin yanı sıra, lazer enerjisini optik bileşenlere transfer ederek, bu bileşenlerin kalıcı olarak zarar görmesine de sebep olabilirler. Morötesi dalga boyları için kullanılan optik bileşenler hassas olmalarının yanında oldukça pahalıdırlar. Bu nedenle, kapalı bir düzenekte kalmaları sağlanarak tozlanmaları engellenmelidir. Optik bileşenler temizlenecekleri zaman toz bırakmayan mercek temizleyici malzemeler kullanılması, optik bileşenlerin ömrünü uzatacaktır. Lazerin vakum odasına giriş yaptığı yerde kullanılan lazer giriş penceresinin camının vakum odasına bakan yüzü, kristal büyütme işlemleri sırasında zamanla kaplanacağından periyodik olarak temizlenmesi gerekmektedir (Chrisey and Hubler 1994).

Çok katmanlı dielektrik malzemelerden üretilen aynalar, istenilen yansıtma oranına göre cam üzerine kaplanmıştır. %99'a kadar yansıtma verebilen bu aynalar için yansıtma miktarı, dalga boyuna bağlıdır.

Lazer kaynağından dikdörtgen şekilde çıkan lazer demetinin kenarları, iç bölgesiyle aynı yoğunluğu taşımadığından, kesici yardımıyla lazer ışını daraltılmaktadır (Şekil 3.4).

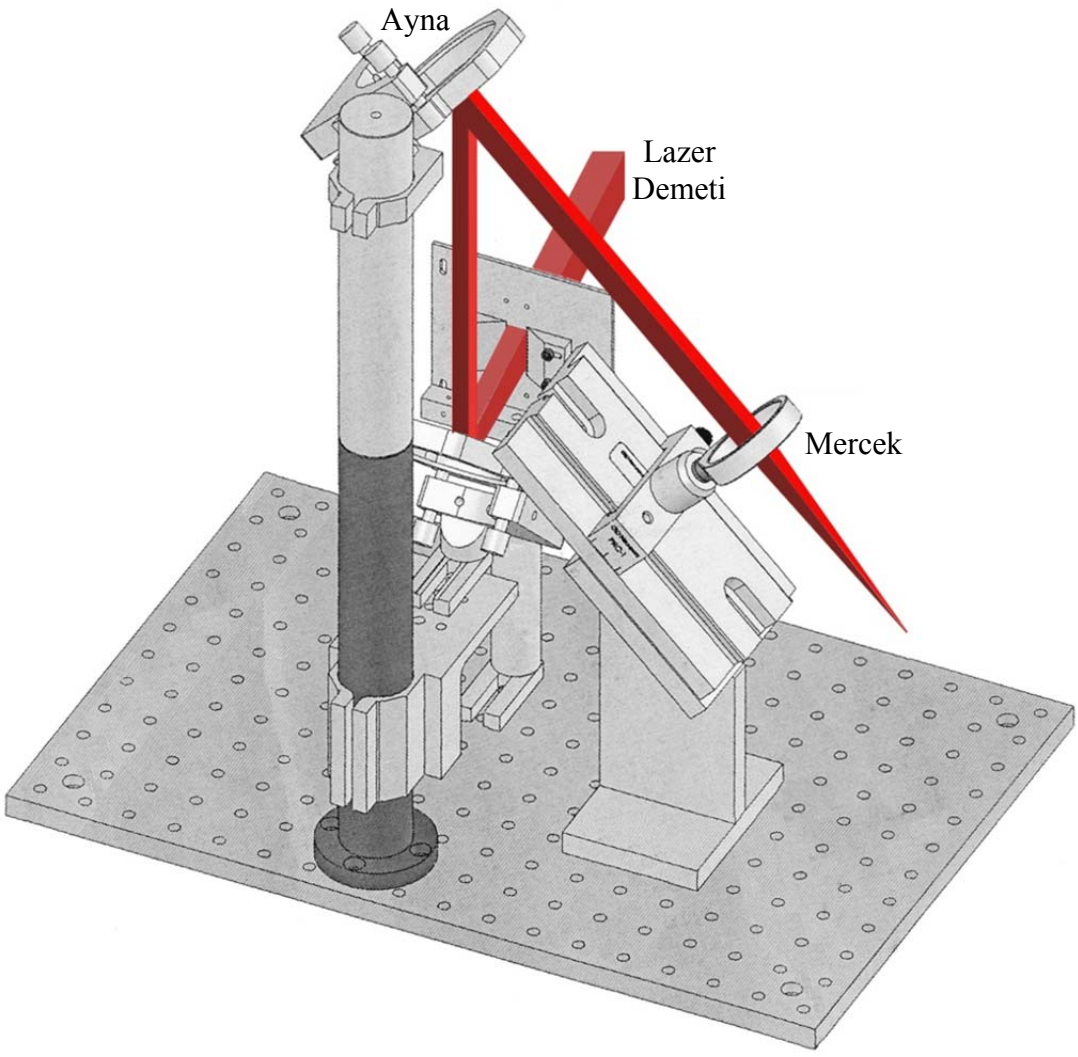


**Şekil 3.4.** Optik bileşenlerden kesici

Lazer kaynağından gelen ve aynalar ile yönlendirilen lazer demetini, hedef üzerinde istenilen enerji yoğunluğunda odaklamak amacıyla mercek kullanılmaktadır. PLD yöntemiyle ince filmlerin büyütülmesinde stokiyometriyi ve kristallografik kaliteyi belirleyen en önemli parametrelerden biri, hedef üzerindeki lazer enerjisinin yoğunluğudur. Bu nedenle, odaklama işlemi yüzeyde istenilen enerji yoğunluğunu sağlayacak şekilde yapılmalıdır. Lazer demetinin odaklanması amacıyla PLD sistemlerinde küresel veya silindirik mercekler kullanılmaktadır. Küresel mercek ile odaklama yapıldığında noktasal, silindirik mercek ile odaklama yapıldığında çizgisel odak elde edilmektedir.

Lazerin vakum odasına giriş yaptığı lazer camı, lazer geçirgenliği yüksek optik malzemeden imal edilmeli, kirlilik içermemeli ve yüzeyi çok iyi bir şekilde cilalanarak düz hale getirilmelidir. 248 nm dalga boyundaki lazer için, erimiş silika (kuvars) ile hazırlanmış optik malzemeler kullanılmaktadır (Chrisey and Hubler 1994).

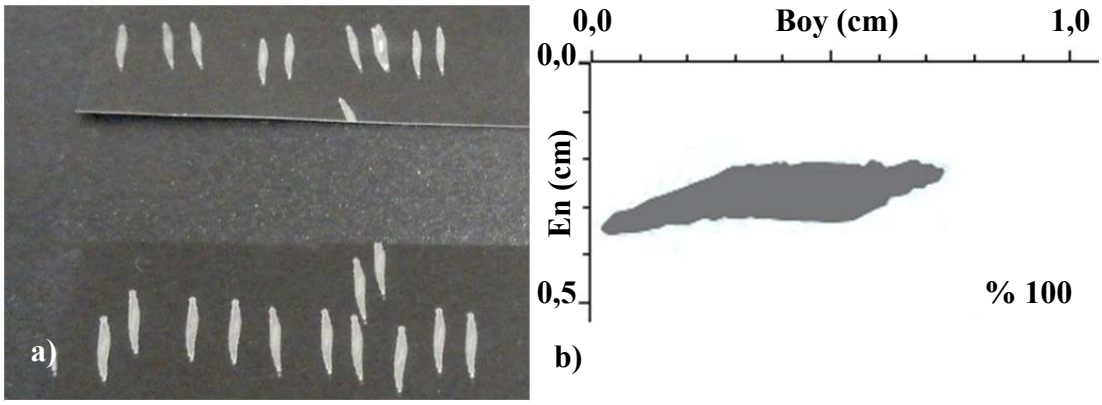
PLD sisteminde kullanılan optik bileşenlerin yerleşimi Şekil 3.5'de gösterilmektedir.




**Şekil 3.5.** PLD sisteminin optik bileşenleri (Neocera 2007)

Optik bileşenleri dış etkenlerden korumak ve morötesi lazerin dışarıya çıkmasını engellemek amacıyla, optik bileşenler kapalı bir koruyucu içerisine yerleştirilmişdir. Bu koruyucu genellikle saydam akrilikten imal edilmekte olup, mor ötesi ışınlar için opaktır. Lazer kaynağından gelen ışın önce kesiciden geçmekte, daha sonra aynalar ile önce yukarıya 45°, daha sonra vakum odasına girecek açıyla hedefe doğru yansıtılmakta, son olarak da mercek yardımıyla hedef üzerine odaklanmaktadır. Hedef alttaş mesafesi değiştirildiğinde lazer demetinin açısı, hedef yüzeyine düşecek şekilde her seferinde yeniden ayarlanmalıdır.

PLD sisteminde kullanılan optik bileşenlerdeki kayıplar nedeniyle lazer demetinin enerjisinin ancak %55'i vakum odasına ulaşabilmektedir. Bu kaybın ölçülmesi amacıyla Ophir Optronics Şirketine ait, Nova lazer güç-metre kullanılmıştır. Hedef üzerine düşen odaklanmış lazer enerjisinin hesaplanması amacıyla, hedef üzerine morötesi lazer ile etkileştiğinde renk değiştiren, lazer kılavuz kâğıdı yerleştirilmiş ve lazer ateşlenerek, hedef üzerindeki odaklanmış lazerin şekli elde edilmiştir (Şekil 3.6.a). Lazerin yüzeyi çok küçük olduğundan, yüzey alanının hesaplanması amacıyla tarayıcı kullanılarak bilgisayara taşınmıştır (Şekil 3.6.b)




**Şekil 3.6.** Odaklanmış lazerin **a)** şekli **b)** bilgisayar taraması

Grafik işleme yazılımı kullanılarak yapılan piksel sayımı sonucunda, taranan şeklin 3750 piksel olduğu tespit edilmiştir. Aynı çözünürlükte 1 $cm^2$ alanın piksel sayımı sonucunun 55696 piksel olduğu belirlenmiştir. Bu piksel değerleri oranlanarak, hedef üzerinde odaklanmış lazerin yüzey alanı yaklaşık olarak 0,067 $cm^2$ bulunmuştur. Lazer gazının yaşlanmasından kaynaklanan verim düşüklüğünün ortadan kaldırması için, lazerin çıkış şiddeti 0,25 J olarak sabitlenmiştir. Optik yollardan geçen lazerin %55'inin hedefe ulaştığı dikkate alınarak $cm^2$'ye düşen lazer enerjisi

$$\frac{0{,}25\ J \times 0{,}55}{0{,}067\ cm^2} \cong 2{,}05\ \ \text{J/cm}^2 \qquad (14)$$

olarak hesaplanmıştır.

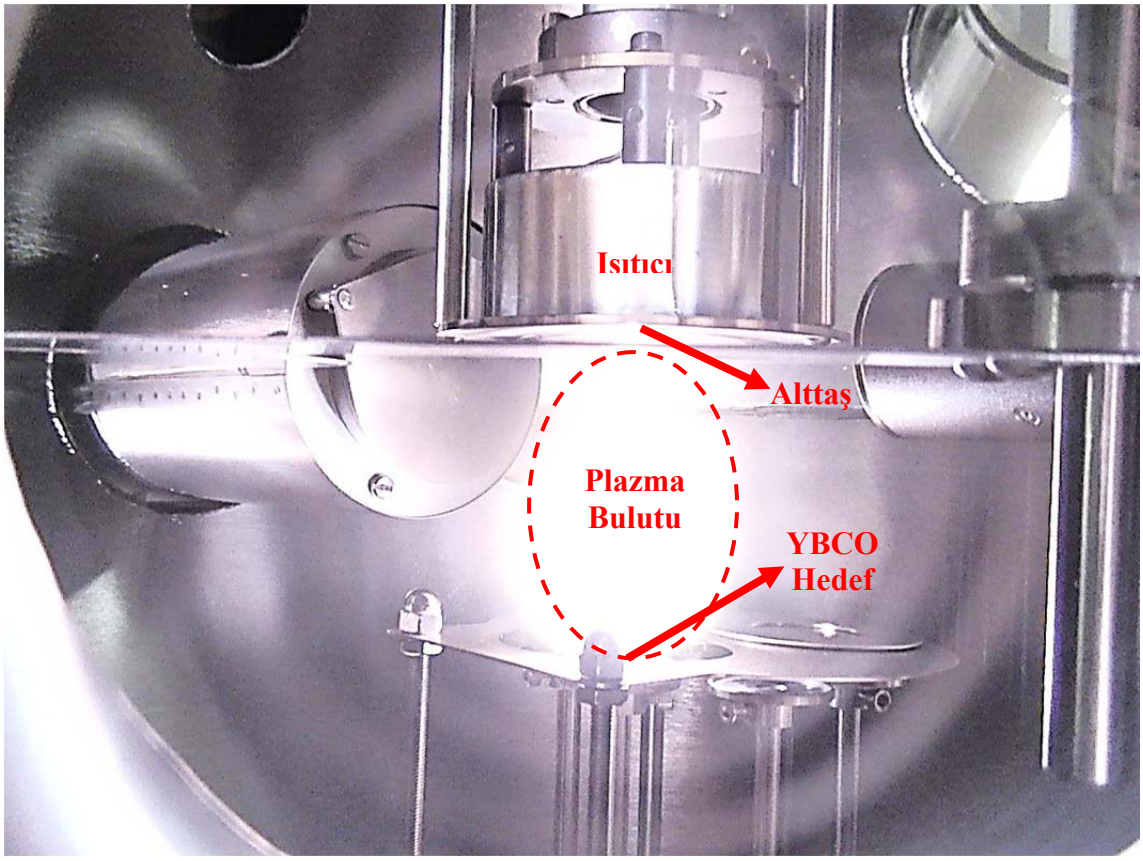
### 3.3.3. Vakum odası

Genel olarak bir vakum odasının içerisinde hedefin hareket ettirildiği karosel düzeneği, alttaş ısıtıcısı, alttaş tutucusu ve basınç ölçerler bulunmaktadır. Hedef ve alttaşın yerleştirilebilmesi için açılır bölme ve görüntüleme camları taşıyan oda, lazerin odaklanabileceği alana sahip olacak şekilde farklı geometrik şekillerde olabilir. Alttaşın ısıtılması sonucu vakum odası ısınacağından ısının düzgün dağılımı için küresel geometri tercih edilmektedir (Chrisey and Hubler 1994). PLD sisteminde 18 inç çaplı küresel bir vakum odası kullanılmıştır.

Plazma bulutunun boyu, başlıca hedef üzerindeki lazer enerjisine, vakum odasının basıncına ve hedef morfolojisine bağlı olmaktadır. Hedefin normalinden uzaklaşan tanecikler düşük basıncın da etkisiyle odanın duvarları da dâhil olmak üzere tüm yüzeylere ulaşabilmektedir. Bu durum lazer camı içinde geçerli olduğundan, zamanla cam üzerinde biriken materyaller, lazer ile etkileşerek cama zarar verebilmektedir. Lazerin hedef üzerine gelişi geometriye bağlı olarak farklı şekillerde olabilmekte, oda içerisindeki diğer bileşenler tarafından engellenmemesi için genellikle lazerin hedefe geliş açısı için 45°'ye yakın değerler kullanılmaktadır.

Hedef malzeme olarak preslenmiş toz, tek kristaller, döküm materyaller ve metal levhalar kullanılabilmektedir. Yüksek yoğunluklu ve homojen olarak hazırlanmış hedefler en iyi sonuçları vermektedirler. Kullanım sonucu hedefin yüzeyi zamanla bozulacağından, yüzey pürüzlülüğü belirli aralıklarla giderilmelidir.

Yapılan deneyler sonucu alttaş-hedef mesafesi plazma bulutunun şekline ve basınç aralığına göre optimize edilmiş ve 5 cm'ye sabitlenmiştir. Kristal büyütme öncesinde, alttaşın önü koruyucu plaka ile kapatıldıktan sonra 5 Hz'de 500 atış yapılarak hedef yüzeyinin temizlenmesi sağlanmıştır. Kristal büyütme için öncelikle 1 Hz'de 1000 atış yapılarak düzenli yumuşak ilk katmanlar oluşturulması sağlanmış, sonrasında ise 5 Hz'de 5000 atış yapılarak kristal büyütme işlemi tamamlanmıştır. Şekil 3.7'de kristal büyütme işlemi sırasında oluşan plazma bulutu gösterilmektedir.

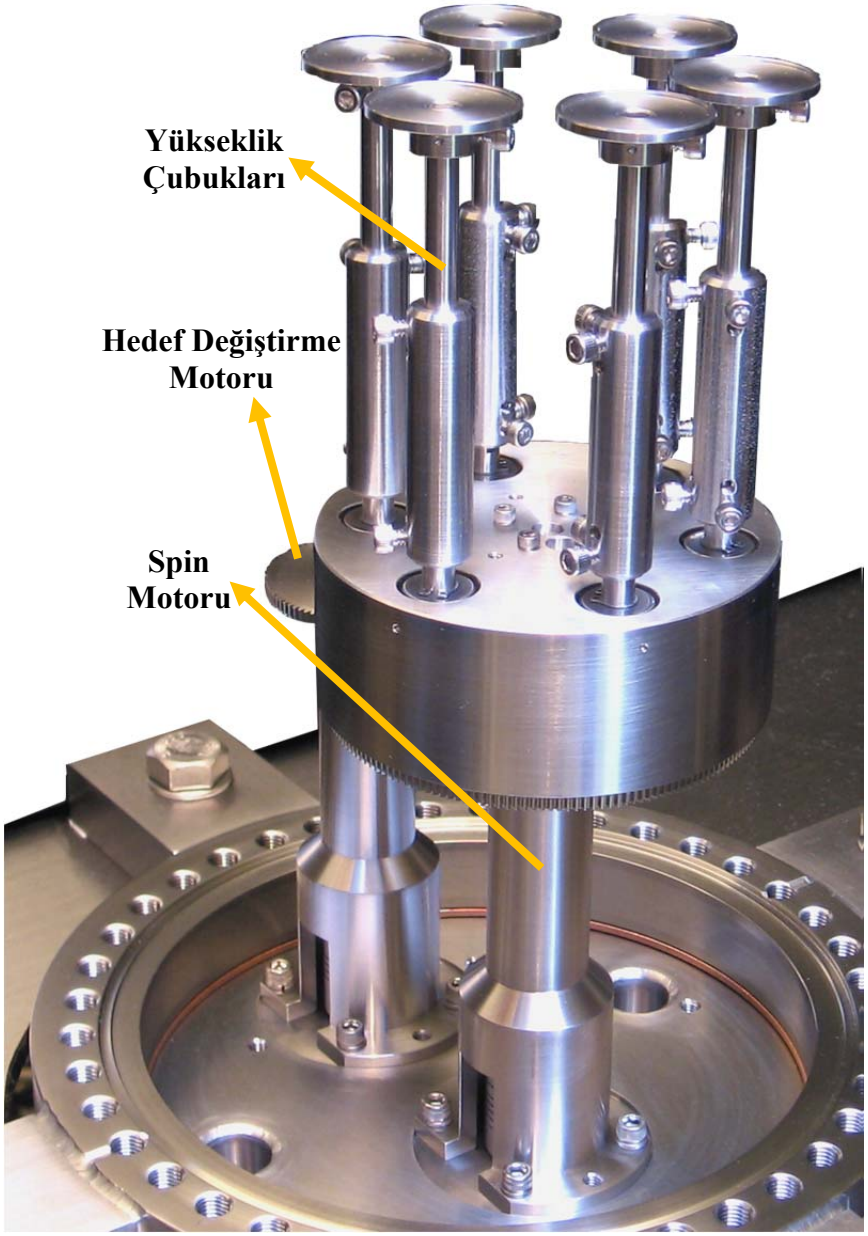



**Şekil 3.7.** Kristal büyütme işlemi sırasında oluşan plazma bulutu

Hedef üzerindeki aşınmanın tek bir noktada olmasının engellenmesi için, ya lazer hedef üzerinde hareket ettirilmekte ya da daha genel olarak tercih edilen, lazer sabit tutularak hedef döndürülmektedir. Odaklanmış lazerin pellet merkezi ile pellet kenarı arasına düşürülmesi ve hedefin döndürülmesi ile disk şeklinde aşınma olmaktadır. Kristal büyütme işlemleri sonrasında aynalar yardımıyla lazerin geliş açısı, çok az değiştirilerek aşınmanın aynı disk üzerinde olması engellenebilmektedir. Gelişmiş sistemlerde kullanılan karosel düzenek ile birden fazla hedef kullanılabilmekte olup, tek hedef kullanılması durumunda ise, karoselin küçük açılarla hareket ettirilmesi ve hedefin kendi ekseni çevresinde döndürülmesi sonucu, aynalar ile oynamadan aşınmanın yüzeye dağıtılması mümkün olmaktadır.

Şekil 3.8'de PLD sisteminde kullanılan karosel düzeneği görülmektedir. Bu düzenekte altı farklı hedef kullanılabilmekte olup, hedefler arası geçiş için kullanılan hedef değiştirme motoru ± 7°'lik açı aralığında 10°/s'lik hızla hareket ettirilmiş, ayrıca

hedefin kendi ekseni çevresinde döndürülmesi (spin) için 10°/s'lik dönüş hızı kullanılarak, lazerin hedef yüzeyini taraması sağlanmıştır.



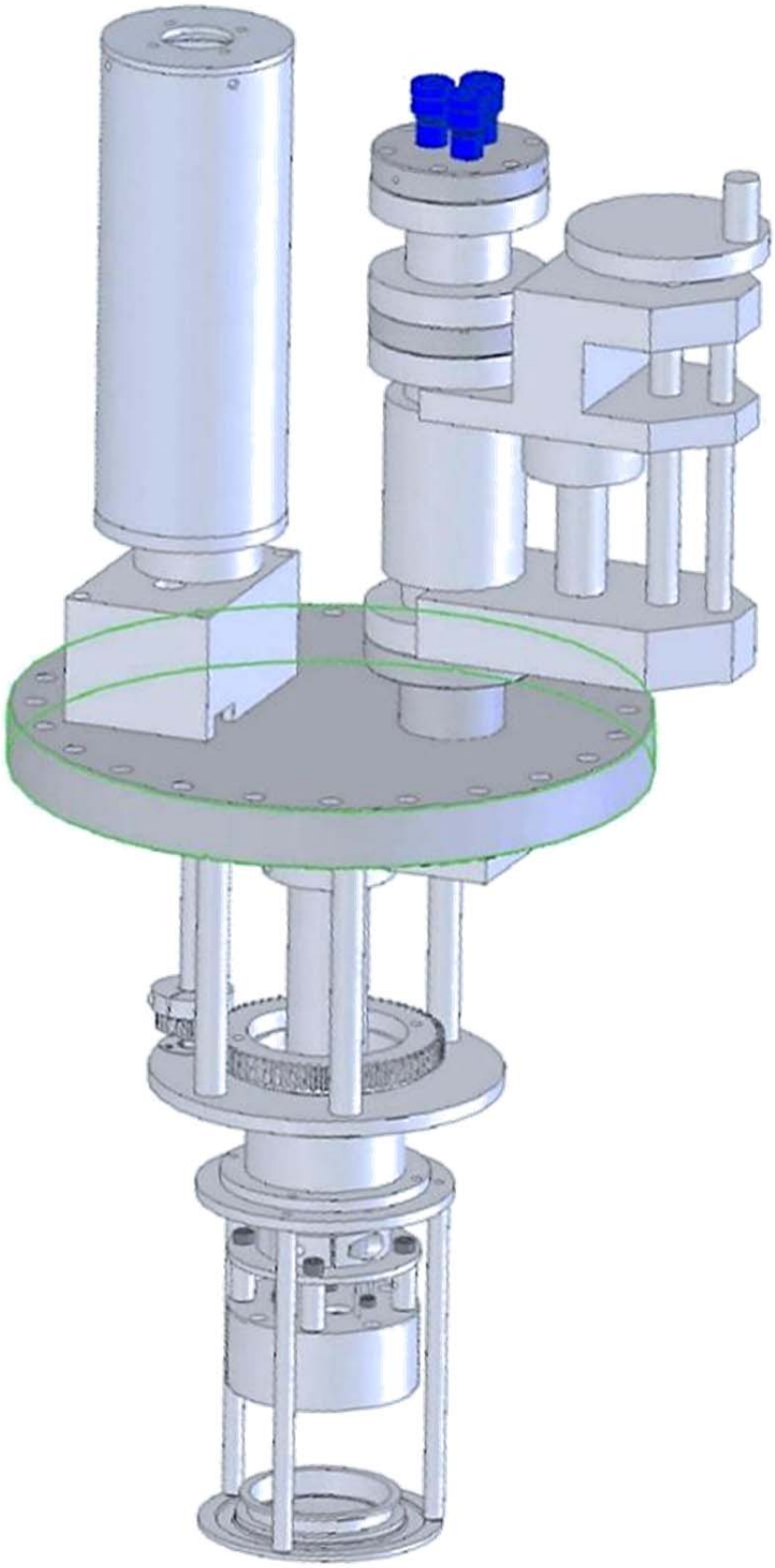

**Şekil 3.8.** Karosel düzeneği (Neocera 2007)

Alttaş-hedef mesafesi de karosel düzeneği üzerinde bulunan yükseklik çubukları yardımıyla ayarlanabilmektedir. Karosel pozisyonları bilgisayar tarafından kontrol edildiğinden, alttaş-hedef mesafesi belirlendikten sonra, lazerin hedef üzerine düşmesi

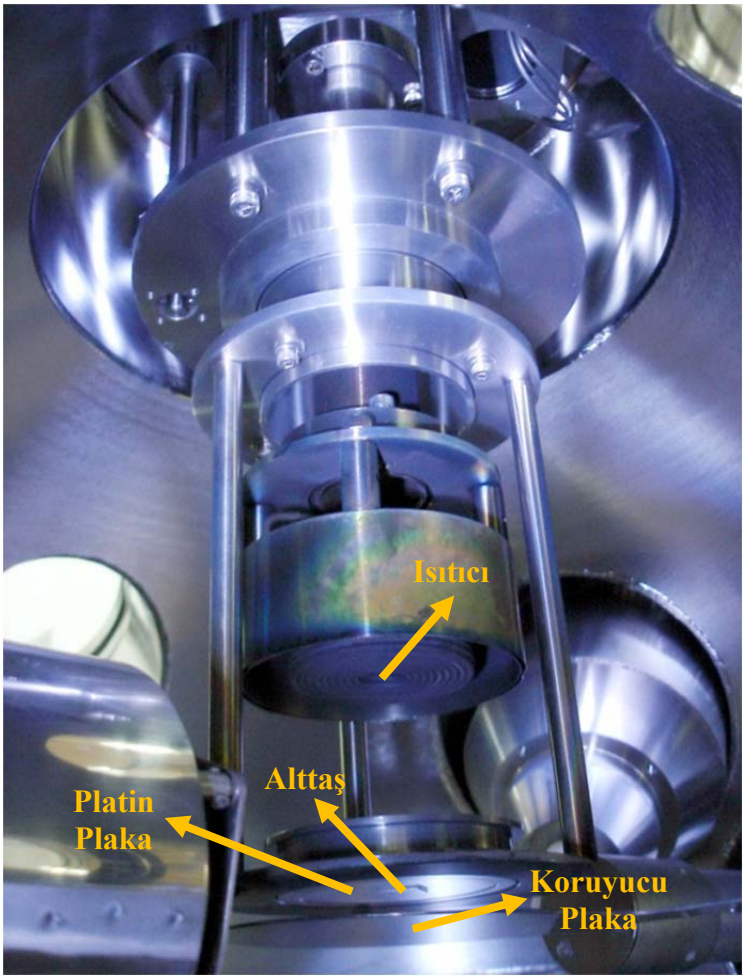
için önce aynalar ile lazer hedefe yönlendirilmeli, sonrada deneme atışları yapılarak karosel hareketi sonucu lazerin hedef üzerine düştüğü kontrol edilmelidir. Lazerin hedefe düşmemesi durumunda, lazer vakum odası içerisindeki başka bir yüzeye gelerek bu yüzey ile etkileşerek deneylerin başarısız olmasına sebep olabilecektir. Mevcut geometri dikkate alınarak, lazerin başka bileşenler ile etkileşiminin önüne geçilmelidir.

Plazma bulutu hedef normalinde oluştuğundan, alttaş hedef normalinin karşısına yerleştirilmelidir. Alttaşın döndürülmesi homojenliğin sağlanması açısından oldukça önemlidir. Kristal büyütme sırasında yüksek sıcaklıklar kullanılacaksa, alttaş termal iletkenliği yüksek tutturucu ile sabitlenmelidir. Isıtıcı olarak molibden levha, nikel-krom alaşımları veya halojen lambalar kullanılması mümkündür. Alttaşın vakum odasından kolayca çıkarılması amacıyla alttaş platin plakaya tutturulmaktadır. Hedef yüzeyinin temizlenmesi sırasında alttaşın kirlenmesini önlemek amacıyla, koruyucu bir plaka ile alttaşın üstü kapatılmaktadır. PLD sisteminde kullanılan ısıtıcı düzeneğinin şematik gösterimi Şekil 3.9'da, vakum odası içerisindeki görünümü ise Şekil 3.10'da gösterilmektedir.

Platin plaka kendi tutucusuna konulduktan sonra, alttaş döndürücüsüne yerleştirilmektedir. Isıtıcı, platin tutucusu içerisine girmekte ve platin plakaya değecek kadar yaklaşmaktadır. Yaklaşma işlemi mekanik olarak sınırlandırılarak, hareketli plakanın ısıtıcıya zarar vermesi önlenmektedir.

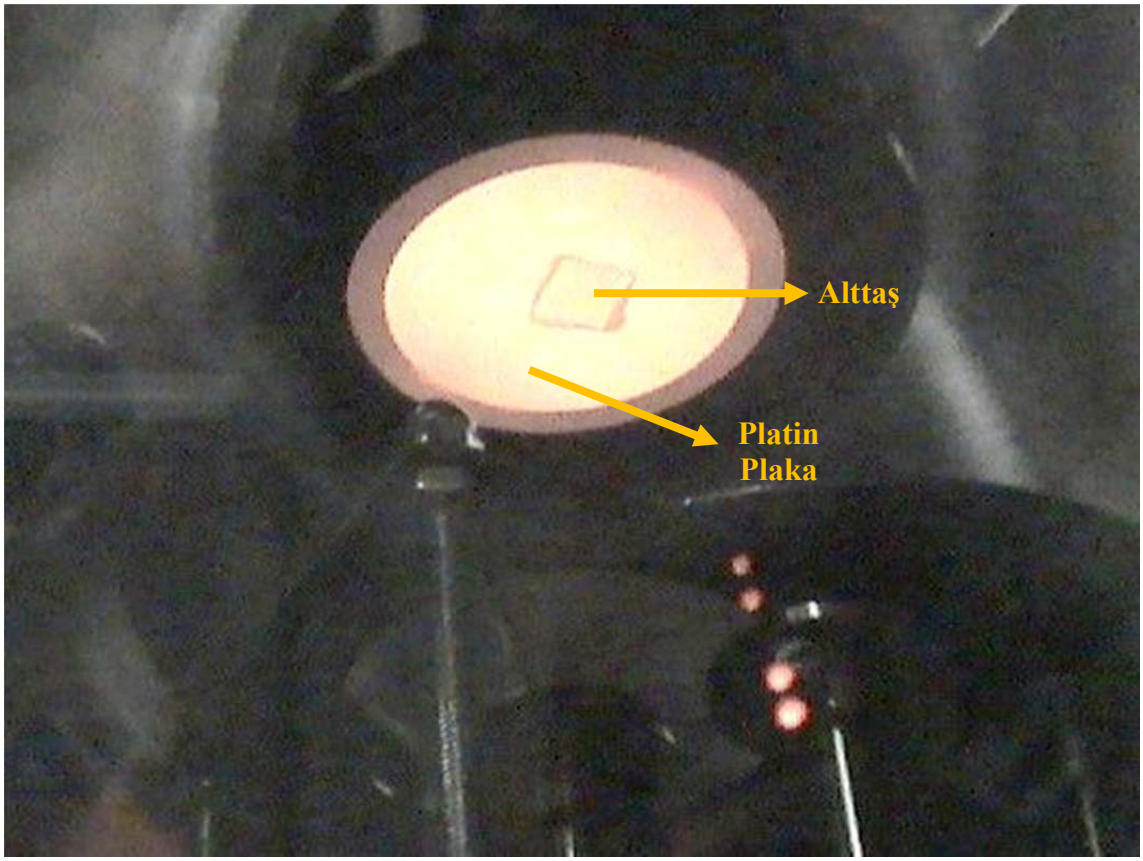


**Şekil 3.9.** Isıtıcının şematik gösterimi (Neocera 2007)




**Şekil 3.10.** Vakum odası içerisindeki ısıtıcı düzeneği

Isıtıcının kullanım ömrünü arttırmak amacıyla, ısıtıcı üzerinden okunan sıcaklık değeri, oda sıcaklığından 600°C'ye kadar 30°C/dk, 600°C'den 800°C'ye kadar 20°C/dk ve 800°C'den 1000°C'ye kadar 10°C/dk olacak şekilde arttırılmıştır. Kristal büyütme süresince homojenliğin sağlanması amacıyla, alttaş 5°/s'lik açısal hızla döndürülmüştür. 1000°C altında iyi sonuç elde edilemediğinden, ısıtıcı sıcaklığı 1000°C'ye sabitlenmiştir. Şekil 3.11'de 1000°C'ye sabitlenmiş ısıtıcı için, platin plaka ve alttaşın resmi gösterilmektedir. Üretici firma ısıtıcının 1000°C'ye ayarlanması durumunda, alttaşın gerçek sıcaklığının 800°C olduğunu belirtmiştir. Kristal büyütme işlemi sonrasında 10°C/dk hızla soğutulan ince filmin vakum odasından çıkarılması için, hareketli yapıya sahip olan ısıtıcı, platin plakadan uzaklaştırılmış ve bilgisayar kontrolü sayesinde alttaş motoru başlangıç konumuna getirilerek, alttaşın yapıştırıldığı platin plaka ve tutucusu vakum odasından çıkartılmıştır.




**Şekil 3.11.** Platin plaka ve alttaşın 1000°C'deki görüntüsü

### 3.3.4. Harici bileşenler

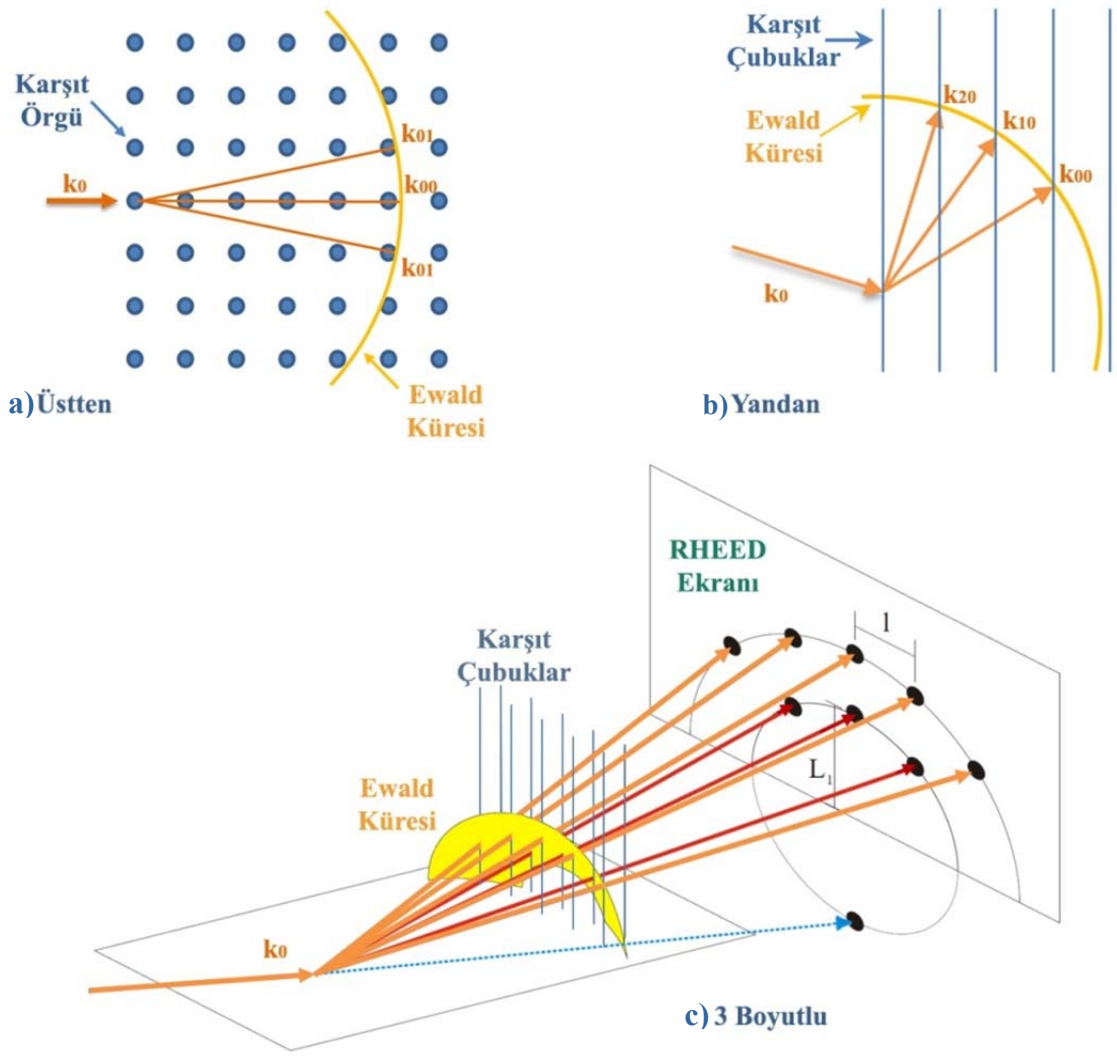
Kristal büyütme öncesi ortamın yabancı atomlardan arındırılması gerekmektedir, bu nedenle vakum odası kapatıldıktan sonra, içerideki havanın tahliye edilmesi amacıyla pompalar kullanılmaktadır. Ana pompa atmosfer basıncından vakumlamayı başlatmak için kullanılmakta olup, turbo moleküler pompa ise daha düşük basınçlarda devreye girerek, yüksek vakum ortamının sağlanması ve korunması amacıyla kullanılmaktadır. Kristal büyütme işlemlerinde ortamın yabancı atomlardan arındırılması amacıyla, $10^{-6}$ Torr'a inilinceye kadar vakumlama yapılmış ve kristal büyütme işlemi 150 – 250 mTorr oksijen basıncı aralığında yapılmıştır. Basıncın bu aralıklarda sabitlenmesi ve yüksek saflıktaki oksijen gazının tasarruflu kullanımı amacıyla, turbo moleküler pompanın devri 1000 Hz'den 300 Hz'e düşürülmüş ve vakum odasına giren gaz miktarı, akış kontrolcüsü yardımıyla sabitlenmiştir. Yüksek saflık ince film kalitesi açısından önem arz ettiği için, % 99,999 saflıkta oksijen gazı kullanılmıştır. Kristal büyütme işlemi

sonrası tavlama amacıyla, pompalar ile vakum odasını ayıran valf kapatılmış ve vakum pompaları durdurulmuştur. Bu sayede vakum odasına pompalardan kaynaklanabilecek hava girişinin önüne geçilmiştir. Tavlama işlemi için vakum odasına oksijen gazı verilerek, basınç 375 Torr'a çıkarılmıştır. LAO alttaşın ve YBCO'nun termal genleşme katsayıları arasındaki fark nedeniyle, soğutma sırasında yüzeyde çatlak oluşumunu engellemek için sıcaklık 10°C/dk olacak şekilde, 500°C'ye düşürülmüştür. Bu basınç ve sıcaklık altında 1 saat süre ile tavlama yapılmış ve numuneler daha sonra 300°C'ye kadar kontrollü soğutulmuş ve akabinde oda sıcaklığına kadar kendiliğinden soğutulmaya bırakılmıştır. Tavlama sonrası vakum odasının basıncının atmosfer basıncına getirilmesi amacıyla vakum odasına yüksek saflıkta azot gazı verilmiş, daha sonra ince film ve hedef vakum odasından çıkartılmıştır.

### 3.4. Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı

Standart bir Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı (RHEED) sisteminde, yüksek enerjili elektronlar (10-50 keV), yüzey ile dar açı yapacak şekilde (maksimum 5°) numune yüzeyine gönderilmektedir. Dar açı sebebiyle, elektronlar yüzeyin sadece birkaç nanometre içerisine girebilir. Elektronların dalga boyu, kristal örgü parametrelerine yakın olduğundan kırınıma uğramaktadır. Kırımına uğrayarak fosfor bir ekran üzerine düşen elektronların oluşturduğu desen, yüzeyin kristal yapısı hakkında önemli bilgiler verebilmektedir (Koster 1999).

Elektronların yüzeyden elastik saçılma yapması sonucu, saçılan dalga vektörü olan $k_{ij}$, "Ewald Küresi" (Şekil 3.12.a,b,c) adı verilen bir küre oluşturmaktadır. Karşıt uzayda yüzey atomlarının iki boyutlu dizilimi, "karşıt çubuklar" (Şekil 3.12.b,c) olarak adlandırılan düşey çizgilerle gösterilmektedir. Karşıt çubukların Ewald küresini kestiği yerde, yüzeyden gelen elastik saçılma yapan elektron demetleri yapıcı girişim yapmaktadırlar. Bu nedenle bu ters uzaydaki kesişim noktaları, gerçek uzaydaki elektronlar için de yapıcı girişimin yönünü belirlemektedir. Gerçek uzayda elastik olarak saçılan elektronlar fosfor kaplı ekrana noktalar şeklinde düşer ve Laue halkalarını oluşturur (Şekil 3.12.c) (Klein 2001).

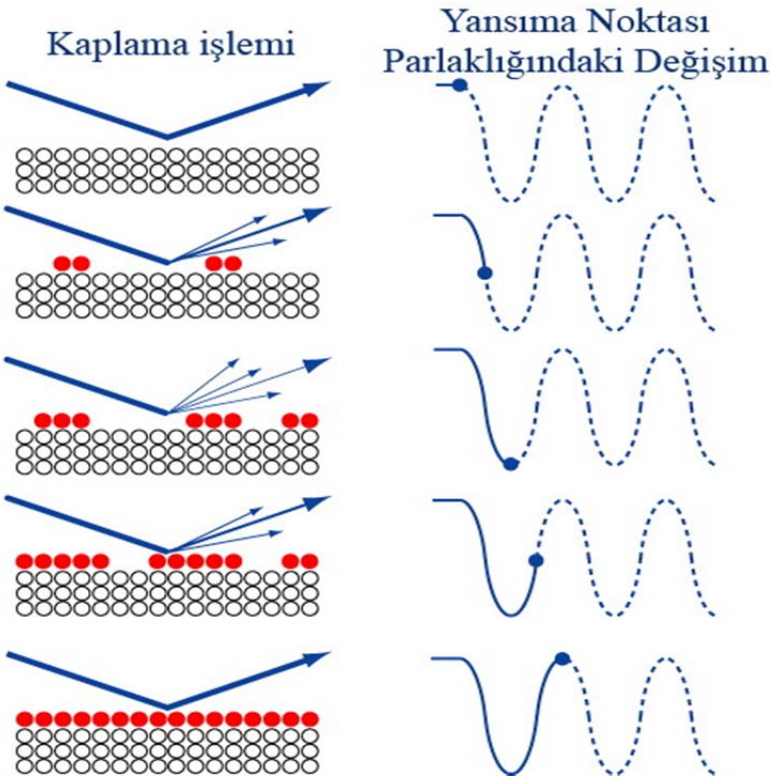



**Şekil 3.12.** Ewald küresi, karşıt çubuklar ve Laue halkaları (Klein 2001)

Fosfor ekrana doğrudan yansıma sonucu gelen ve kırılmadığı için numunenin döndürülmesi ile hareket etmeyen ışına, yansıma noktası (specular spot) ismi verilmektedir.

Şekil 3.13'de kaplama işlemi süresince yansıma noktasının parlaklığının değişimi osilasyon olarak gösterilmektedir. Pürüzsüz bir yüzeyde maksimum parlaklığa sahip olan yansıma noktası, yeni katman oluşumu için gelen atomlar dolayısıyla parlaklığını yitirmekte ve yeni katman oluşumu tamamlandığında tekrar maksimum parlaklığa ulaşmaktadır (Caballero 2010). Tabaka tabaka büyütme yapıldığında bu noktanın

parlaklığındaki değişim yardımıyla, büyütülen katman sayısı hakkında bilgi edinmek mümkündür.

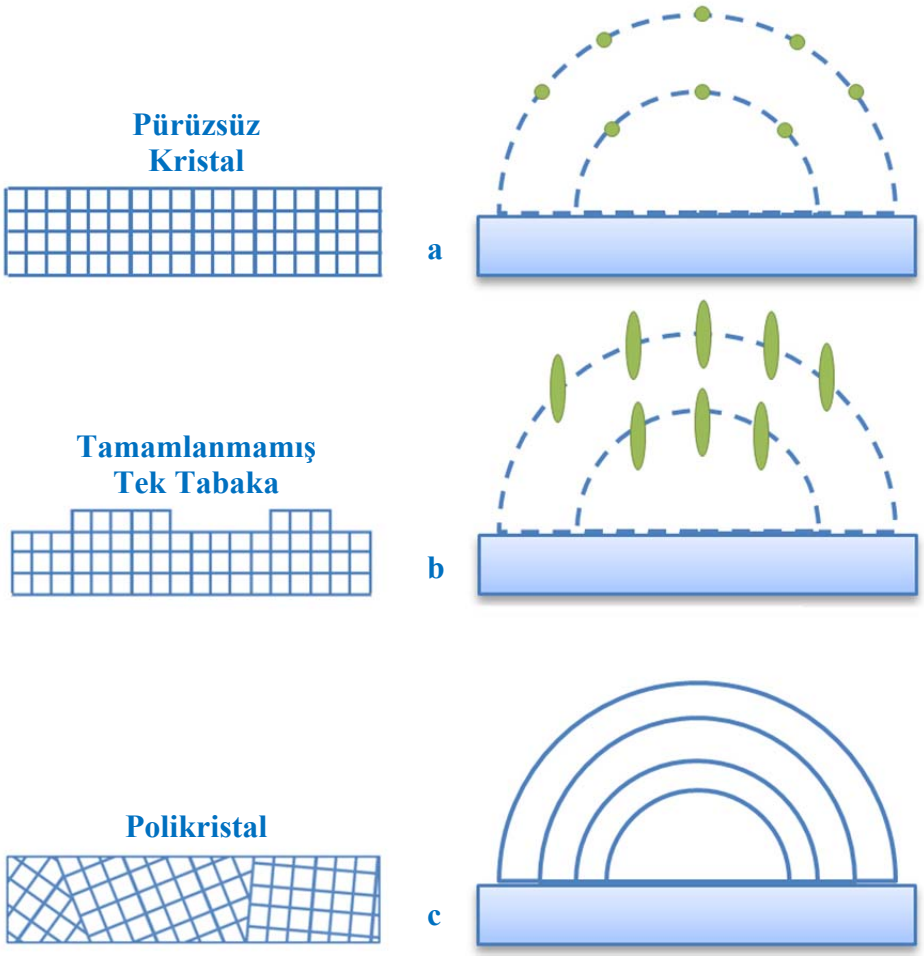



**Şekil 3.13.** RHEED'de elde edilen osilasyon (Caballero 2010)

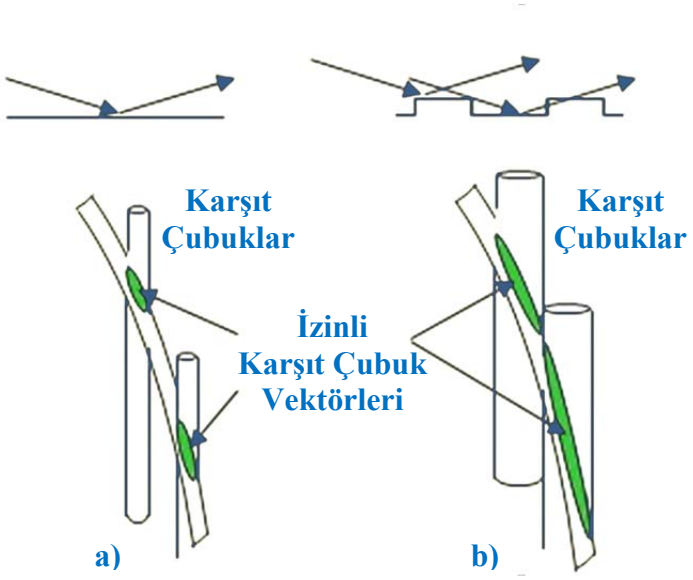
RHEED ile elde edilen desen yüzeyin kristal yapısına göre farklılık göstermektedir. Fosfor ekranda, kusursuz bir yüzey için noktalar (Şekil 3.14.a), tamamlanmamış tek tabaka için çubuklar (Şekil 3.14.b) ve farklı yönelimlere sahip polikristaller için ise, iç içe geçmiş çok sayıda halka gözlenmektedir (Şekil 3.14.c).

Pürüzsüz bir yüzeyden kristal büyütme işlemi sırasında elde edilen RHEED deseni Şekil 3.15.a'da, tamamlanmamış tek tabaka şeklindeki pürüzlülük durumunda gözlenen çubuklaşma ise Şekil 3.15.b'de gösterilmektedir.

Tamamlanmamış tek tabaka büyütme sırasında çubuklaşmaların gözlenmesinin nedeni Ewald küresinin yarıçapının, karşıt çubuklar arası mesafeden çok daha büyük hale gelmesidir (Rocca 2009).

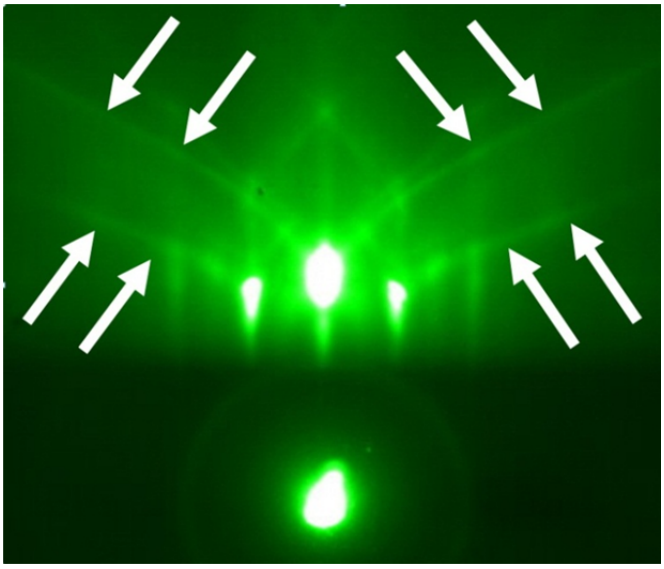



**Şekil 3.14.** Fosfor ekranda gözlenen RHEED desenleri



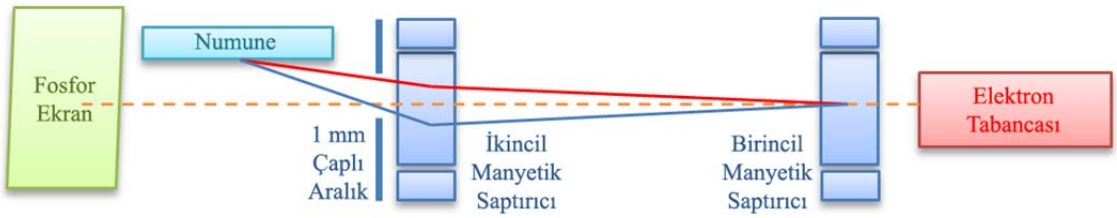

**Şekil 3.15.** RHEED'de gözlenen çubuklaşma (Rocca 2009)

Kristalden geçerken inelastik saçılmaya uğrayan ve enerjisinin bir kısmını kaybeden elektronlar, Şekil 3.16'de gösterilen ve "Kikuchi çizgileri" olarak adlandırılan bir desen oluşturmaktadırlar (Koster 1999).



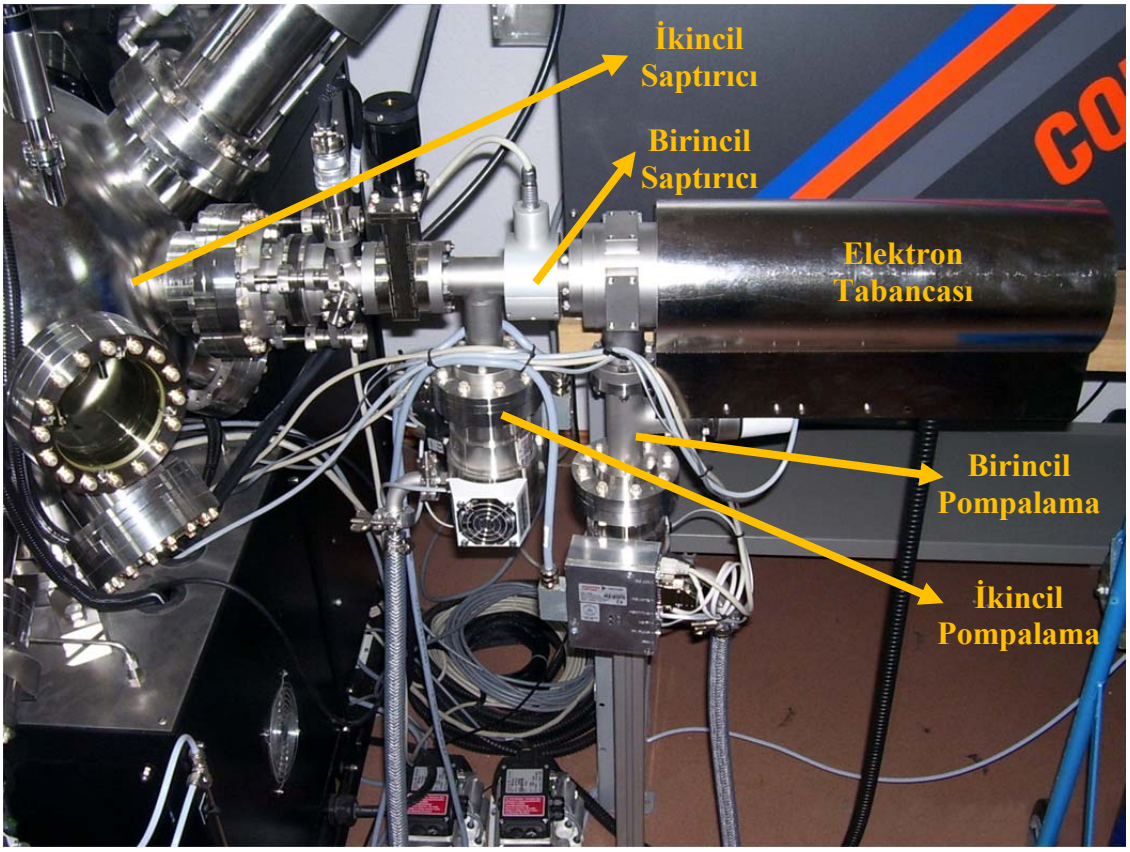
**Şekil 3.16.** RHEED ekranında gözlenen Kikuchi çizgileri (Coenen 2010)

Deneyler sırasında RHEED sisteminin diferansiyel pompa üniteleri sayesinde flamenin bulunduğu elektron tabancasında basınç $2x10^{-5}$ mbar'a düşürüldükten sonra, RHEED'i vakum odasından ayıran valf açılmıştır. Flamene 1,5 A akım uygulanmış ve elektronları ivmelendirmek için Staib Instruments şirketine ait, 100 µm odak verebilen RH 30 (Maksimum 30 keV) elektron kaynağı ile 20 keV voltaj uygulanmıştır. İki farklı bölgede bulunan X-Y manyetik saptırıcıları ile elektron demeti bükülerek, 1 mm çaplı aralıktan geçirilmiş ve numune üzerine dar açı yapacak şekilde düşürülmüştür (Şekil 3.17).




**Şekil 3.17**. RHEED sisteminin şematik gösterimi

Fosfor ekranda elde edilen desen, K-30FW CCD kamera ve KSA-400 yazılımı ile kaydedilmiştir. PLD sistemine entegre haldeki RHEED sisteminin bileşenleri Şekil 3.18'da görülmektedir.




**Şekil 3.18.** RHEED sisteminin bileşenleri

### 3.5. Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi

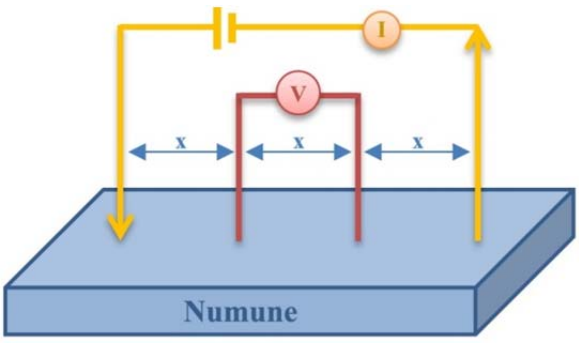
Hazırlanan numunelerin kritik sıcaklık ($T_C$) ve manyetik alınganlık ($\chi$) değerlerinin tespiti için Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü bünyesinde bulunan, Quantum Design Fiziksel Özellikler Ölçüm Sistemi (PPMS) kullanılmıştır. 2–400 K arası sıcaklıklarda ölçüm alabilen PPMS sistemi sıvı azot soğutmalı sıvı helyum tankı ile birlikte, Quantum Design Model 6000 kontrolcü, ölçüm probları ve manyetik alan kaynağından oluşmaktadır. (Şekil 3.19).



**Şekil 3.19.** Fiziksel özellikler ölçüm sistemi

### 3.5.1. Dört nokta direnç ölçümü

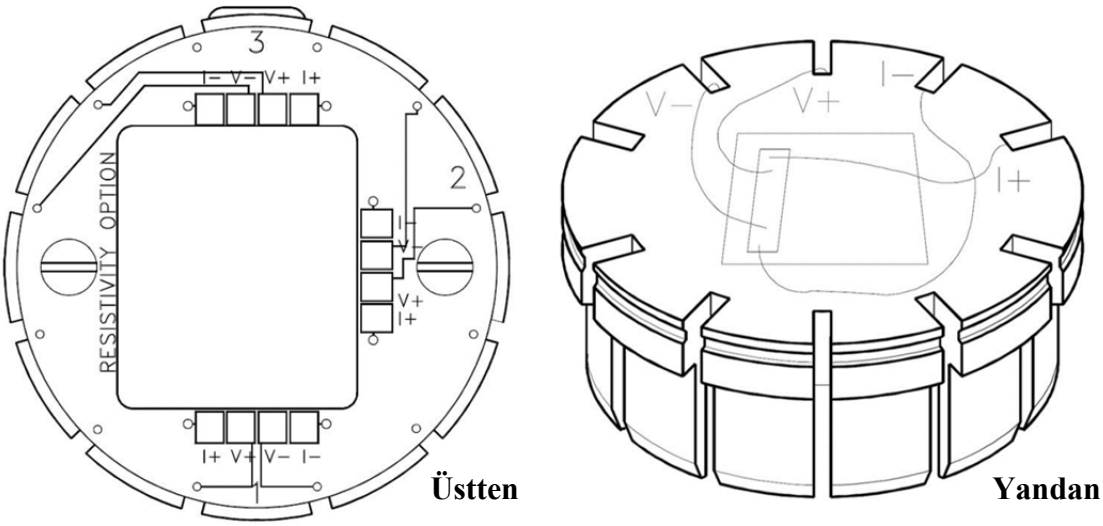
Düşük dirence sahip bir numunenin direnci iki nokta üzerinden ölçülecek olursa, kontak yapmak için kullanılan malzemenin direnci de ölçüme dâhil olacak ve tam manasıyla ölçüm yapılamayacaktır. Bu problemi çözmek için dört nokta direnç ölçümü yöntemi kullanılmaktadır. Dört nokta direnç ölçümünde, numune üzerine birbiri ile eşit uzaklıkta ve aynı doğru üzerinde bulunacak olan kontaklar yapılmaktadır (Şekil 3.20).




**Şekil 3.20.** Dört nokta direnç ölçüm şeması

Dışta kalan kontaklardan akım uygulanmakta ve malzemede bir direnç varsa, içteki kontaklardan okunan voltaj değerinde düşme gözlenmektedir. Voltmetrenin direnci çok yüksek olduğundan üzerinden geçen akım minimize olacak, içte kalan kontakların direnci ihmal edilecek ve gözlemlenen voltaj düşüşünün uygulanan akıma oranı (V/I), numunenin direncini verecektir. Malzeme soğutuldukça sıcaklığa bağlı direnç grafiği çizilerek, $T_C$ değeri bu grafik yardımıyla elde edilebilmektedir.

PPMS sisteminde kullanılan DC direnç ölçüm probu (Şekil 3.21) 5nA ile 5mA aralığında akıma ve her etkin hertz başına 20 nV hassasiyetine sahiptir (QuantumDesign 1999). $T_C$ değerinin ölçülmesi amacıyla numuneye 6 mA akım uygulanmış ve 0, 10000 ve 18536 Oe manyetik alan altında direnç ölçümü yapılmıştır.

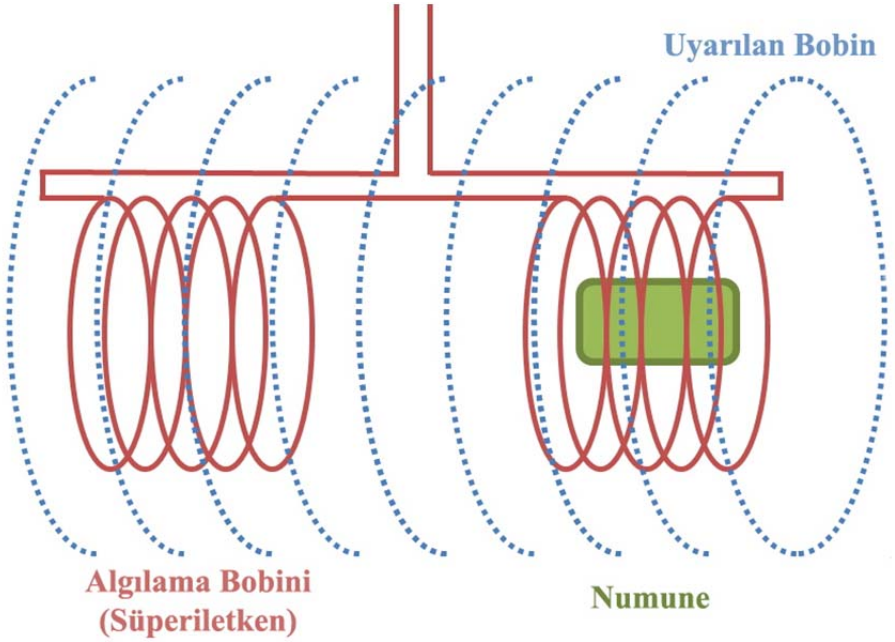



**Şekil 3.21.** PPMS direnç ölçüm probu (QuantumDesign 1999)

### 3.5.2. AC manyetik alınganlık ölçümü

Hazırlanan bir numunenin süperiletken olup olmadığını anlamak amacıyla iki temel ölçüm yapılmaktadır. Bunlardan biri sıfır direnci ölçmek için kullanılan dört-nokta ölçümü, diğeri ise sıfır manyetik indüksiyonu ölçmek için kullanılan AC manyetik alınganlık ölçümüdür.

AC manyetik alınganlık ölçümleri, karşılıklı indüklenme prensibine göre işlemektedir. İç içe yerleştirilmiş eşit ve ters sarımlı iki bobin bulunmaktadır. İç bobine numune yerleştirilmekte ve bu bobine alternatif akım uygulanmaktadır. İç bobindeki akı değişimi sonucu, dış bobinin uçları arasında oluşan gerilim farkı ölçülmekte ve manyetik duygunluk hesaplanmaktadır (Şekil 3.22).




**Şekil 3.22.** AC manyetik alınganlık sistemi çalışma prensibi

Doğru akım uygulandığında, M malzemenin mıknatıslanma vektörü, χ manyetik duygunluk ve H manyetik alan şiddeti olmak üzere; M=χH olarak verilmektedir. Zamanla değişen dış manyetik alan $H_{(t)}$; $H_0$ ilk manyetik alan, ω açısal frekans ve t zaman olmak üzere, $H_{(t)}=H_0 \cdot \sin(\omega t)$ şeklinde ifade edilmektedir. Bu manyetik alan altındaki mıknatıslanma

$$M(t) = H_0 \sum_{n=1}^{\infty} \left[\chi'_n \sin(nwt) - \chi''_n \cos(nwt)\right] \qquad (14)$$

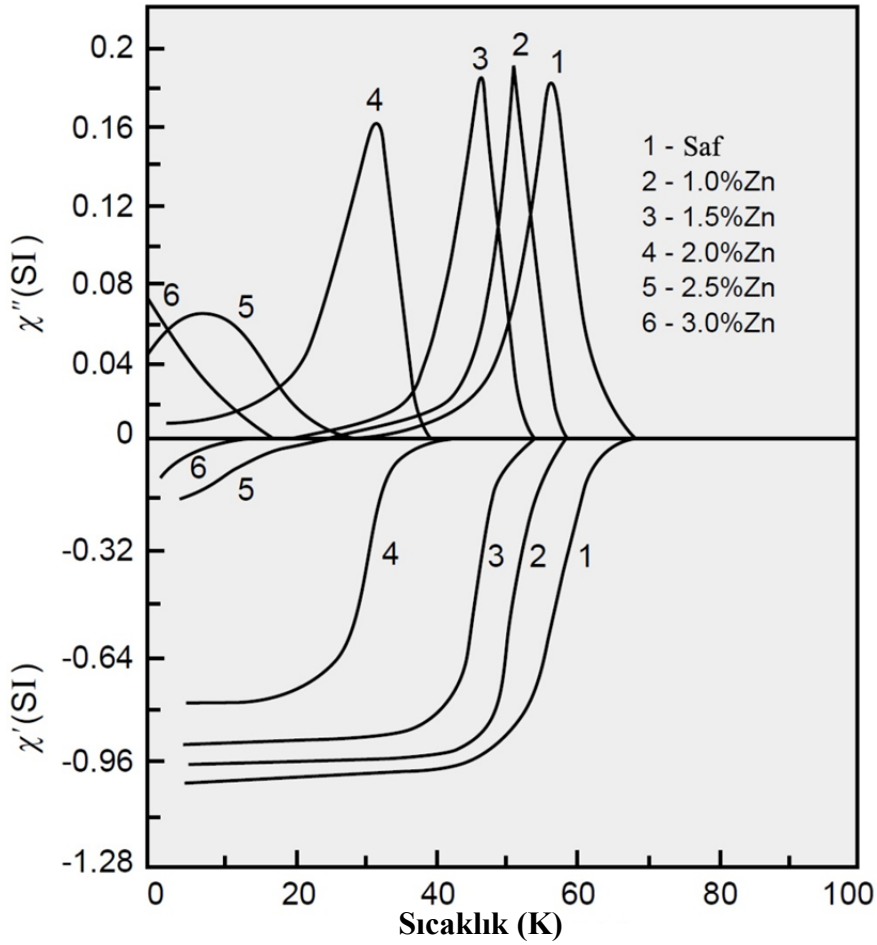
olarak verilmektedir. Burada χ' alınganlığın faz içi (gerçek) bileşeni, χ'' ise faz dışı (sanal) bileşenidir (Bilgeç 2004).

AC manyetik alınganlık ölçümü, malzemenin diyamanyetik geçişini gözlemlemek için kullanılır ve malzemenin karakterizasyonu açısından önemlidir. Süperiletken faza geçiş sıcaklığı ile diyamanyetik hale geçen fazlar tespit edilebilir ve malzemenin granül yapısı hakkında bilgi alınması sağlanır (Muller *et al.* 1991).

YSS oksitlerin $\chi'$-T eğrilerinde iki çeşit diyamanyetik geçiş görülmektedir. İlki daha yüksek sıcaklıklarda gözlemlenen granül faz geçişi, ikincisi ise daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşen ve Meissner etkisinin gözlemlendiği granüller arası diyamanyetik geçiştir. İkinci diyamanyetik geçiş uygulanan dış manyetik alana duyarlı olup, alan şiddeti arttıkça geçiş düşük sıcaklıklara kaymaktadır (Bilgeç 2004).

Doğru akım ölçümlerinde malzemenin manyetik momenti sabit olduğundan, mıknatıslanma dinamikleri hakkında bilgi edinilememektedir. İndüklenen malzemenin manyetik momenti zamana bağlı olduğundan, AC manyetik alınganlık ölçümleri ile malzemenin karakteristik özellikleri belirlenebilmektedir. AC manyetik alınganlık ölçümlerindeki hassasiyet ile düşük frekanslarda ufak manyetik geçişler bile algılanabilmektedir. Yüksek frekanslarda, manyetik alınganlığın ($\chi$) büyüklüğünün ve faz geçişinin belirlenmesi mümkün olmaktadır. $\chi'$ ve $\chi''$ termodinamik faz değişimlerine çok hassas olduğundan genellikle faz geçiş sıcaklığını ölçmek amacıyla kullanılırlar. Kritik sıcaklığın üzerindeki normal fazda, süperiletkenlerde düşük bir manyetik alınganlık bulunmaktadır. Malzeme tamamen süperiletken halde iken mükemmel diyamanyetik özellik gösterecek ve $\chi'=-1$ olacaktır (Şekil 3.23). Tipik olarak sıfırdan farklı $\chi'$ değerinin başlangıcı $T_C$ noktası olarak alınmaktadır.

Hazırlanan numunelerin AC manyetik alınganlık ölçümleri, 0,056 Oersted (Oe) manyetik alan altında ölçülmüş olup, 733 Hz frekans ve 10 Oe genlik kullanılmıştır.




**Şekil 3.23.** Zn katkılı numunelerin AC alınganlık ölçümleri (Singh *et al.* 1997)

### 3.6. X-Işını Kırınımı Ölçümleri

LAO alttaşların temizlenme sonuçlarının kıyaslanması ve hazırlanan numunelerin x-ışını kırınım desenlerinin alınması için Rigaku-2200D/Max X-Işını Kırınımı (XRD) kullanılmış olup, ölçümler oda sıcaklığında Cu-$K_\alpha$ katot kullanılarak alınmıştır. Kullanılan birinci ışının dalga boyu 1,541 Å, ikinci ışının dalga boyu 1,544 Å 'dur. Elde edilen XRD desenleri birbirleriyle ve literatür taraması sonucu elde edilen değerler ile karşılaştırılmışdır.

### 3.7. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi Ölçümleri

Bir atomun iç yörünge elektronlarının uyarılması sonucu oluşan boşluğun, üst kabuklardan gelen elektronlar tarafından doldurulması sonucu, karakteristik x-ışını yayınlanmaktadır. Yayınlanan x-ışınlarının enerjilerinin ölçülmeleri sayesinde, numune içerisindeki elementlerin tespiti mümkündür. Yüzeyden elde edilen Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) ölçümleriyle, yüzeyin farklı noktalarının kimyasal olarak homojenliği kıyaslanabilmektedir. EDX ölçümleri için, Karadeniz Teknik Üniversitesi'ne ait Bruker AXS marka, Spectra EDX spektroskopisi kullanılmıştır.

### 3.8. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçümleri

Kristal büyütme sonrası yüzeyin mikroyapısını incelemek amacıyla numunelerin 4000, 10000 ve 15000 büyütme ile yüzey görüntüleri alınmıştır. Hazırlanan ince film yüzeyindeki tanecik büyüklükleri ve filmlerde çatlak meydana gelip gelmediği, Karadeniz Teknik Üniversitesi'ne ait Zeiss marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yardımıyla kontrol edilmiştir.

### 3.9. Atomik Kuvvet Mikroskobu Ölçümleri

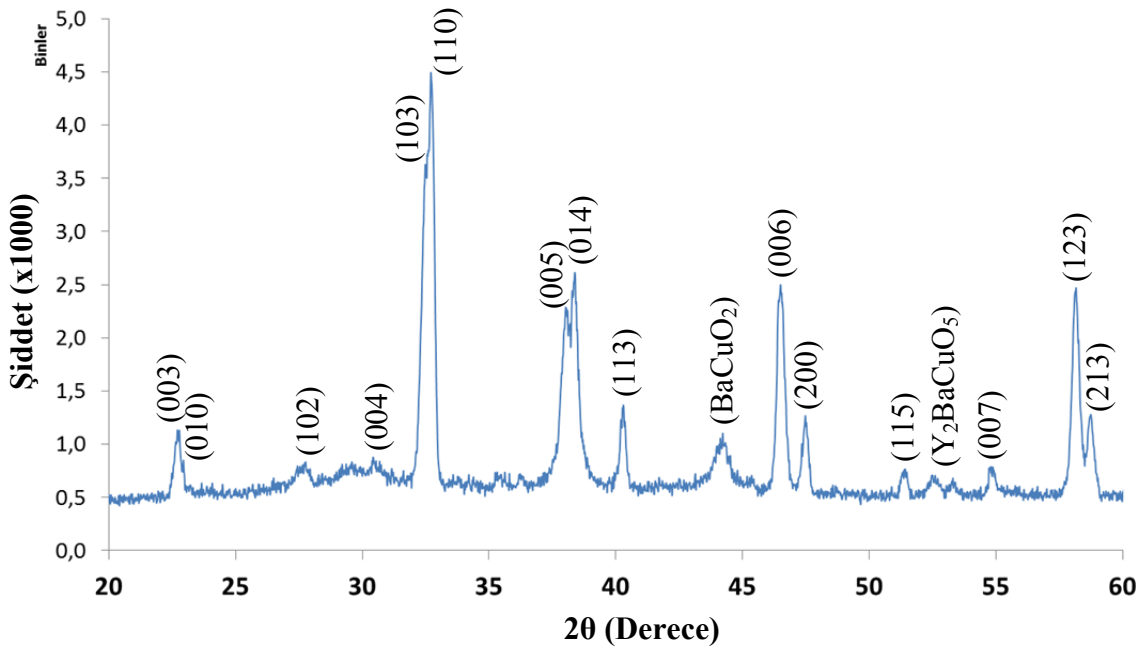
Büyütülen ince filmlerin 10μm × 10μm boyutlarındaki yüzeyinin 3 boyutlu görüntüleri ve yüzey pürüzlülükleri "Nanomagnetics Instruments" şirketine ait, 20 bit çözünürlüklü 56 μm XY düzlemi tarayabilen Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) yardımıyla incelenmiştir.

# 4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

## 4.1. XRD Analizleri

### 4.1.1. YBCO hedef tablet

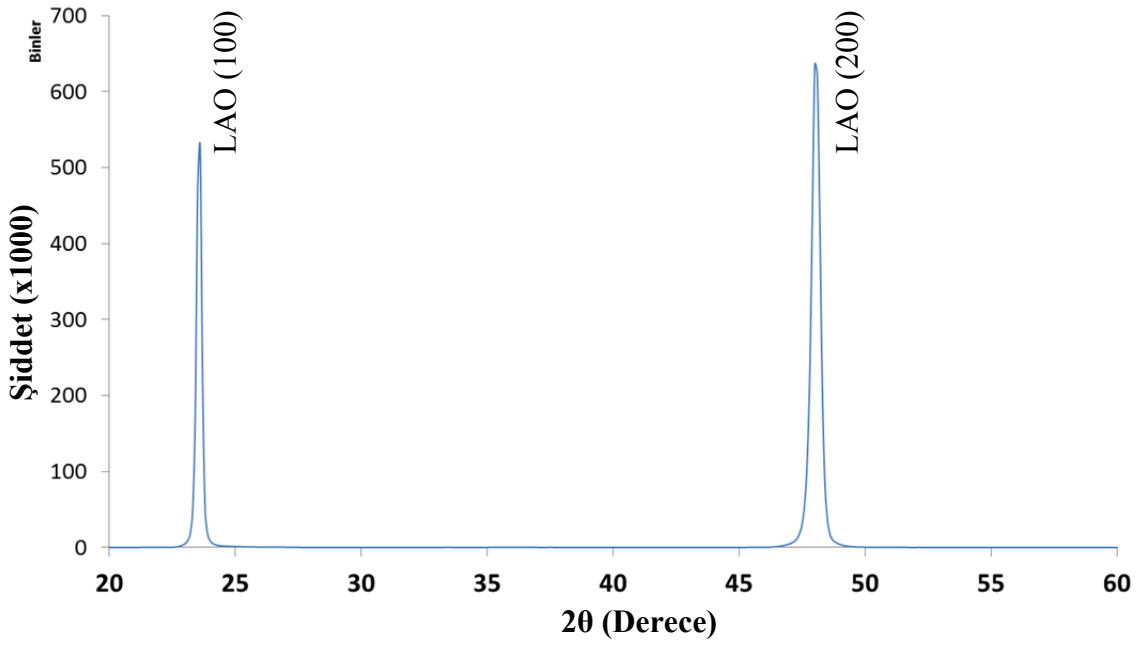
Şekil 4.1'de, hazırlanan YBCO hedef tabletin tavlanması sonucu elde edilen x-ışını kırımını deseni verilmektedir. International Centre for Diffraction Data (ICDD) veri tabanında yapılan incelemeler sonucu, "01-079-0495" girdi numaralı ve a=3,827 Å, b=3,890 Å, c=11,718 Å örgü parametrelerine sahip, ortorombik YBCO için hesaplanmış x-ışını kırımını pikleri ile karşılaştırmalar yapılmıştır. Yapılan karşılaştırmalar sonucu YBCO hedef tablet içerisinde $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$'ya ait olmayan $BaCuO_2$ ve $Y_2BaCuO_5$ fazları (Akkaş 2006) tespit edilmiştir.



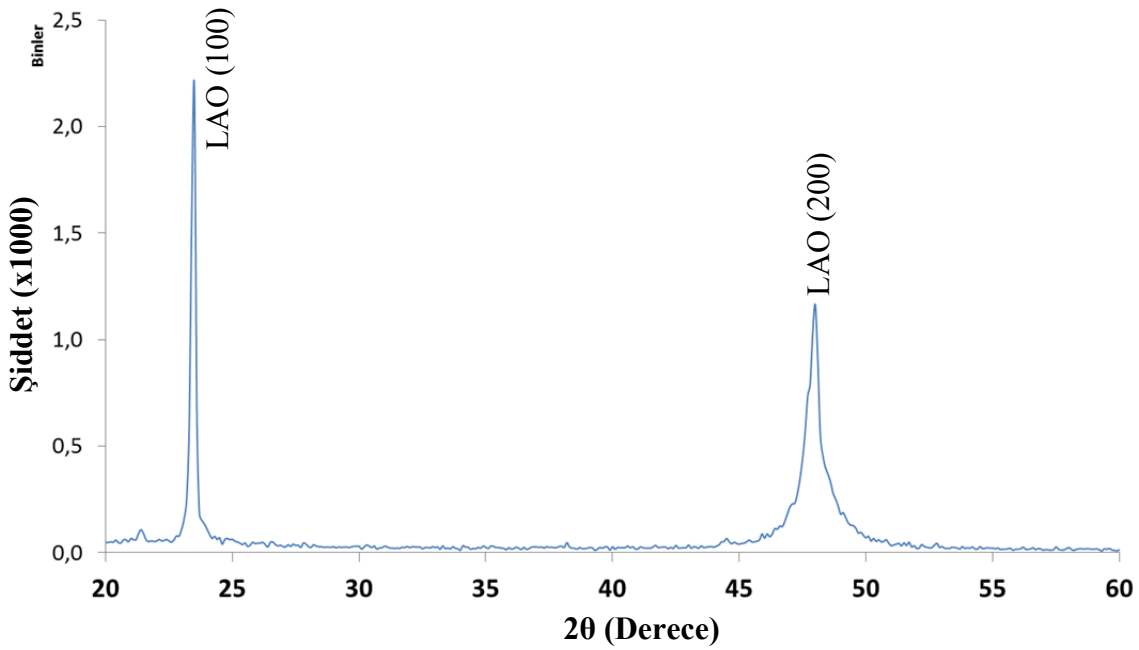

**Şekil 4.1.** YBCO hedef tabletin XRD deseni

### 4.1.2. Alttaşların temizlenmesi

LAO yüzeyi üzerinde bulunabilecek muhtemel kirlerin temizlenmesi amacıyla çeşitli yollar denenmiş ve sırasıyla aseton ve metanol ile 40'ar dakikalık ultrasonik temizleme işlemini takiben uygulanan, alttaş yüzeyi üzerinde 10 dakikalık deiyonize su akışının, kalıntıları ortadan kaldırdığı tespit edilmiştir. Uzun süreli ultrasonik temizleme işlemi sonucu, alttaş üzerinde ufak çatlaklar oluşabilmektedir. Kristal büyütme işleminde, alttaş yüksek sıcaklıklara çıktığından, ufak bir çatlak hazırlanacak filmin kesintisiz olarak elde edilmesini engelleyecektir. Bu nedenle temizlik sonrası alttaş dikkatlice incelenmeli ve bu sonuca göre platin plakaya yapıştırılmalıdır. Temizlenmiş ve temizlenmemiş LAO alttaşlarına ait XRD desenleri sırasıyla Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'de verilmiştir.



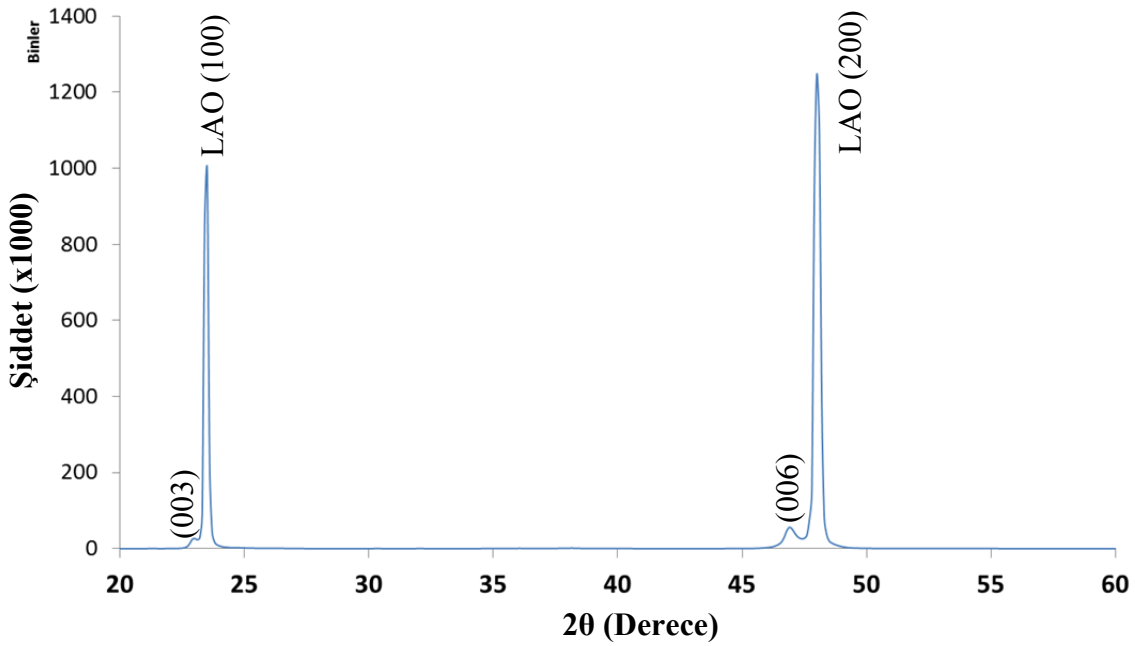

**Şekil 4.2.** Temizlenmiş LAO alttaşın XRD deseni



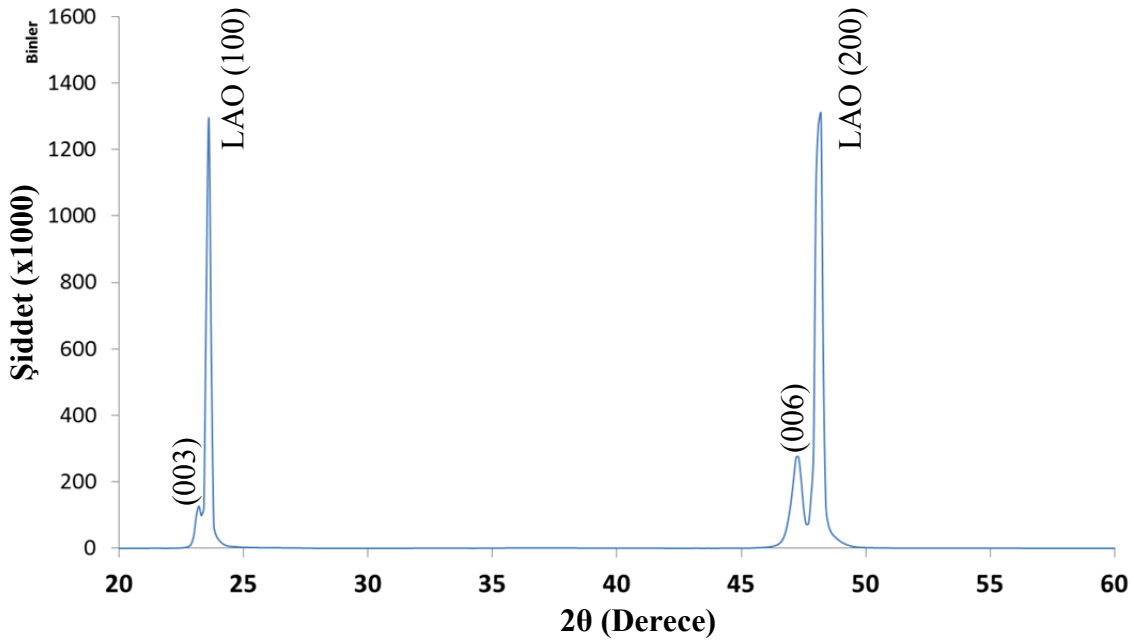

**Şekil 4.3.** Temizlenmemiş LAO alttaşın XRD deseni

### 4.1.3. Sıcaklık ve hedef–alttaş mesafesi tayini

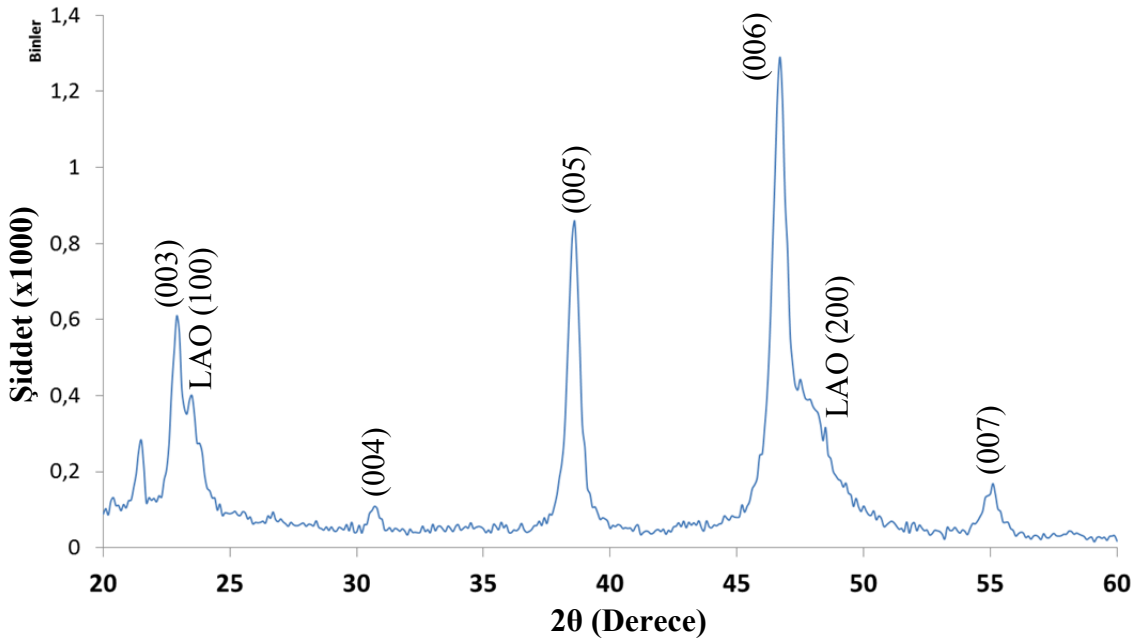
Karosel düzenek üzerindeki yükseklik çubukları sayesinde hedef-alttaş mesafesi minimum 5 cm olacak şekilde değiştirilebilmektedir. Bu mesafenin sabitlenebilmesi amacıyla kaplama basıncı 100 mTorr'a sabitlenerek, herhangi bir tavlama yapılmayacak şekilde, 1000°C'ye kadar 100°C'lik adımlarla, mesafeler düşürülerek deneyler yapılmış ve 7 ile 5 cm aralığı dışında sonuç elde edilememiştir. XRD desenindeki ilk YBCO pikleri 7 cm mesafe ve 800°C'de (003) ve (006) düzlemlerinden elde edilmiştir (Şekil 4.4). Aynı mesafede 900°C'de yapılan deneyler soncunda, aynı düzlemlerden daha şiddetli pikler elde edilmiştir (Şekil 4.5). Sıcaklığın 1000°C'ye çıkarılması ile YBCO'ya ait (004), (005) ve (007) düzlemlerinden pikler elde edilmiştir (Şekil 4.6). Elde edilen sonuçlar incelenmiş ve ileride yapılacak deneyler için sıcaklık 1000°C'de sabitlenmiştir.




**Şekil 4.4.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 800°C için XRD deseni

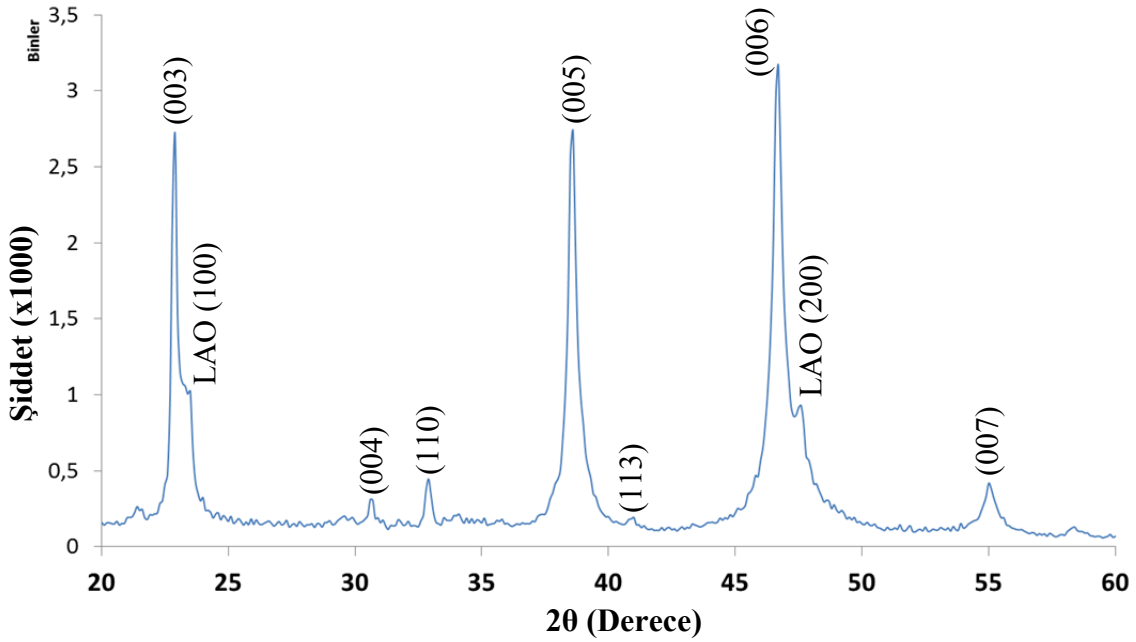



**Şekil 4.5.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 900°C için XRD deseni

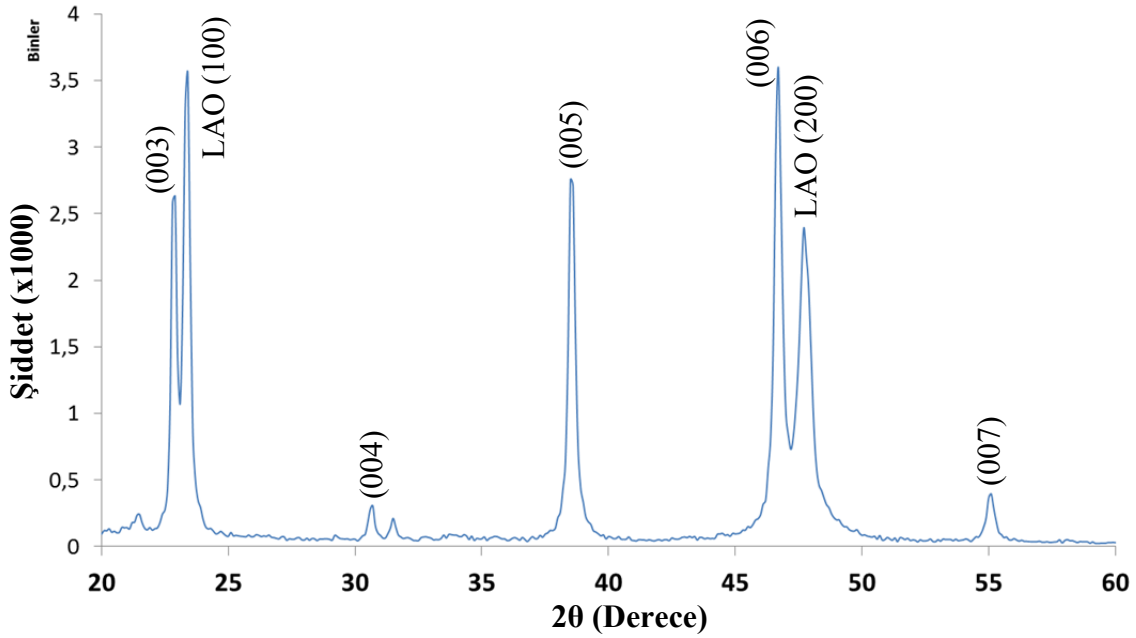



**Şekil 4.6.** Hedef-alttaş mesafesi 7 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni

Sıcaklığın 1000°C'ye sabitlenmesi sonrası hedef-alttaş mesafesinin optimizasyonu amacıyla, mesafe öncelikli olarak 6 cm'ye (Şekil 4.7) son olarak da 5 cm'ye indirilmiştir (Şekil 4.8).




**Şekil 4.7.** Hedef-alttaş mesafesi 6 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni



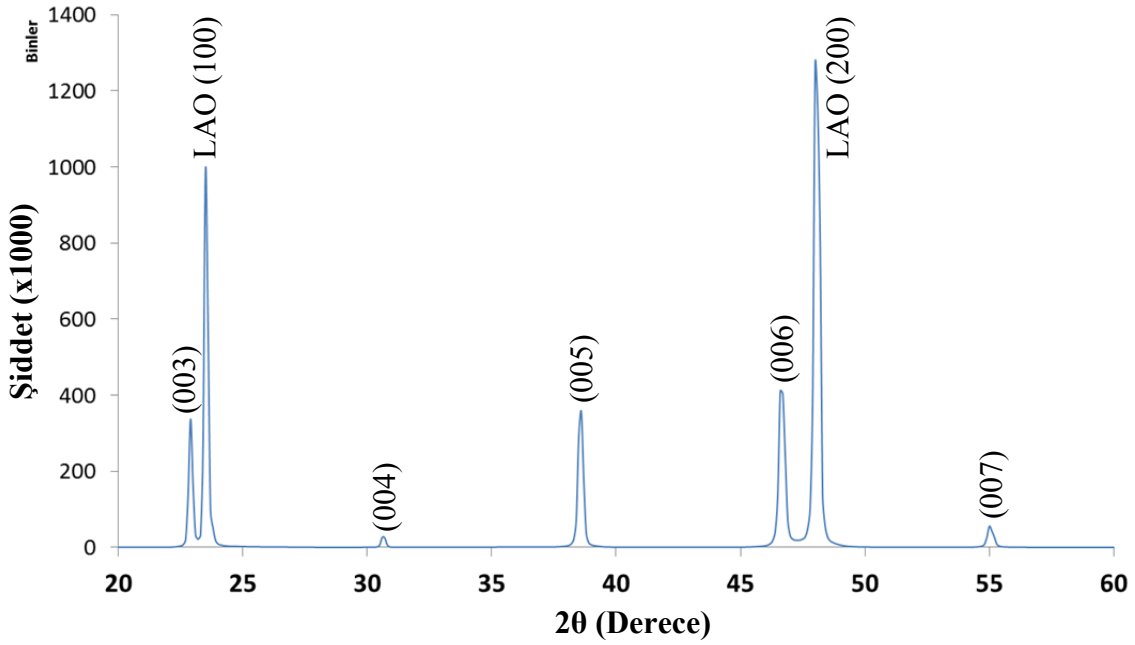

**Şekil 4.8.** Hedef-alttaş mesafesi 5 cm ve alttaş sıcaklığı 1000°C için XRD deseni

6 cm mesafede YBCO'ya ait (110) ve (113) düzlemlerinden pikler elde edilmiş ve 5 cm mesafede, önceki deneylere kıyasla daha yüksek kristallik elde edilmiştir (Şekil 4.8). Bu veriler doğrultusunda, hedef-alttaş mesafesi daha sonra yapılacak deneyler için 5 cm olarak sabitlenmiştir.

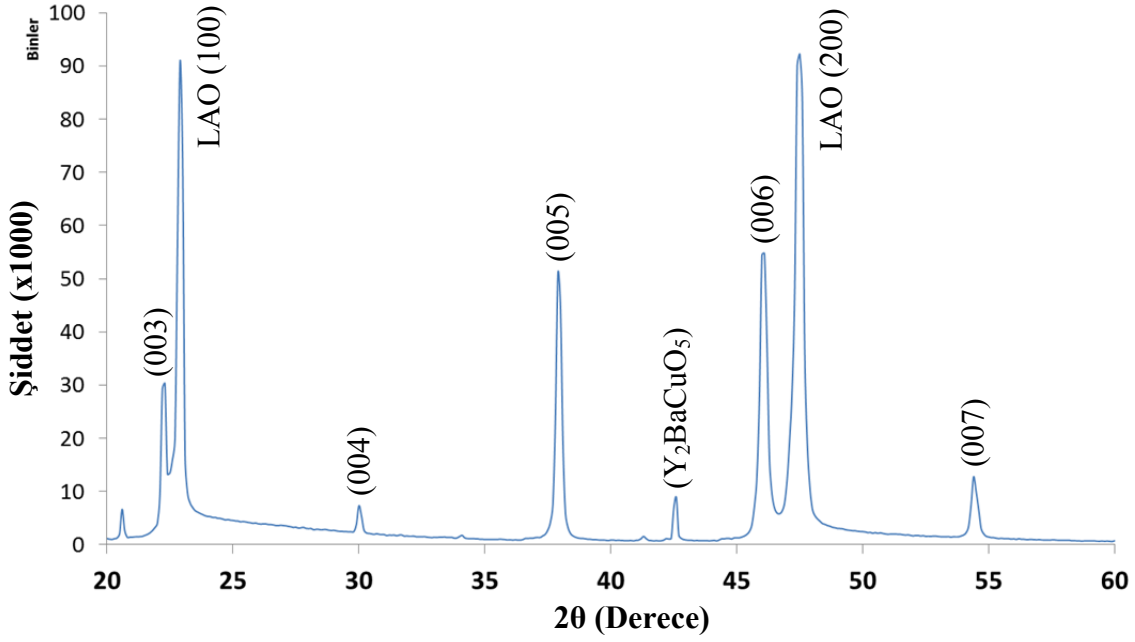
### 4.1.4. Basınç aralığı tayini

Büyütme basıncı için, plazma bulutunun değişik basınçlardaki yapısı incelenmiş ve 150-250 mTorr basınç aralığında, 50 mTorr'luk adımlar kullanılarak deneyler yapılmıştır.

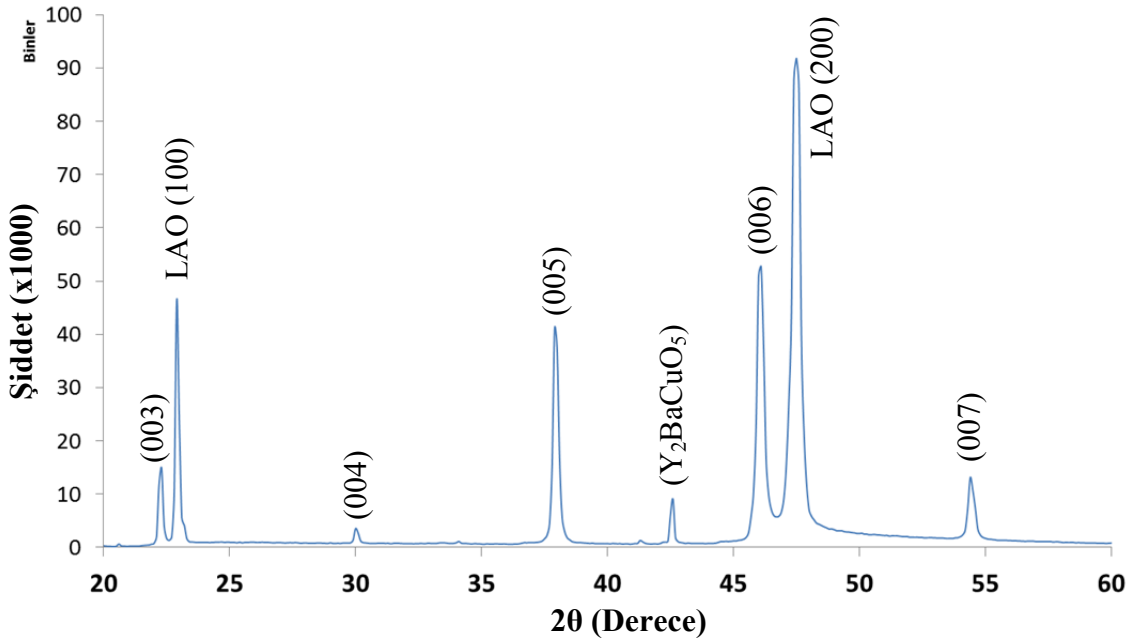
Hazırlanan numunelerden elde edilen XRD desenleri 150 mTorr için Şekil 4.9'da, 200 mTorr için Şekil 4.10'da, 250 mTorr için Şekil 4.11'de ve 200 mTorr'da yapılan kristal büyütme işlemi sırasında, oksijen akışının kesilmesi sonucu elde edilen numunenin ($O_2$*) XRD deseni ise Şekil 4.12'de verilmiştir. Elde edilen XRD desenleri incelendiğinde, alttaştan gelen LAO (100) ve LAO (200) pikleri haricinde, YBCO'ya ait olan, *(00l)* yönelimine sahip güçlü piklerin gözlenmesi, YBCO ince filmlerinin c-eksenli olduğunu göstermektedir.



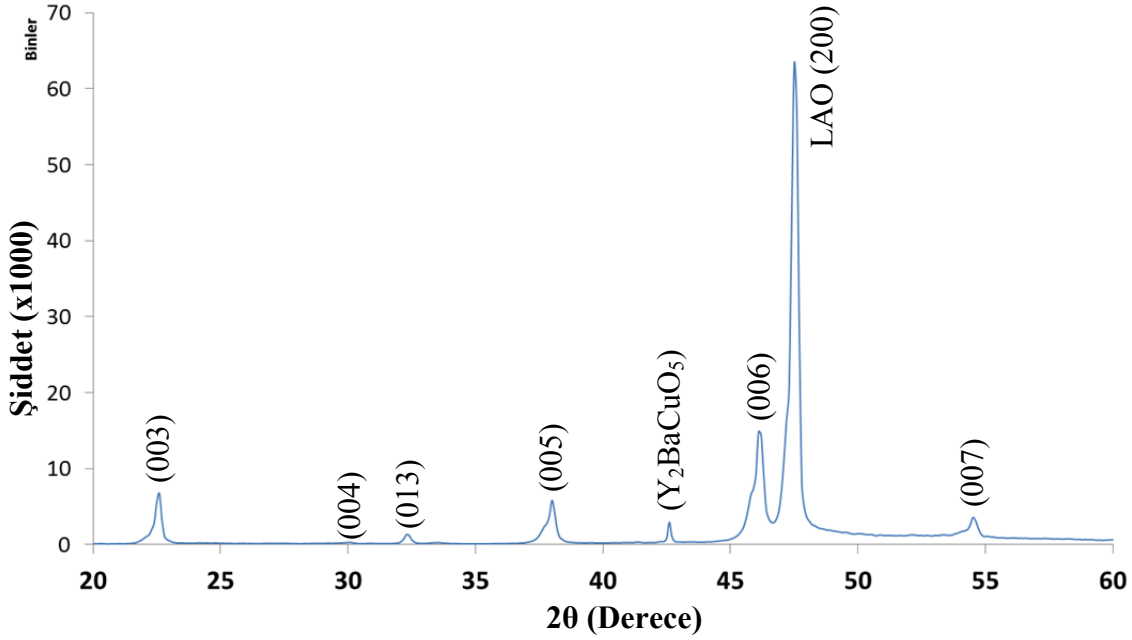

**Şekil 4.9.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 150 mTorr için XRD deseni




**Şekil 4.10.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 200 mTorr için XRD deseni




**Şekil 4.11.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 250 mTorr için XRD deseni




**Şekil 4.12.** Kristal büyütme sıcaklığı 1000°C, numune alttaş mesafesi 5 cm ve büyütme basıncı 200 mTorr ($O_2$*) için XRD deseni

Büyütülen ince filmlerin (003), (005) ve (006) pik oranları hazırlanan numuneler için Çizelge 4.1'de verilmiştir.

**Çizelge 4.1.** Numunelerin I(003) : I(005) : I(006) pik şiddetleri oranları

| | |
|---|---|
| 150 mTorr | 1 : 1,06 : 1,22 |
| 200 mTorr | 1 : 1,68 : 1,81 |
| 250 mTorr | 1 : 2,76 : 3,55 |
| 200 mTorr ($O_2$*) | 1 : 0,87 : 2,21 |

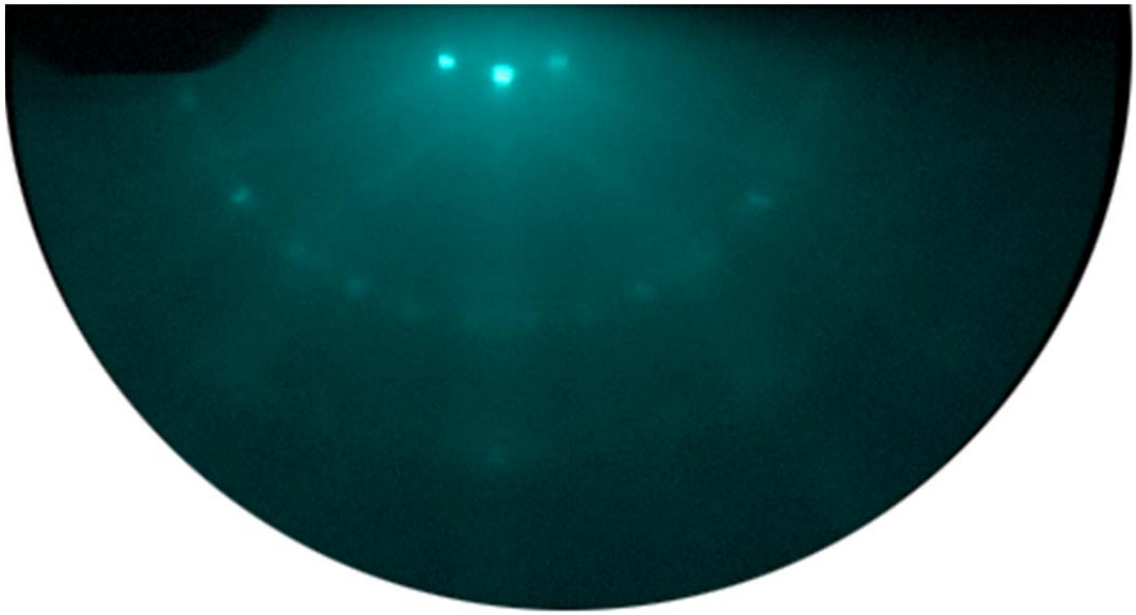
Lee ve ekibi yaptıkları tarama sonucu I(003) : I(005) : I(006) = 1 : 1,36 : 1,81 oranında tam oksidasyona ulaşıldığını belirtmişlerdir (Lee *et al.* 2007). Bu orana en yakın değer 200 mTorr'da hazırlanan numuneye aittir. 200 mTorr ve 250 mTorr'da hazırlanan numunelerde 42,5° civarında $Y_2BaCuO_5$'e ait pikler dikkat çekmektedir.

## 4.2. RHEED Analizleri

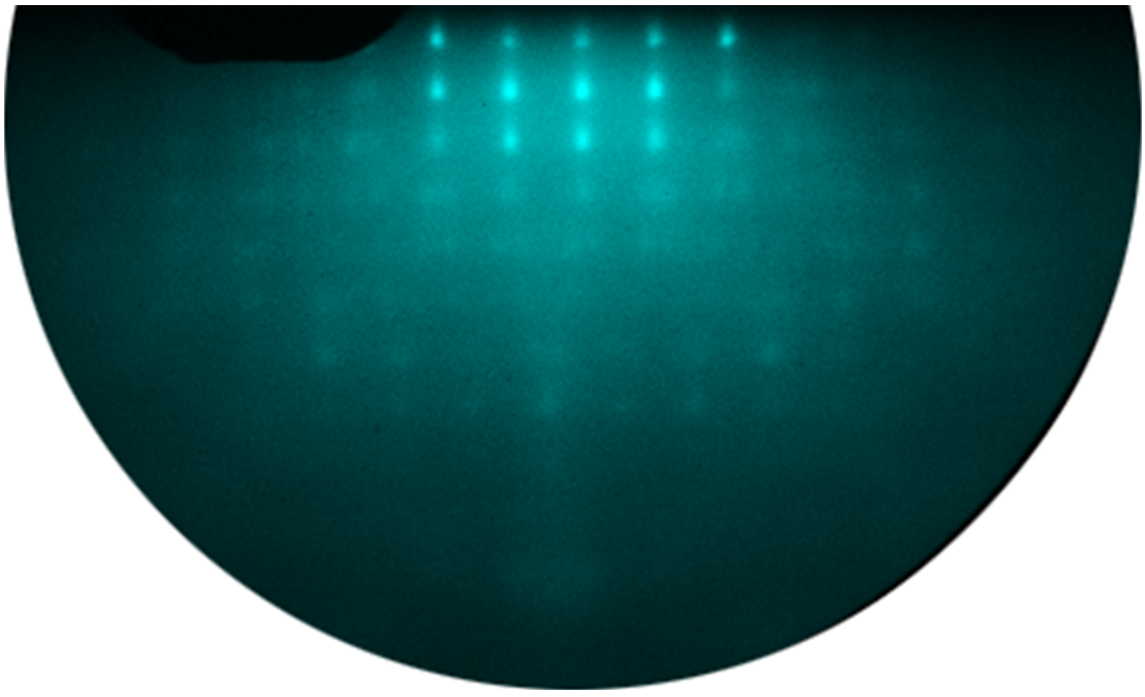
Kristal büyütme işlemi sırasında bilgisayar yazılım ile alınacak RHEED osilasyonu, çıkılan yüksek sıcaklık nedeniyle yazılımın yansıma noktasına kilitlenememesi sonucu alınamamıştır.

Başarılı sonuç elde edilen 150-250 mTorr basınç değerlerinde büyütülen numuneler için elde edilen RHEED desenleri ile LAO alttaştan kristal büyütme öncesi elde edilen RHEED deseni, numunelerin sıcaklıkları oda sıcaklığına düşürüldükten sonra, tavlama yapılan basınçta alınmıştır.

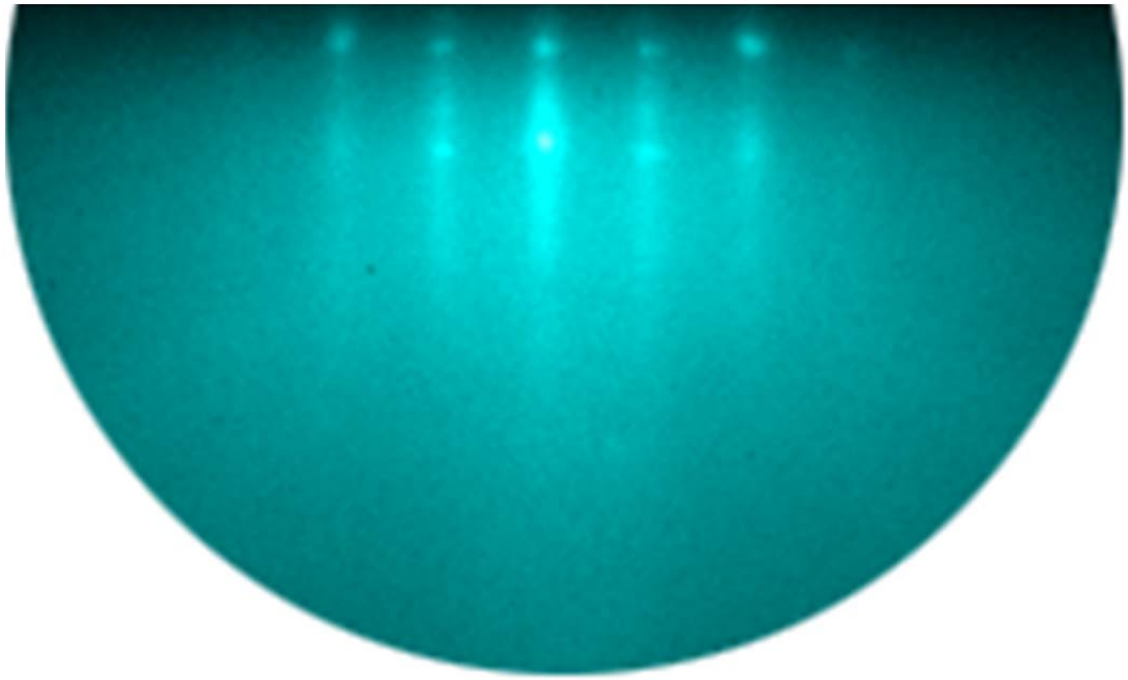
Elde edilen RHEED desenleri LAO alttaş için Şekil 4.13'de, 150 mTorr'da büyütülen YBCO tek kristali için Şekil 4.14'de, 200 mTorr'da büyütülen YBCO tek kristali için Şekil 4.15'de ve 250 mTorr'da büyütülen YBCO tek kristali için Şekil 4.16'de verilmektedir.



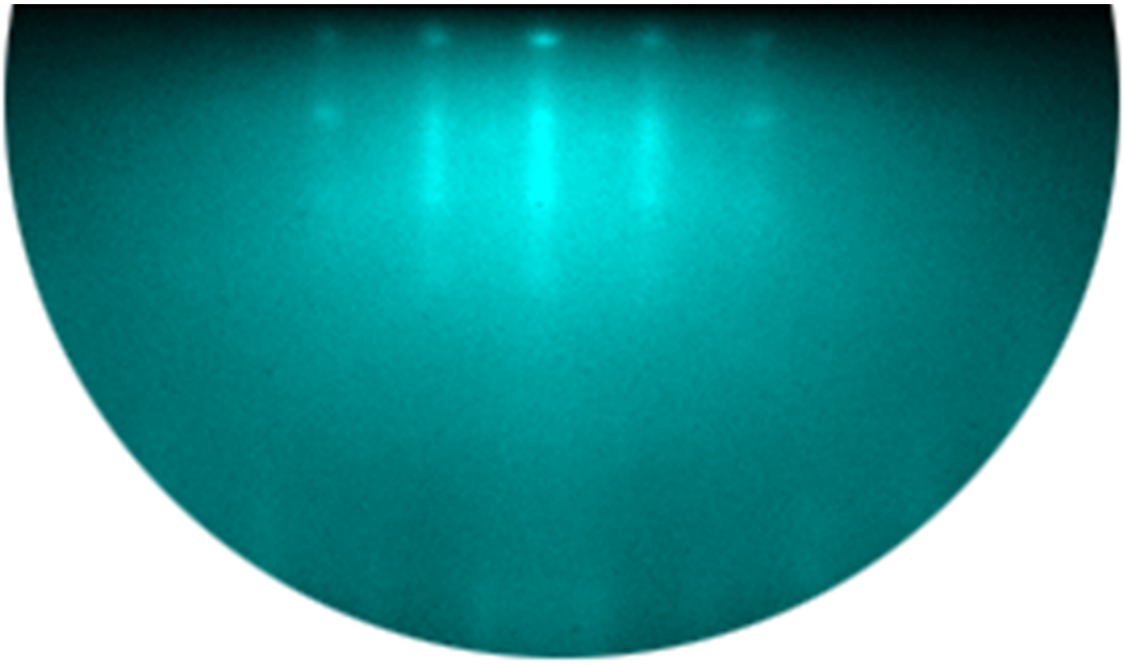
**Şekil 4.13.** LAO alttaşın RHEED görüntüsü



**Şekil 4.14.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki RHEED deseni



**Şekil 4.15.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki RHEED deseni

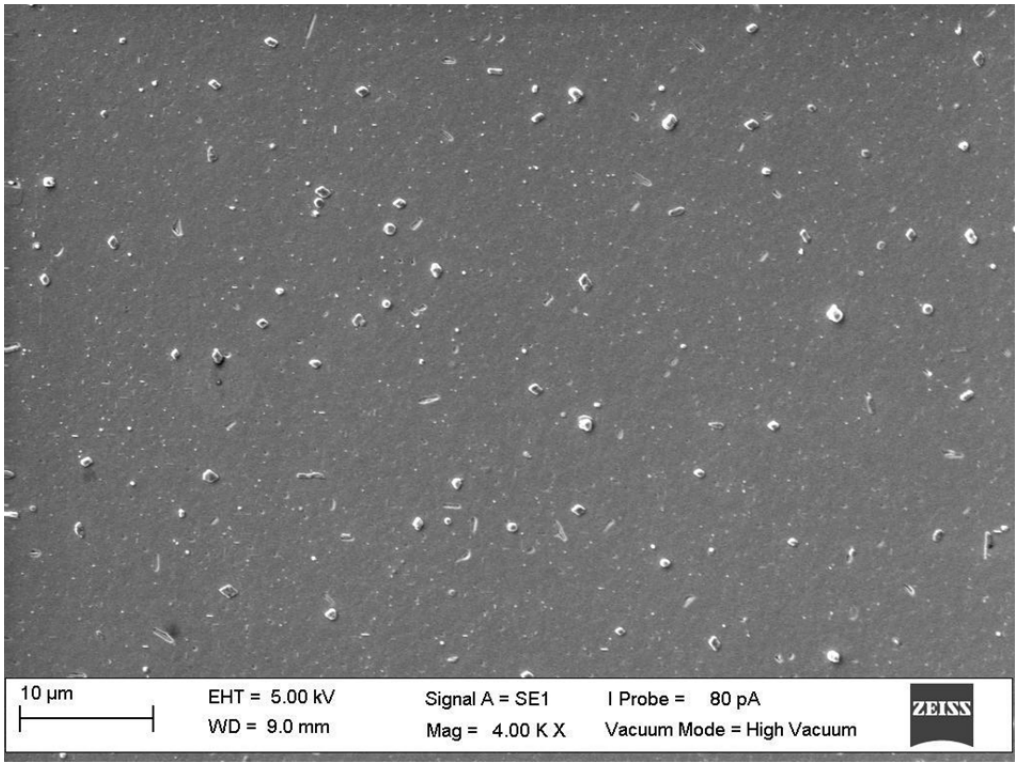


**Şekil 4.16.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki RHEED deseni

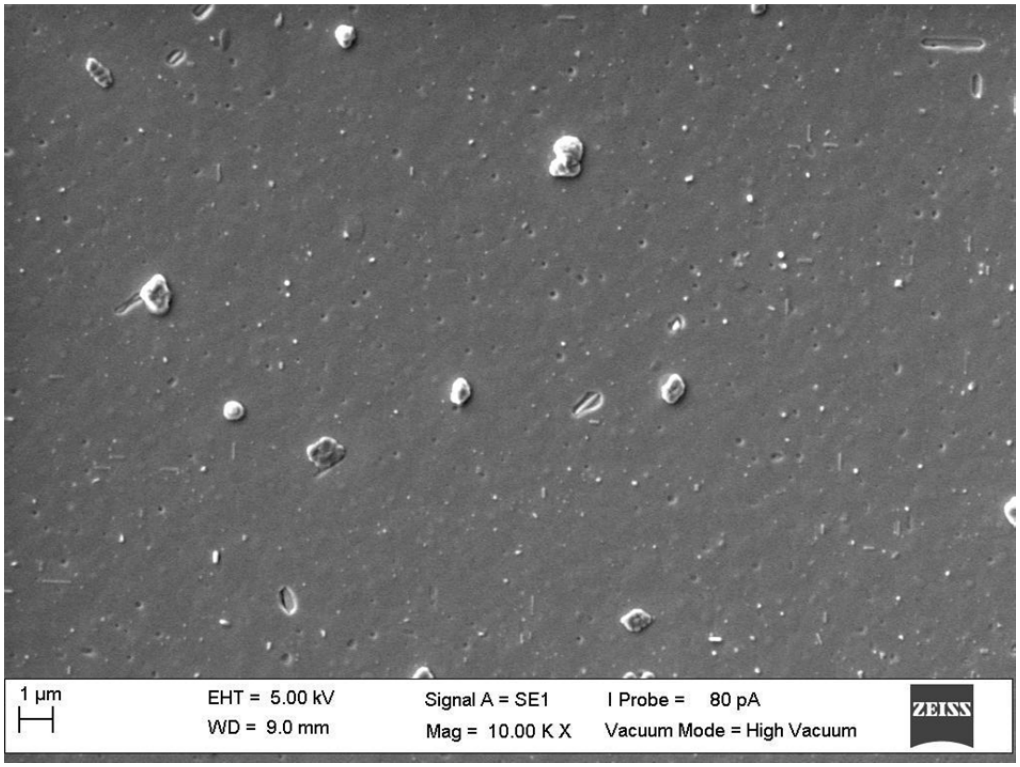
## 4.3. SEM Analizleri

Hazırlanan ince filmlerin yüzey morfolojileri SEM yardımıyla incelenmiştir. Elde edilen numunelerin hiçbirinde soğutma sırasında, alttaş ve YBCO ince filmin termal genleşme katsayıları farkı nedeniyle oluşmuş çatlak gözlemlenmemiştir. Bu durum seçilen 10°C/dk'lık soğutma hızının yeterli olduğunu göstermektedir.

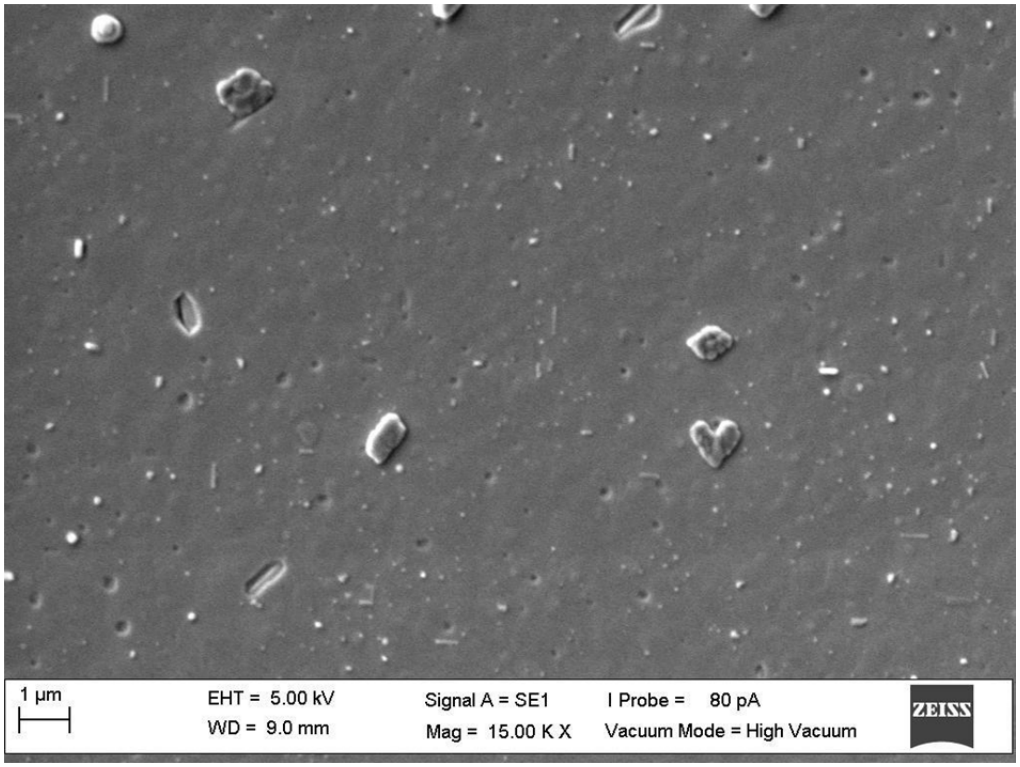
PLD sisteminin doğasından kaynaklanan damlacıklar hazırlanan numune yüzeylerinin tümünde görülmekte olmasına rağmen, bu parçacıklar 1 μm'den büyük değildirler. Numuneler incelendiğinde farklı taban basınçlarında büyütülen kristal yüzeyler için ciddi bir farklılık görülmemektedir. Sırasıyla 4000, 10000 ve 15000 büyütme ile elde edilen SEM görüntüleri, 150 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.17-4.19'de, 200 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.20-4.22'de, 250 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.23-4.25'de ve 200 mTorr'da oksijen eksikliğinde hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.26-4.28'da verilmektedir.



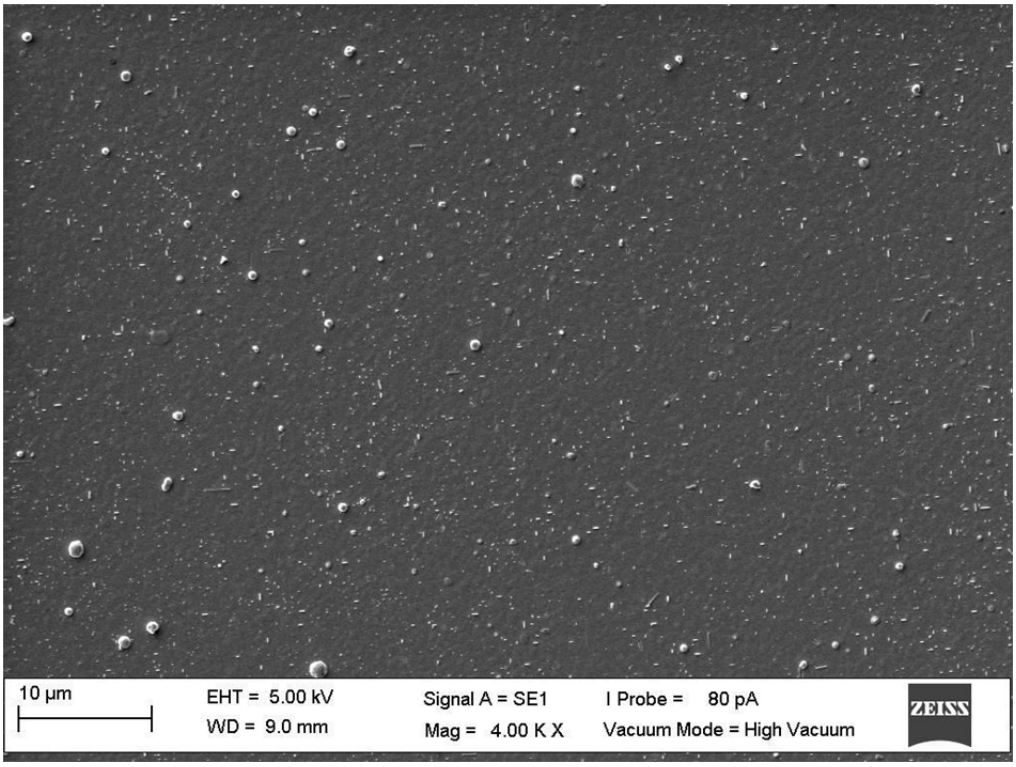

**Şekil 4.17.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü



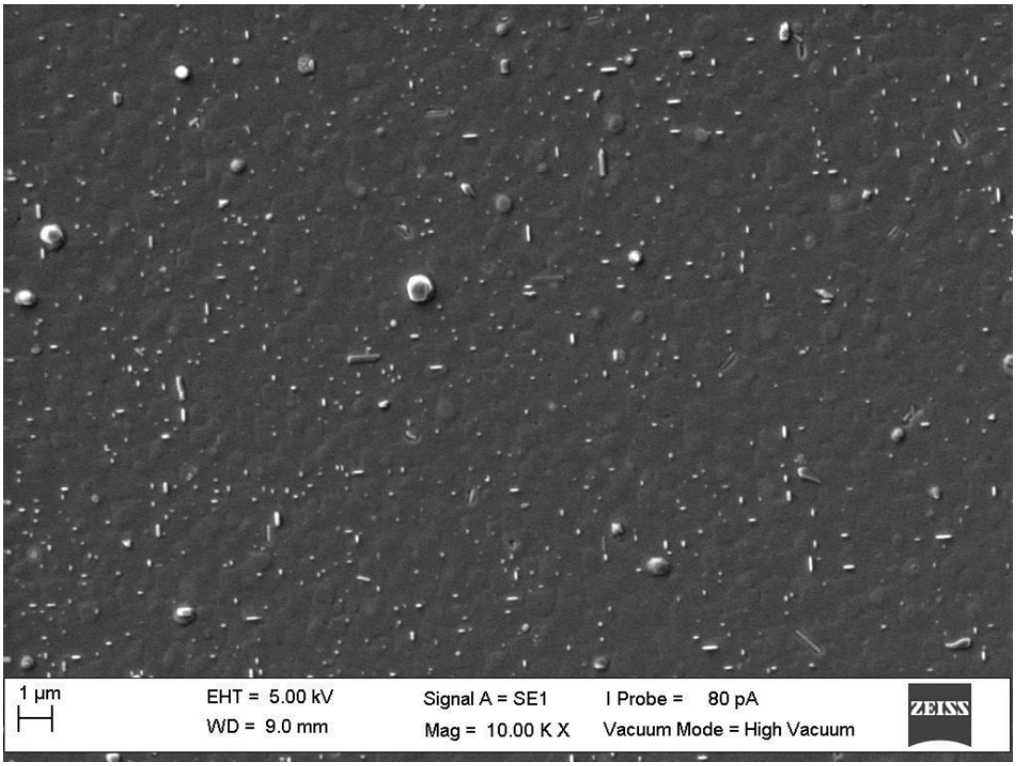

**Şekil 4.18.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü



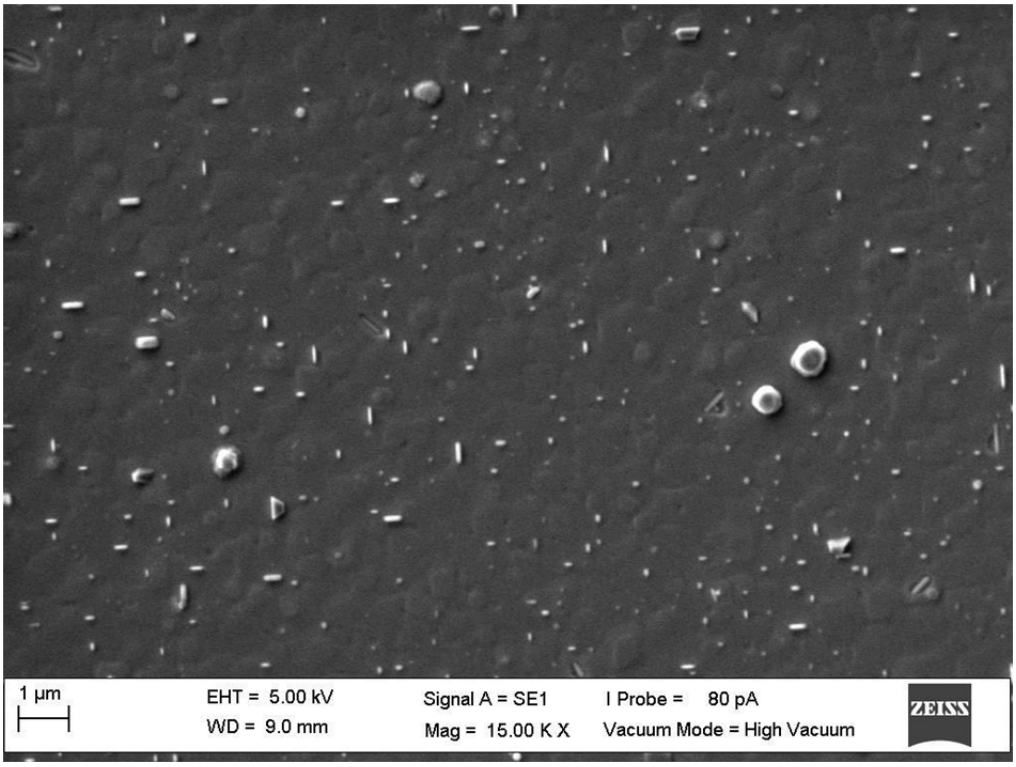

**Şekil 4.19.** YBCO'nun 150 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü



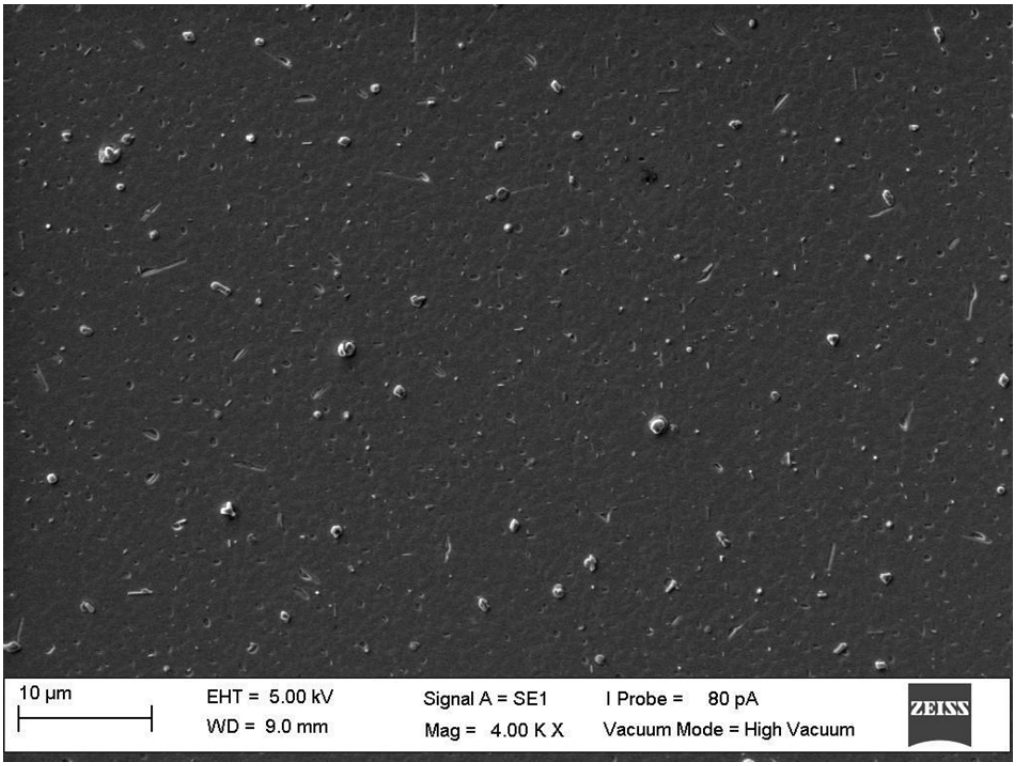

**Şekil 4.20.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü



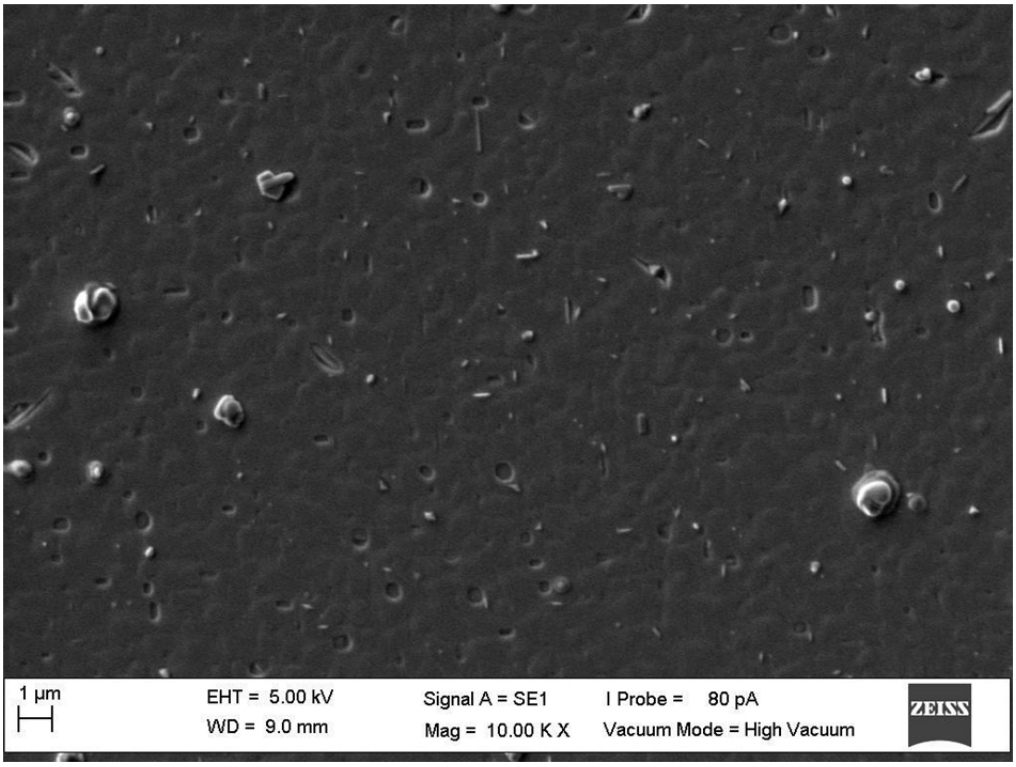

**Şekil 4.21.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü



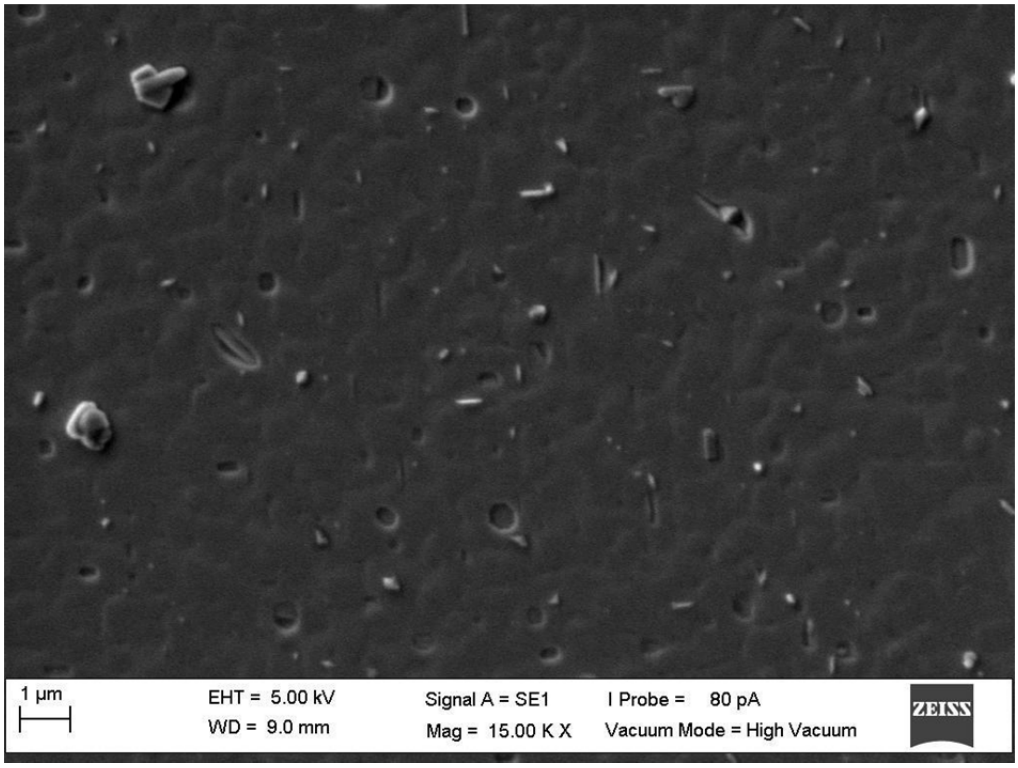

**Şekil 4.22.** YBCO'nun 200 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü



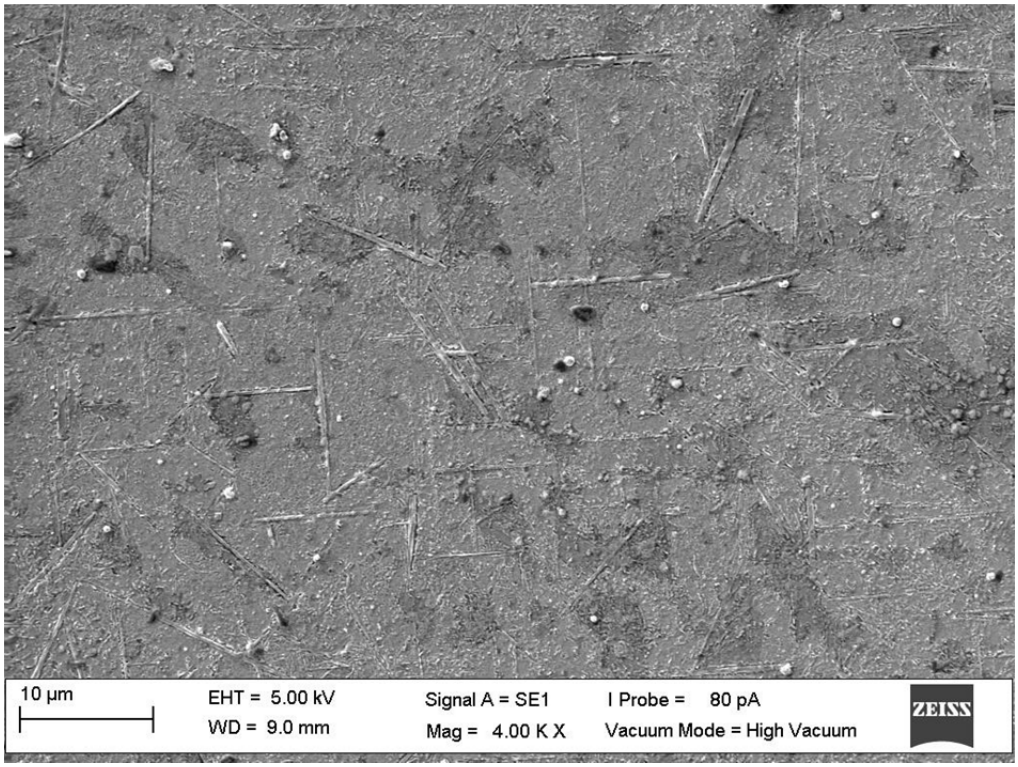

**Şekil 4.23.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü



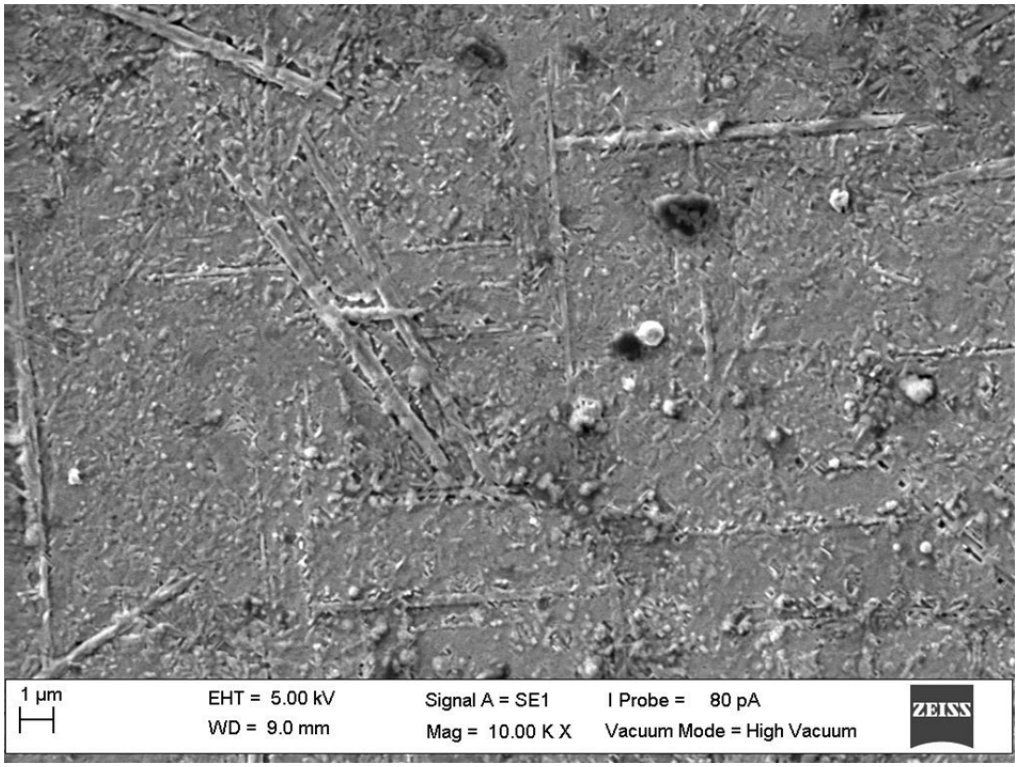

**Şekil 4.24.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü



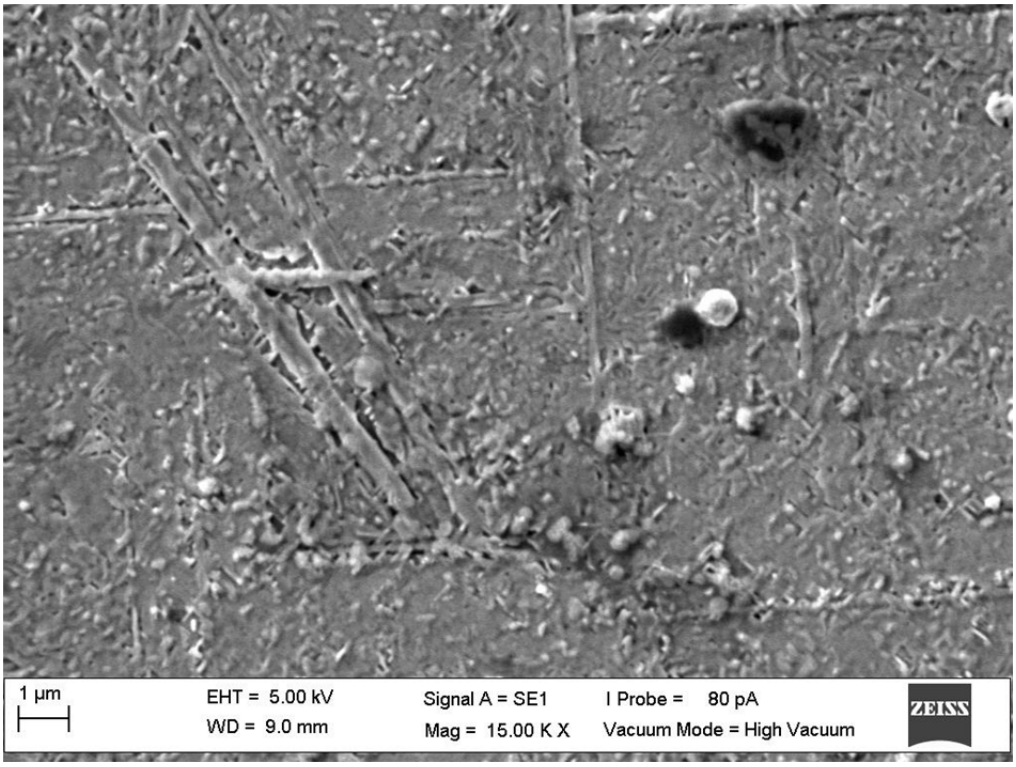

**Şekil 4.25.** YBCO'nun 250 mTorr basınçtaki ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü




**Şekil 4.26.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve 4000 büyütmeli SEM görüntüsü




**Şekil 4.27.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve 10000 büyütmeli SEM görüntüsü




**Şekil 4.28.** YBCO'nun 200 mTorr basınçta ($O_2$*) ve 15000 büyütmeli SEM görüntüsü

Oksijen eksikliği sonucu oluşan yüzeyin diğer yüzeyler ile kıyaslanamayacak kadar pürüzlü olduğu aşikârdır. Bu yüzey dikkatle incelendiğinde, çubukların büyük kısmının aynı doğrultularda olduğu dikkat çekmektedir. Bu çubuklardan paralel olanların yönelimlerinin a veya b doğrultularında olduğu düşünülmektedir.

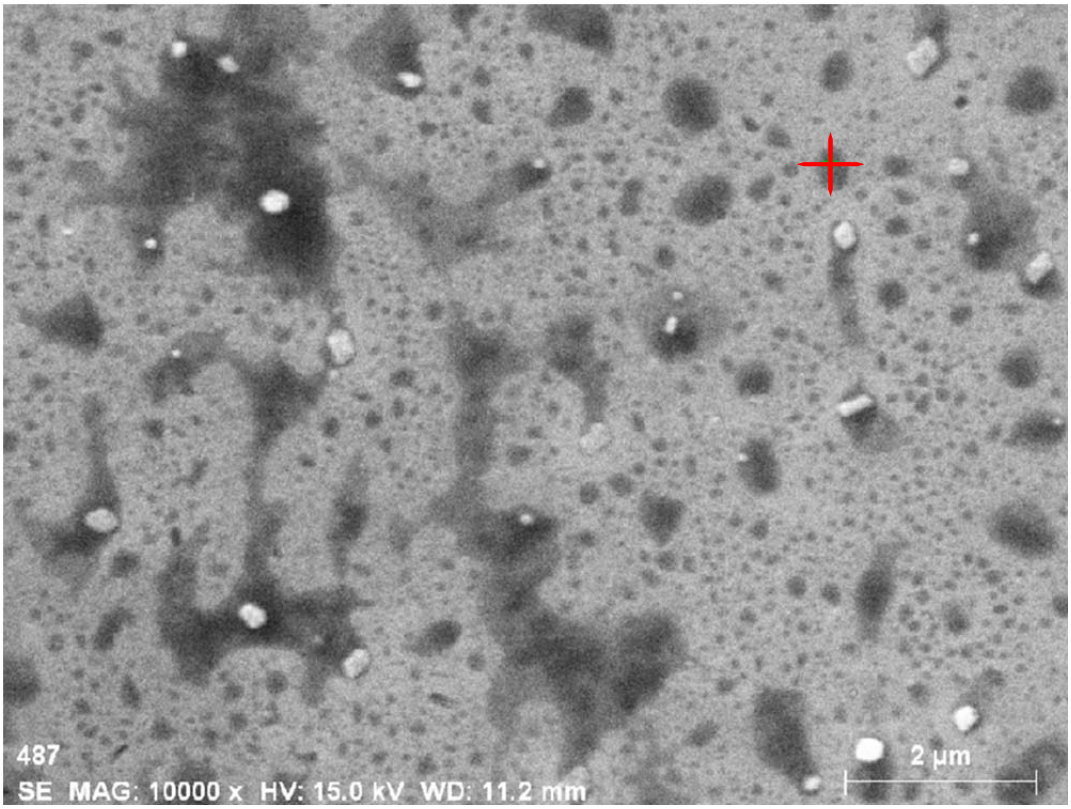
## 4.4. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi

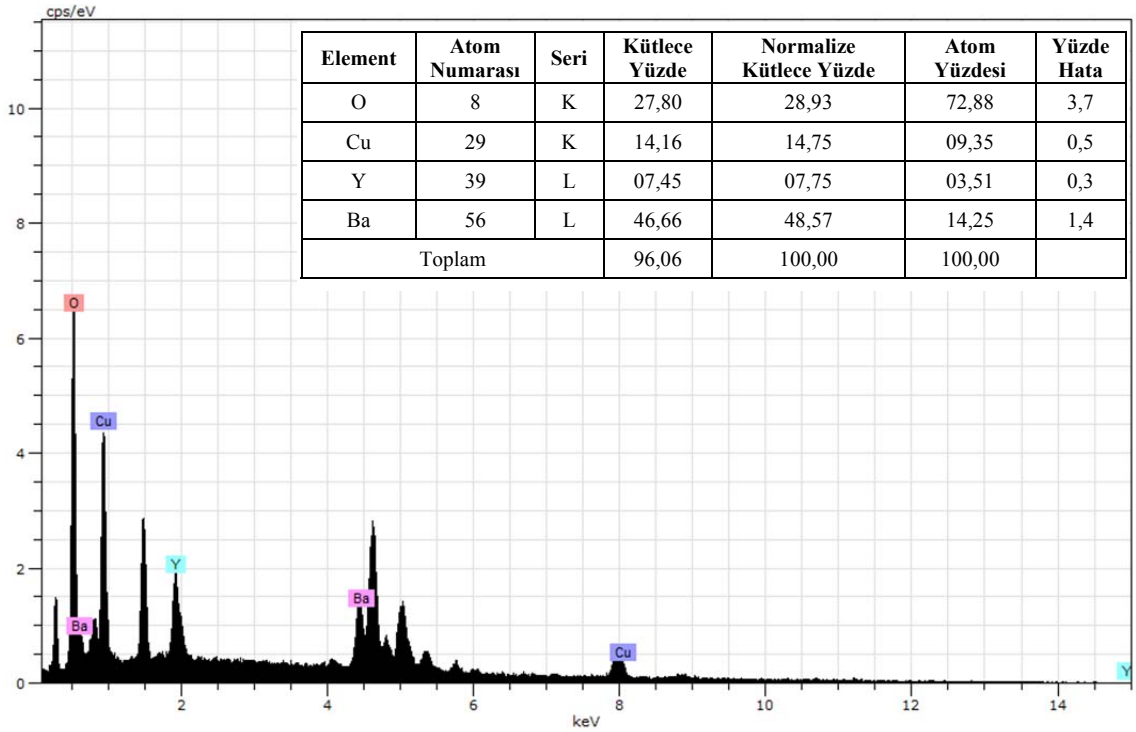
Hazırlanan numuneleri Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) Spektrometresi yardımıyla x-ışını spektrumları alınarak, yüzeyde görünen farklı noktaların yapısı homojenlik açısından değerlendirilmiştir.

SEM görüntülerinde EDX'in alındığı bölgeler ve EDX spektrumları; 150 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.29 ve Şekil 4.30'da, 200 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.31-4.33'de ve 250 mTorr'da hazırlanan ince film yüzeyi için Şekil 4.34 ve Şekil 4.35'de gösterilmektedir.

Hazırlanan numunelerin farklı noktalarından elde edilen element analiz sonuçları incelenen numunelerin homojen olduğunu açıkça göstermektedir. 200 mTorr'da büyütülen numune için EDX sonuçlarına göre, sırasıyla Cu, Y ve Ba için atomik yüzdeler; düz yüzey için (Şekil 4.31) 9,35, 3,37, 13,95, çukur bölge için (Şekil 4.32) 7,56, 3,83, 12,00 ve yüzeydeki parçacık için (Şekil 4.33) 9,66, 3,17, 11,93 olarak elde edilmiştir. Bu sonuçlardan da görüleceği üzere atomik yüzdeler birbirine yakındır. Sırasıyla 150, 200 ve 250 mTorr'da büyütülen numunelerin düz yüzeylerinden elde edilen EDX sonuçlarına göre, sırasıyla atomik yüzdeler Cu için; 9,27, 9,35 ve 8,78, Y için 3,46, 3,37 ve 3,97 ve Ba için; 13,15, 13,95 ve 11,60 olarak bulunmuştur.

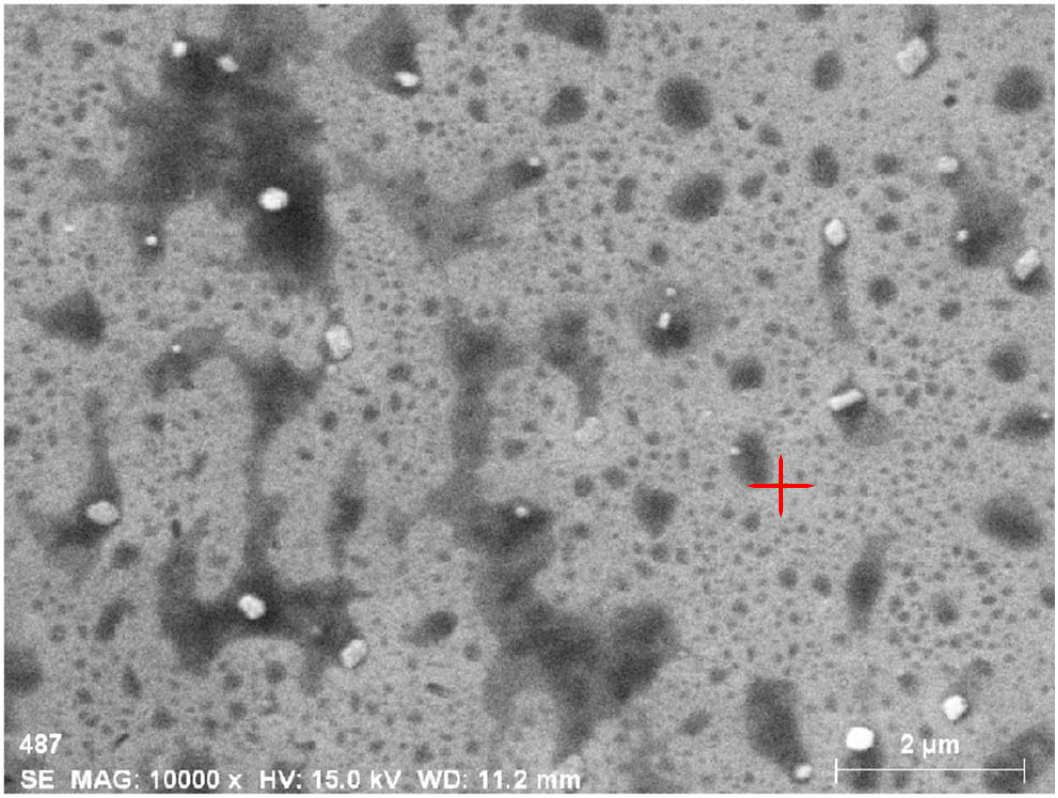
Bu sonuçlardan, basınç 200 mTorr'u aşınca atomik yüzdelerin belirgin bir şekilde değiştiği ve stokiyometrinin bozulduğu açıkça görülmektedir. 200 mTorr'da tepe, çukur ve düz yüzeyler için atomik yüzdelerin yaklaşık olarak aynı kaldığı anlaşılmaktadır.



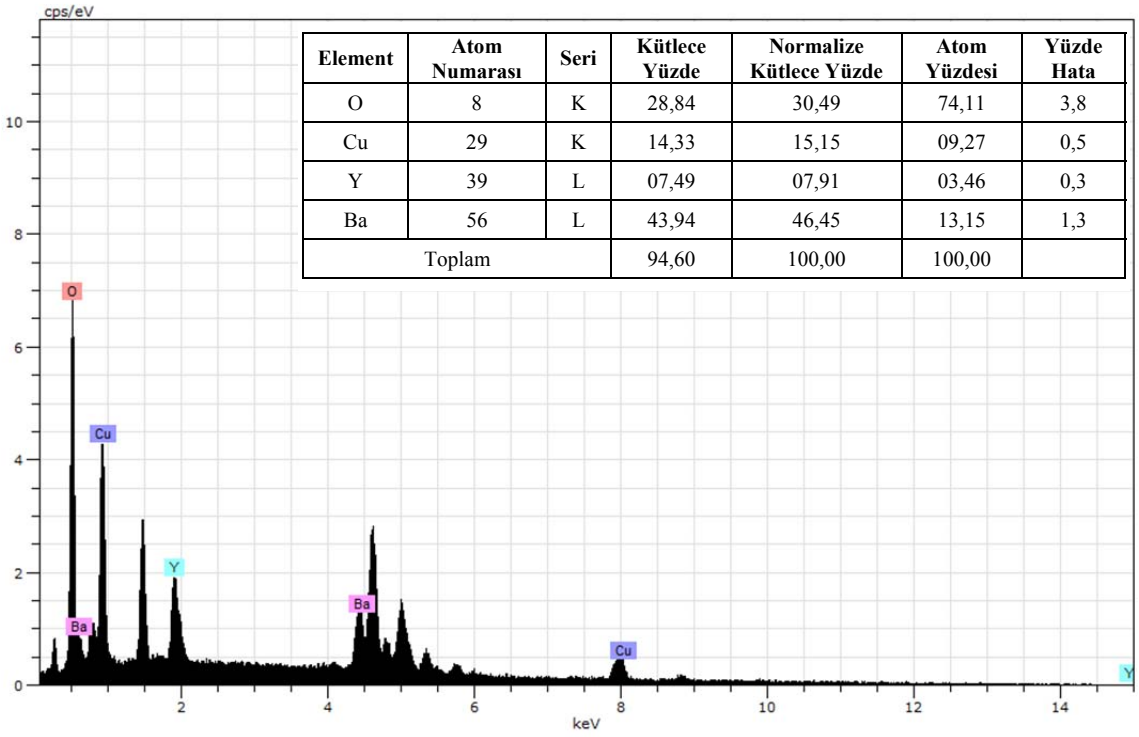




| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 27,80 | 28,93 | 72,88 | 3,7 |
| Cu | 29 | K | 14,16 | 14,75 | 09,35 | 0,5 |
| Y | 39 | L | 07,45 | 07,75 | 03,51 | 0,3 |
| Ba | 56 | L | 46,66 | 48,57 | 14,25 | 1,4 |
| Toplam | | | 96,06 | 100,00 | 100,00 | |

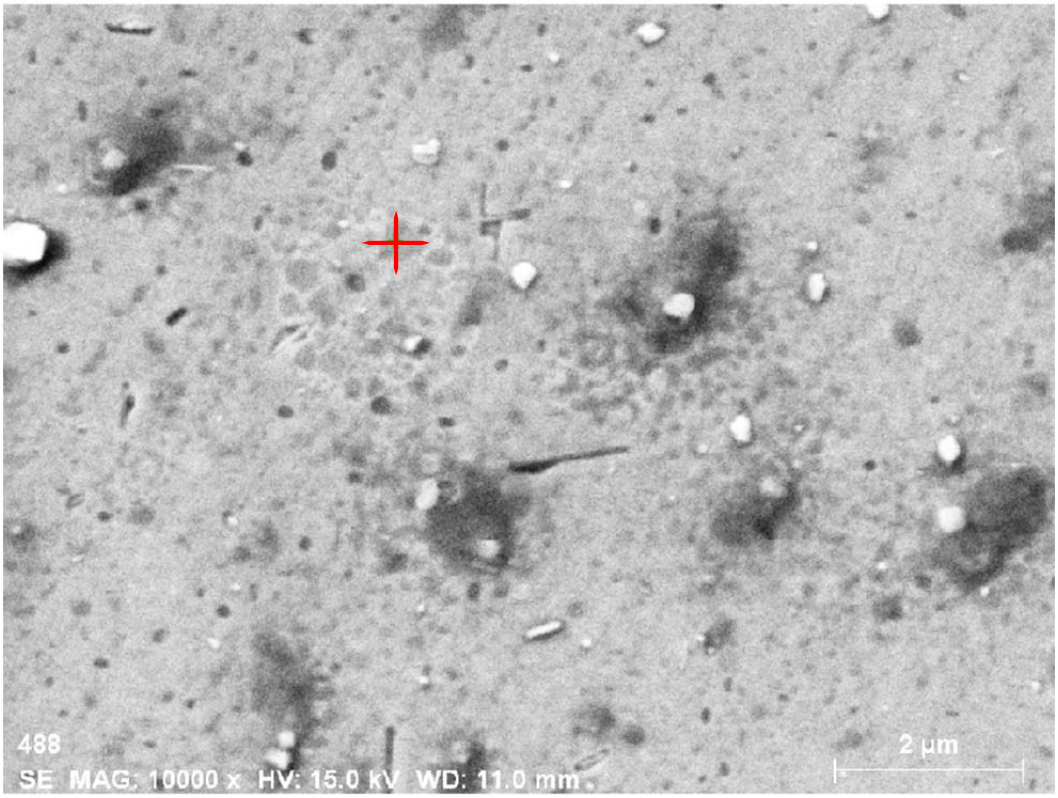
**Şekil 4.29.** 150 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

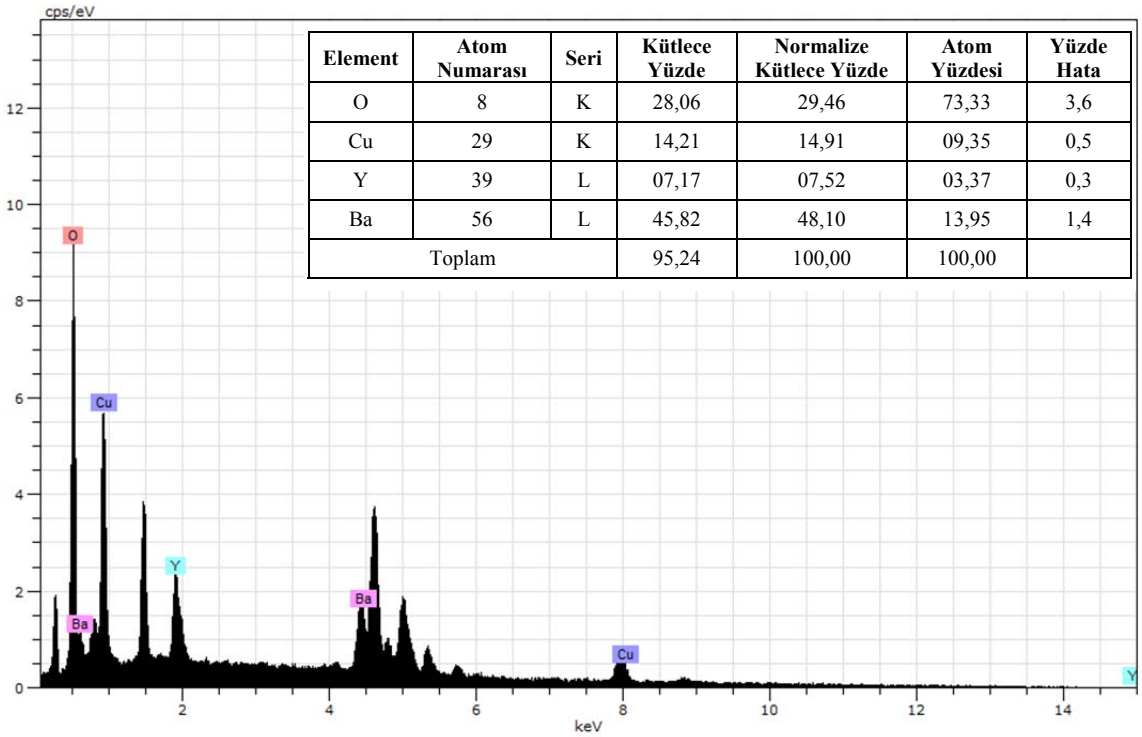



| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 28,84 | 30,49 | 74,11 | 3,8 |
| Cu | 29 | K | 14,33 | 15,15 | 09,27 | 0,5 |
| Y | 39 | L | 07,49 | 07,91 | 03,46 | 0,3 |
| Ba | 56 | L | 43,94 | 46,45 | 13,15 | 1,3 |
| Toplam | | | 94,60 | 100,00 | 100,00 | |



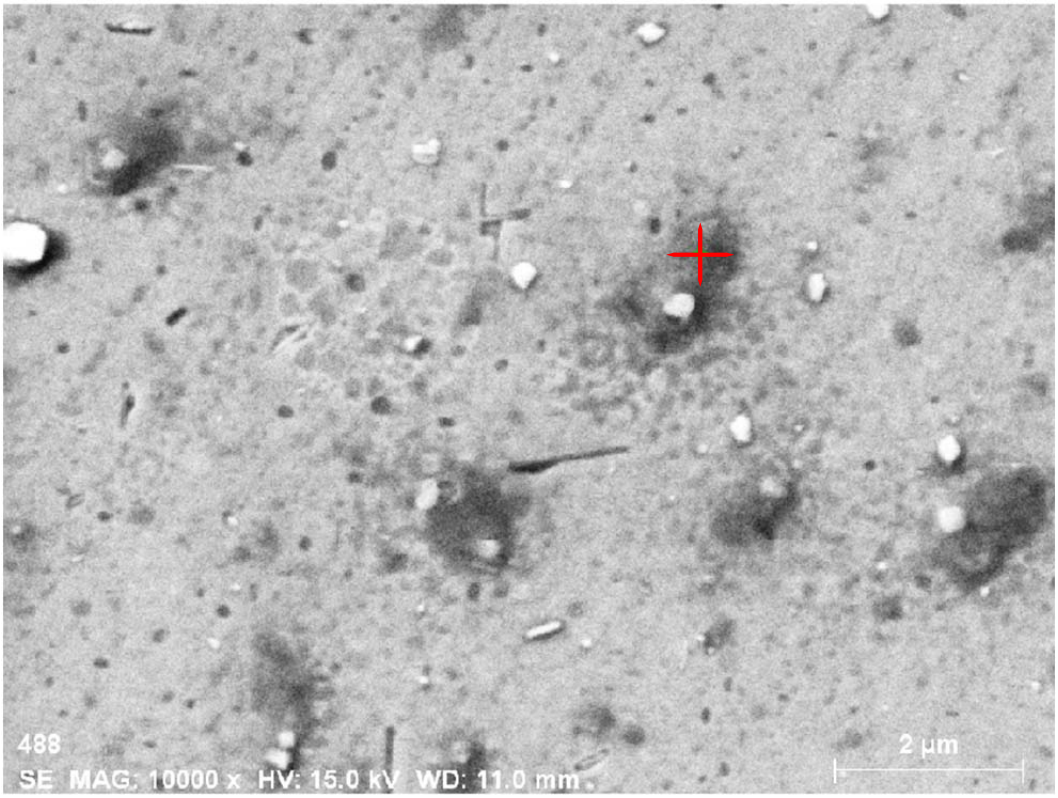

**Şekil 4.30.** 150 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

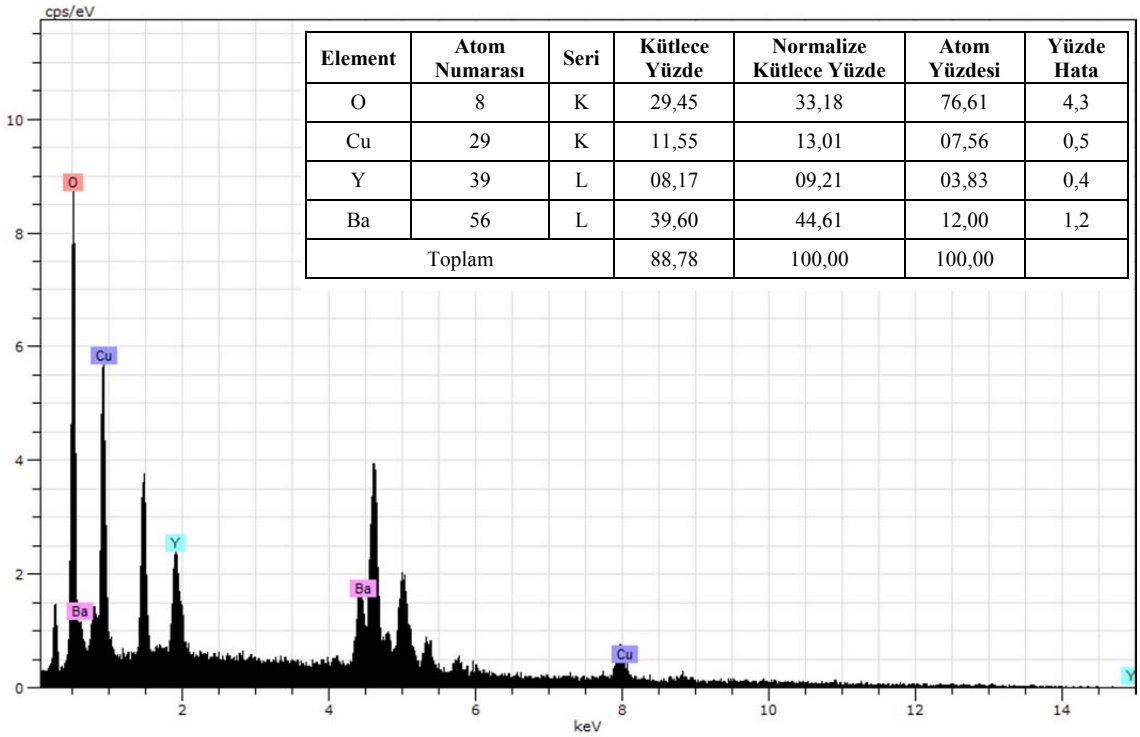



| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 28,06 | 29,46 | 73,33 | 3,6 |
| Cu | 29 | K | 14,21 | 14,91 | 09,35 | 0,5 |
| Y | 39 | L | 07,17 | 07,52 | 03,37 | 0,3 |
| Ba | 56 | L | 45,82 | 48,10 | 13,95 | 1,4 |
| Toplam | | | 95,24 | 100,00 | 100,00 | |

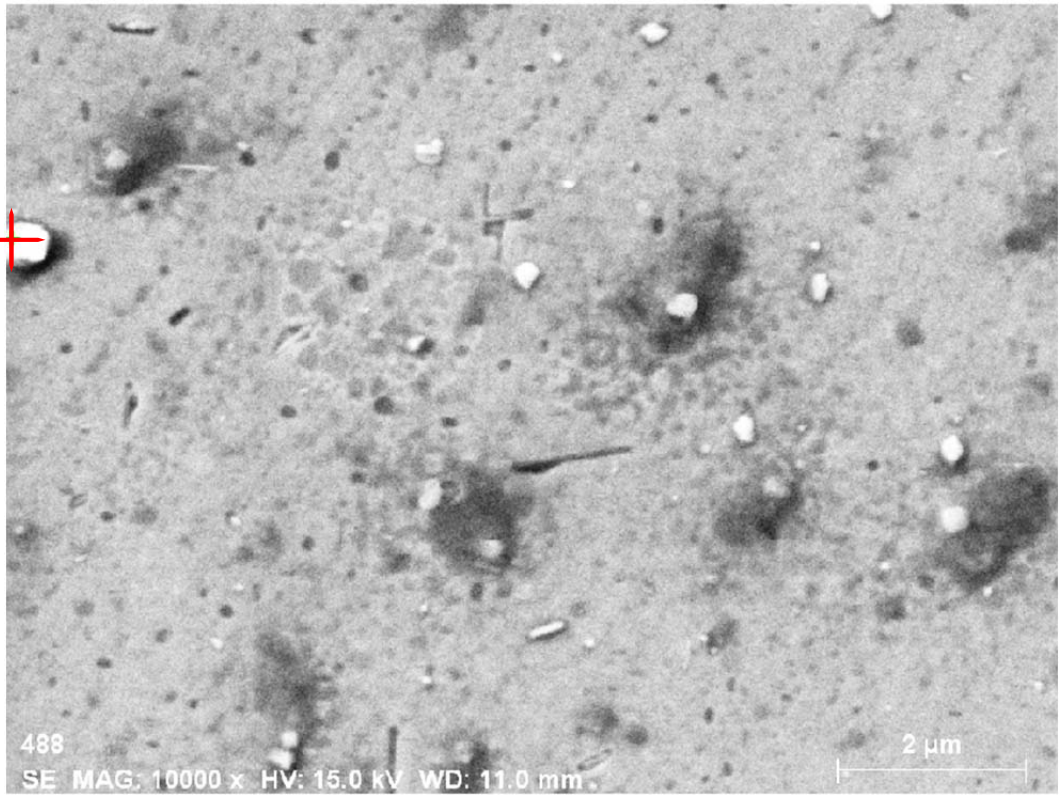
**Şekil 4.31.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

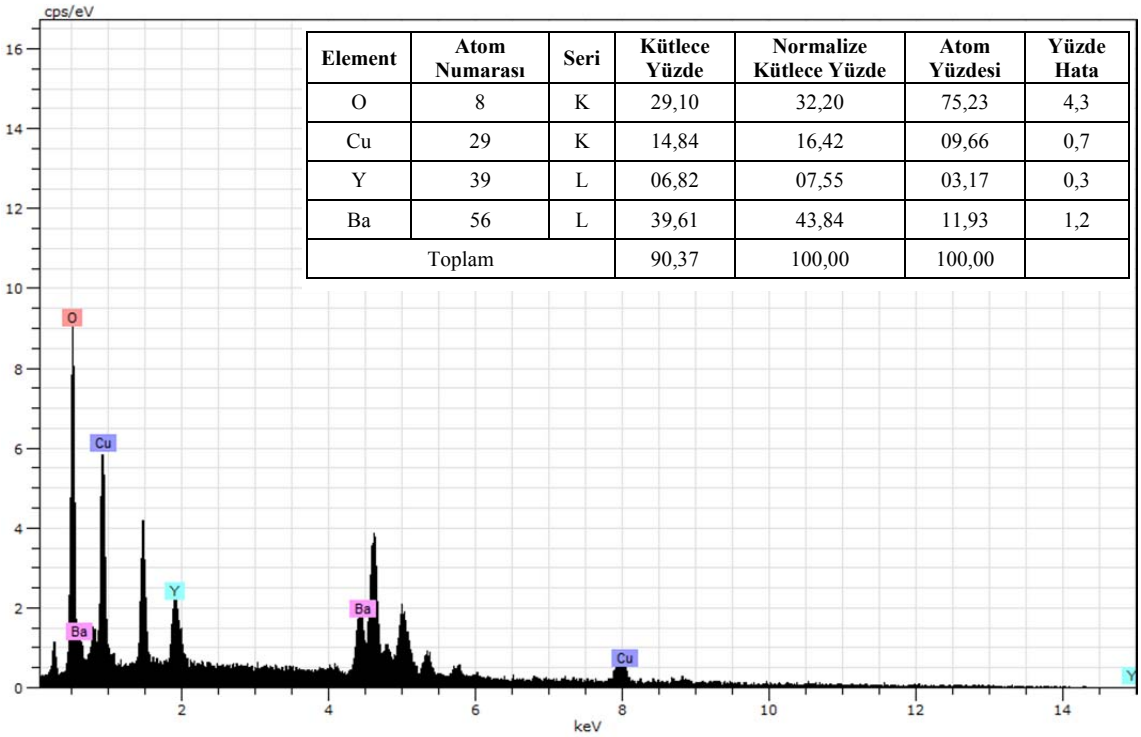



| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 29,45 | 33,18 | 76,61 | 4,3 |
| Cu | 29 | K | 11,55 | 13,01 | 07,56 | 0,5 |
| Y | 39 | L | 08,17 | 09,21 | 03,83 | 0,4 |
| Ba | 56 | L | 39,60 | 44,61 | 12,00 | 1,2 |
| Toplam | | | 88,78 | 100,00 | 100,00 | |

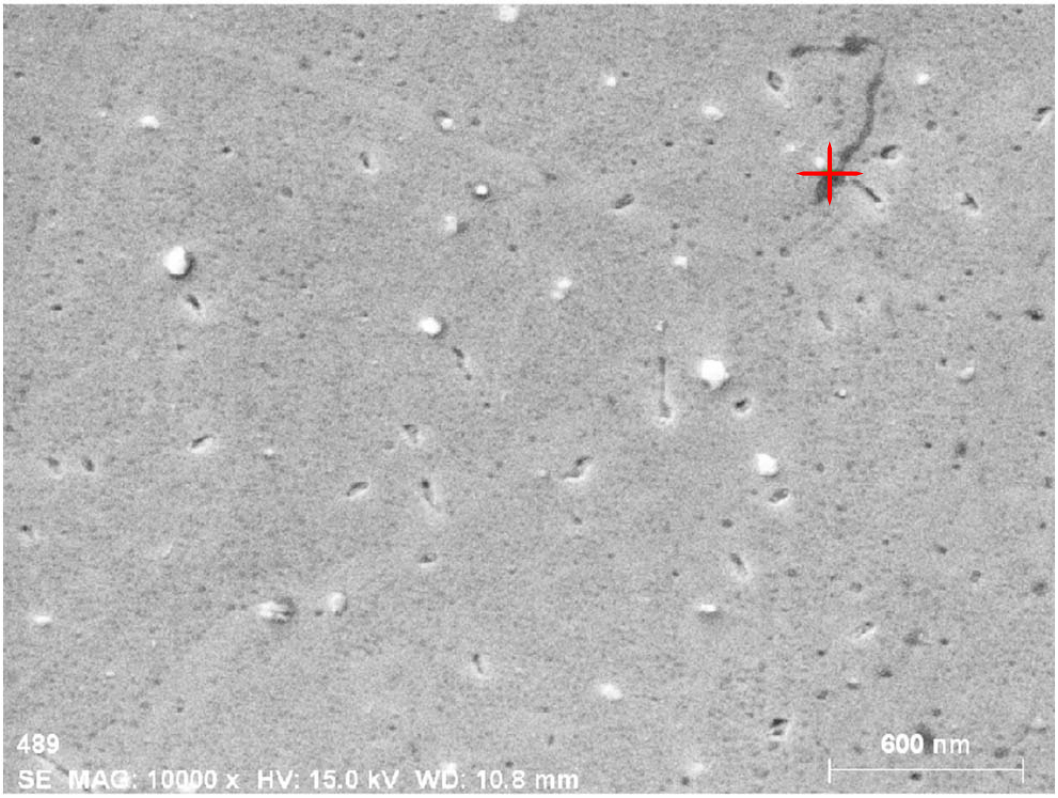
**Şekil 4.32.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

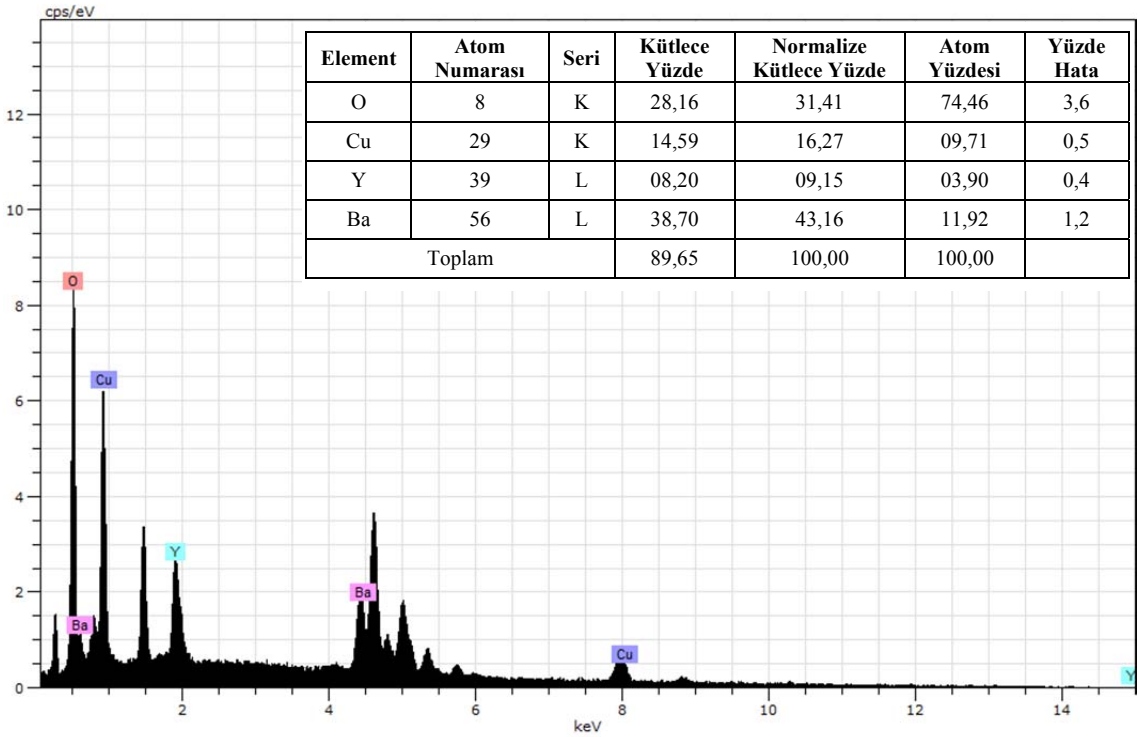



| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 29,10 | 32,20 | 75,23 | 4,3 |
| Cu | 29 | K | 14,84 | 16,42 | 09,66 | 0,7 |
| Y | 39 | L | 06,82 | 07,55 | 03,17 | 0,3 |
| Ba | 56 | L | 39,61 | 43,84 | 11,93 | 1,2 |
| Toplam | | | 90,37 | 100,00 | 100,00 | |

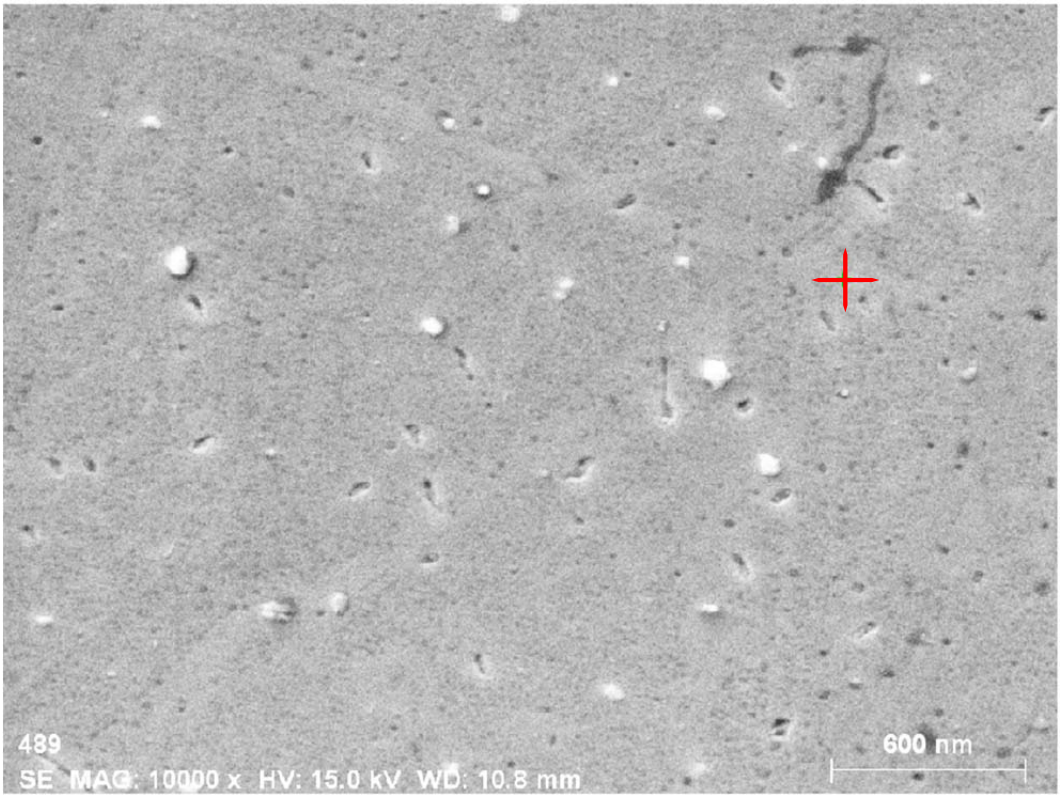
**Şekil 4.33.** 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

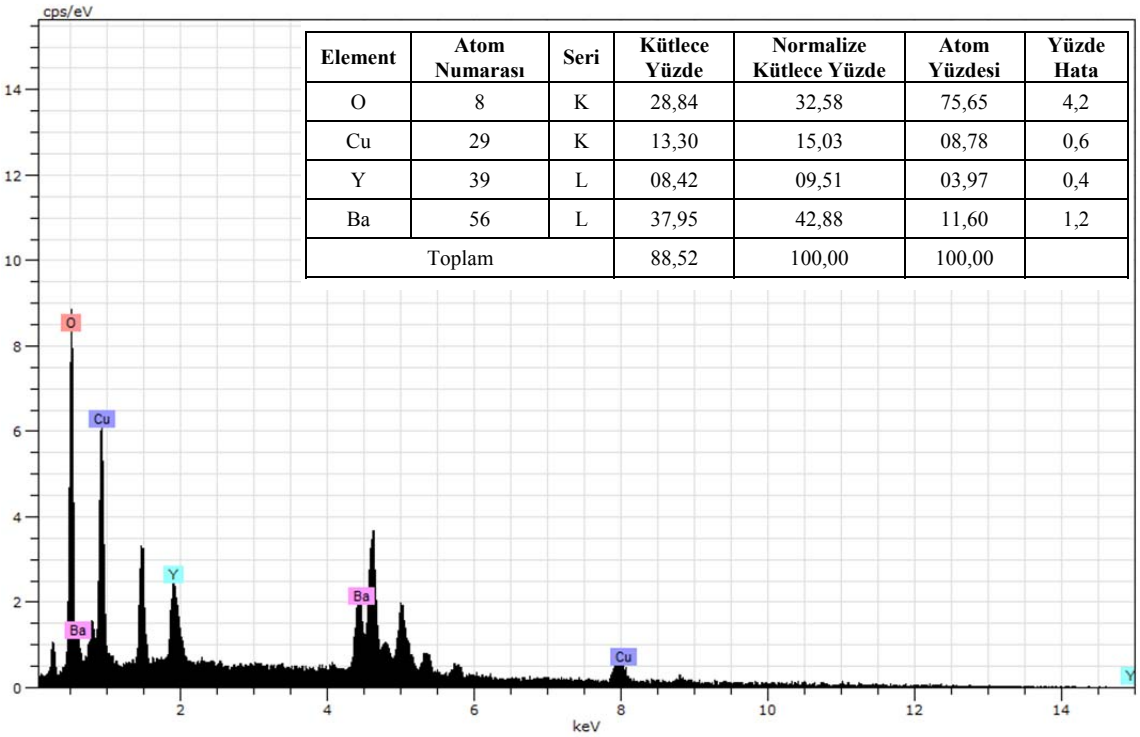



| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 28,16 | 31,41 | 74,46 | 3,6 |
| Cu | 29 | K | 14,59 | 16,27 | 09,71 | 0,5 |
| Y | 39 | L | 08,20 | 09,15 | 03,90 | 0,4 |
| Ba | 56 | L | 38,70 | 43,16 | 11,92 | 1,2 |
| Toplam | | | 89,65 | 100,00 | 100,00 | |

**Şekil 4.34.** 250 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu




| Element | Atom Numarası | Seri | Kütlece Yüzde | Normalize Kütlece Yüzde | Atom Yüzdesi | Yüzde Hata |
|---|---|---|---|---|---|---|
| O | 8 | K | 28,84 | 32,58 | 75,65 | 4,2 |
| Cu | 29 | K | 13,30 | 15,03 | 08,78 | 0,6 |
| Y | 39 | L | 08,42 | 09,51 | 03,97 | 0,4 |
| Ba | 56 | L | 37,95 | 42,88 | 11,60 | 1,2 |
| Toplam | | | 88,52 | 100,00 | 100,00 | |

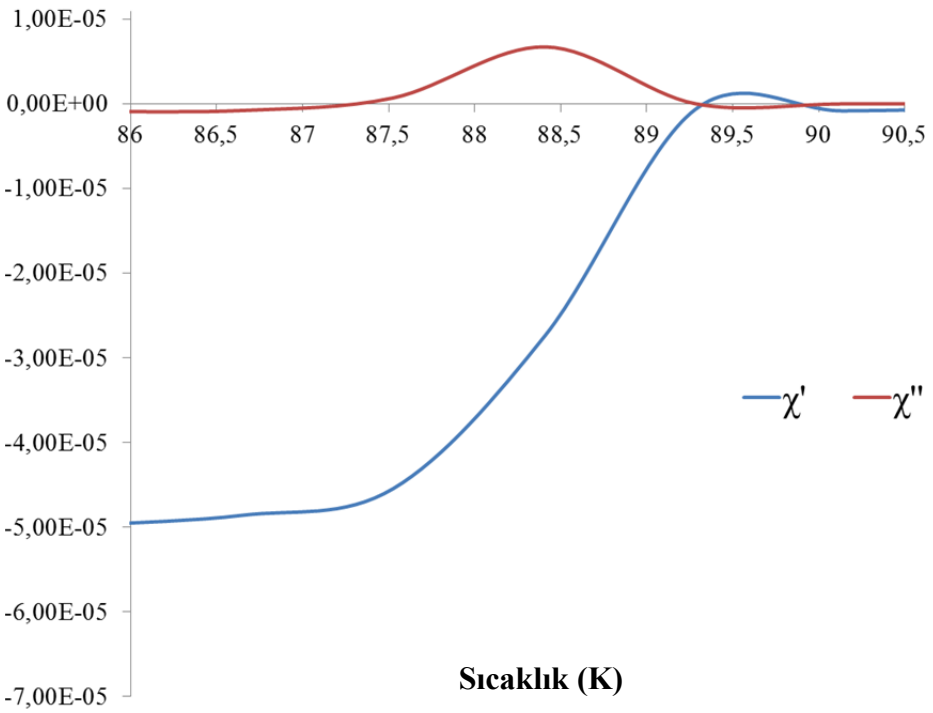
**Şekil 4.35.** 250 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için EDX spektrumunun alındığı bölge ve elde edilen EDX spektrumu

## 4.5. AC Alınganlık Analizleri

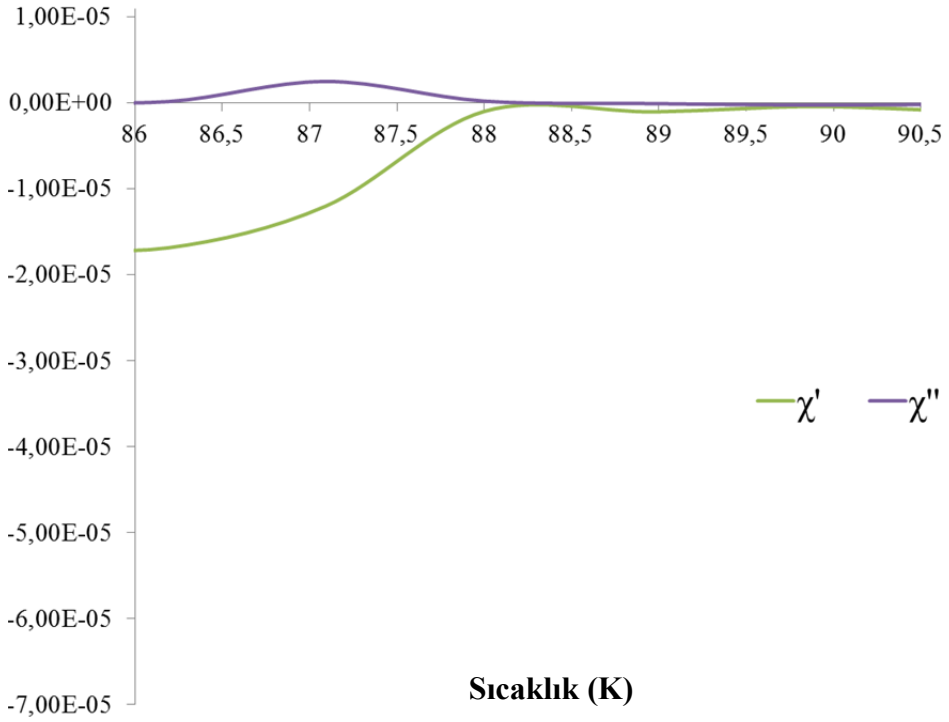
150 mTorr'da büyütülen ince film için Şekil 4.36'da, 200 mTorr'da büyütülen ince film için Şekil 4.37'de ve 250 mTorr'da büyütülen ince film için Şekil 4.38'de, AC manyetik alınganlık ölçümü grafikleri verilmektedir. Numunelerin $T_C$ değerlerine bakıldığında 150 mTorr'da hazırlanan numunenin en yüksek kritik sıcaklık değerine (≈ 90 K) sahip olduğu görülmektedir. χ' değerindeki keskin geçişler granüller arası bağlantılarla orantılı olduğundan 150 mTorr'da hazırlanan numunenin en iyi bağlantıya sahip olduğu açıktır. Çizelge 4.2'de alınganlık grafiklerinden elde edilen $T_C$ değerleri verilmektedir.

**Çizelge 4.2.** Numunelerin $T_C$ değerleri

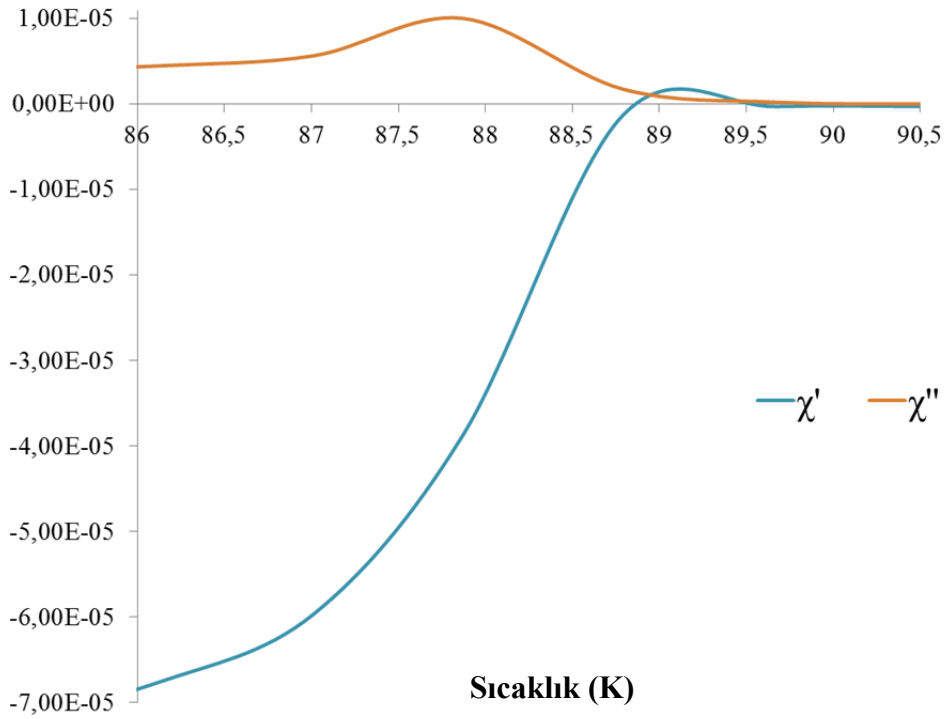
| Büyütme Basıncı | $T_C$ |
|---|---|
| 150 mTorr | 90,14 K |
| 200 mTorr | 88,98 K |
| 250 mTorr | 89,67 K |




**Şekil 4.36.** 150 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi




**Şekil 4.37.** 200 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi

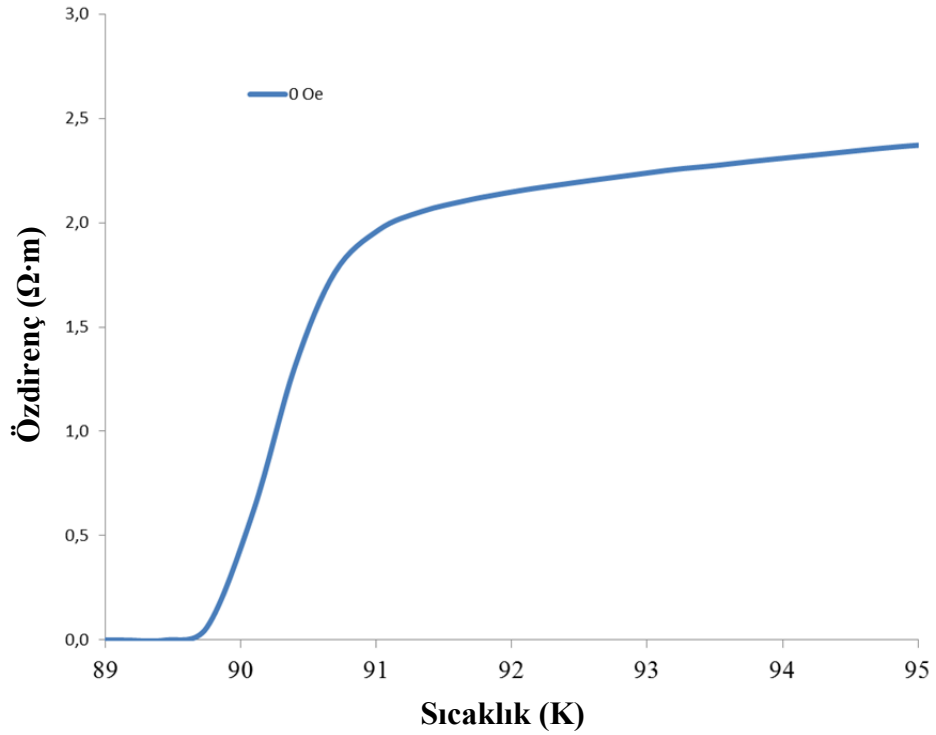



**Şekil 4.38.** 250 mTorr'da büyütülen YBCO ince film için AC manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi

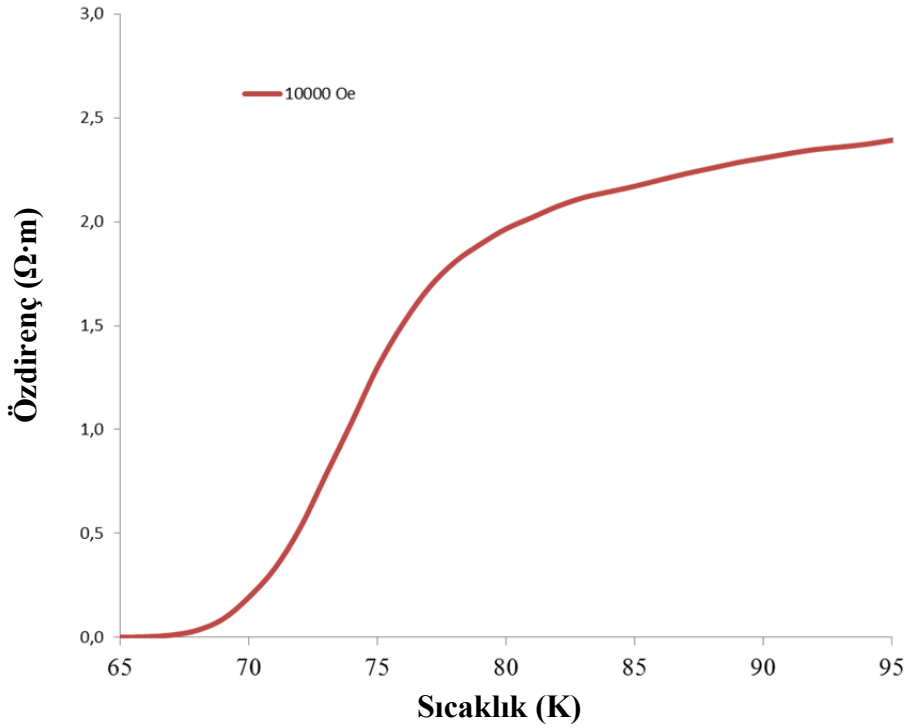
$J_C$ değeri sıcaklık ve manyetik alana bağlı olduğundan, aynı manyetik alan altında aynı $J_C$ değerine sahip numuneler için daha yüksek sıcaklığa sahip olan numunenin, aynı sıcaklık için daha yüksek $J_C$ değerine sahip olduğu söylenebilir. Bu nedenle hazırlanan numuneler içerisinde 150 mTorr'da hazırlanan numunenin akım taşıma kapasitesi, diğer numunelere kıyasla daha yüksek olacaktır.

### 4.6. Dört Nokta Kritik Sıcaklık Ölçümleri

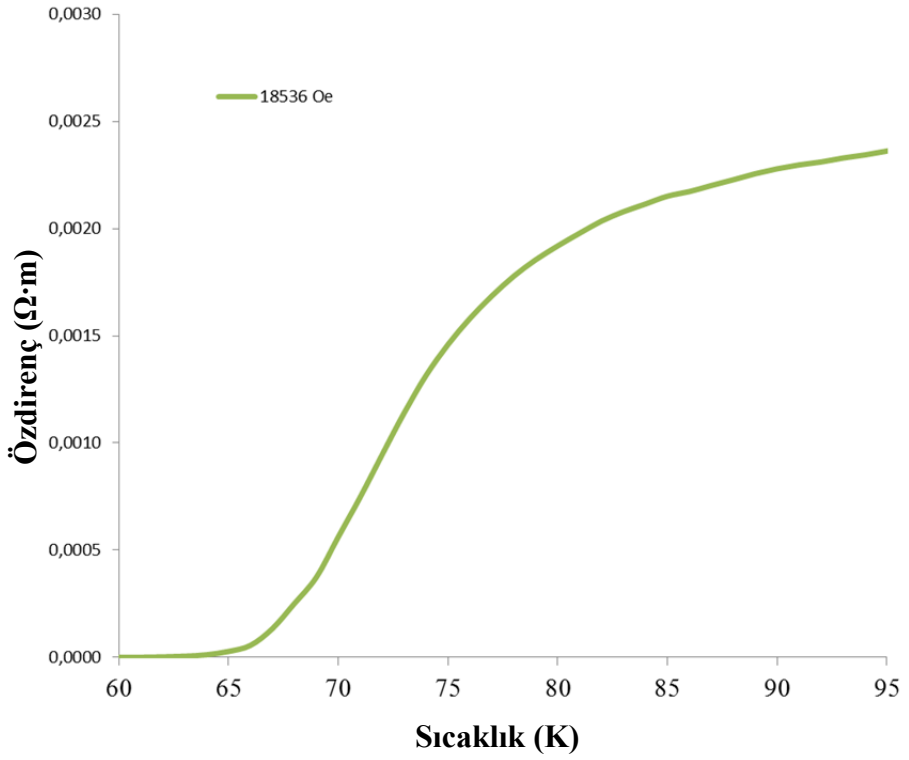
150 mTorr'da hazırlanan numunenin, 6 mA akım uygulanarak sırasıyla 0, 10000 ve 18536 Oe manyetik alan altındaki öz direncinin sıcaklıkla değişimi Şekil 4.39, Şekil 4.40 ve Şekil 4.41'de verilmektedir. Dış manyetik alan uygulanmadığı durumda, 150 mTorr'da hazırlanan bu numune için, dört nokta kritik sıcaklık ölçümü ile 90 K'e yakın bir $T_C$ değeri elde edilmiştir.




**Şekil 4.39.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (0 Oe)




**Şekil 4.40.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (10000 Oe)




**Şekil 4.41.** Özdirencin sıcaklık ile değişimi (18536 Oe)

## 4.7. Atomik Kuvvet Mikroskobu Analizleri

Hazırlanan numunelerin Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) görüntüleri alınarak, yüzeyin 3 boyutlu görüntüsü ve yüzey pürüzlülük değerleri elde edilmiştir.

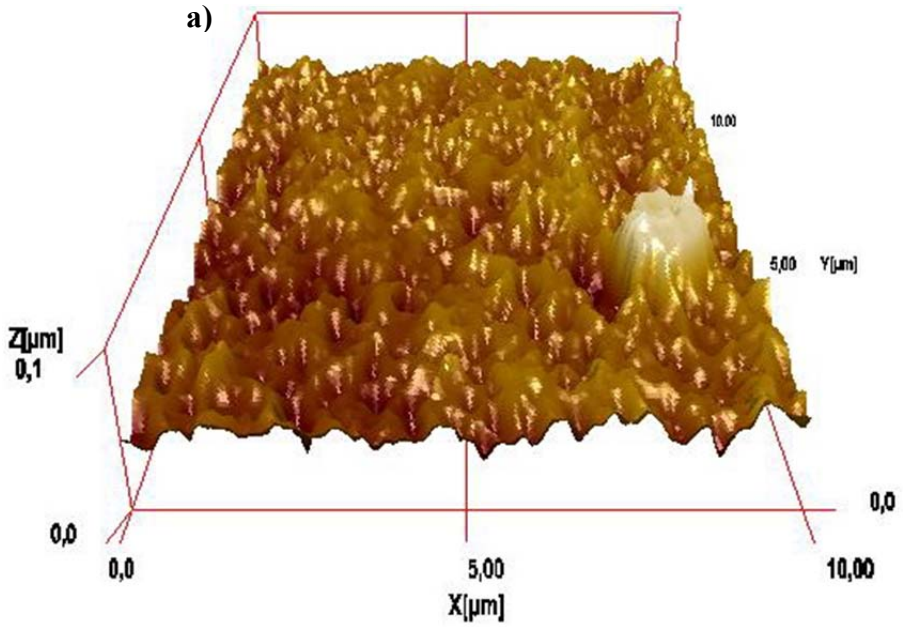
Elde edilen AFM görüntüleri; 150 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için Şekil 4.42'de, 200 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için Şekil 4.43'de, 250 mTorr'da büyütülen ince film yüzeyi için Şekil 4.44'de ve 200 mTorr'da oksijen eksikliğinde ($O_2$*) büyütülen ince film yüzeyi için Şekil 4.45'de verilmektedir.

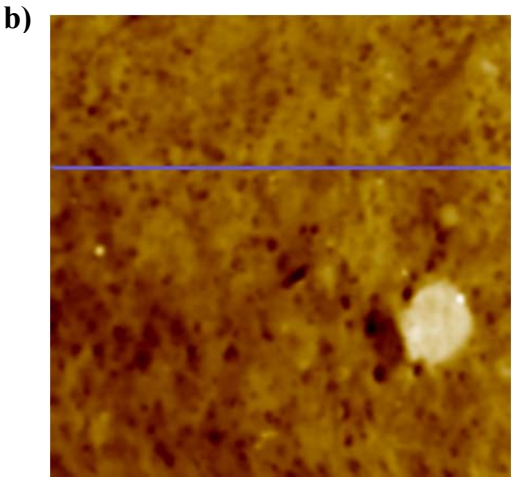
Çizelge 4.3'de AFM görüntüleri yardımıyla elde edilen yüzey pürüzlülük değerleri verilmektedir.

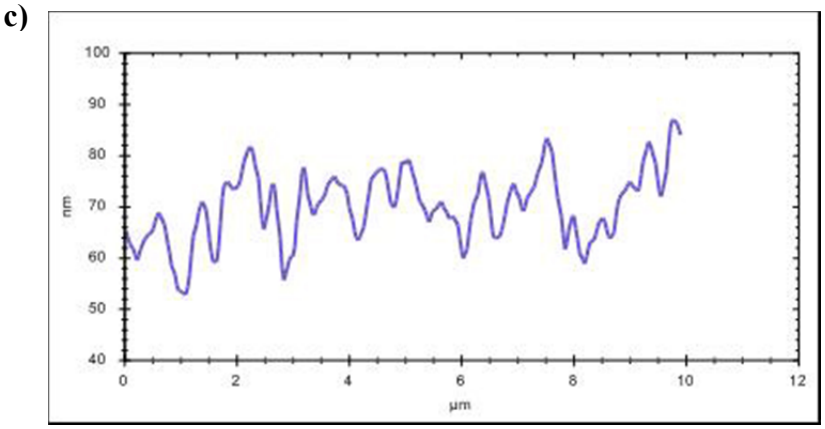
**Çizelge 4.3.** Numunelerin ortalama pürüzlülük değerleri

| Büyütme Basıncı | Ortalama pürüzlülük |
|---|---|
| 150 mTorr | 67,91 nm |
| 200 mTorr | 58,54 nm |
| 250 mTorr | 101,82 nm |
| 200 mTorr ($O_2$*) | 62,72 nm |
| LAO Alttaş | < 1 nm |

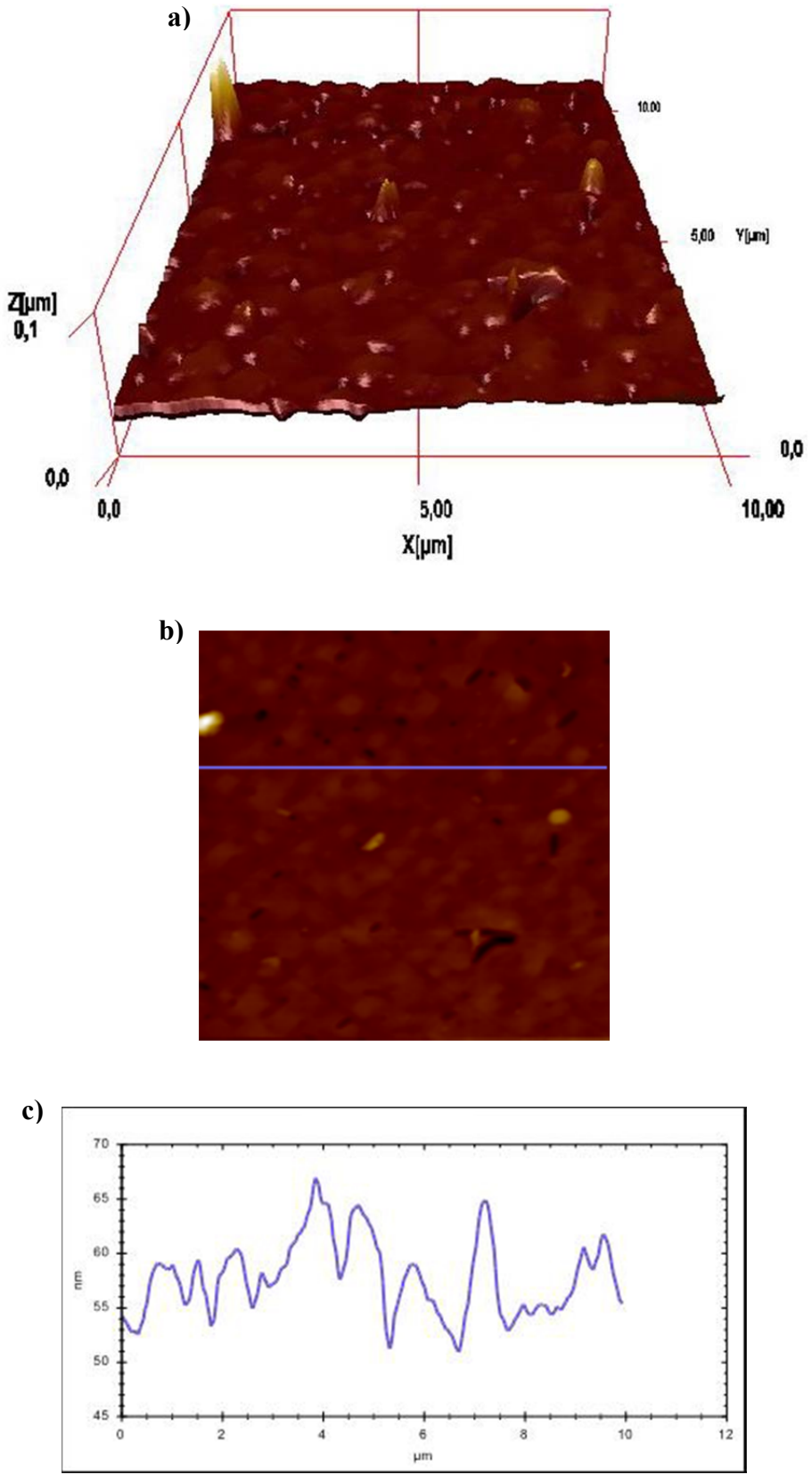
AFM görüntüleri incelendiğinde, tepe ve çukurların en az olduğu, en düz yüzeyin 200 mTorr'da hazırlanan numune ait olduğu görülmektedir. Bu durumu ortalama pürüzlülük değeri de doğrulamaktadır. Çizgisel yükselti diyagramları incelendiğinde, sıçramadan geldiği düşünülen partikül dikkate alınmadığında 250 mTorr'da büyütülen numunede tepe-çukur derinliğinin daha az olduğu görülmektedir. Yüzeyler üzerindeki tepe ve çukurlar arasındaki yükselti farkının, büyütme basıncı arttıkça azaldığı gözlemlenmiştir. 200 mTorr'da oksijen eksikliği ile büyütülen numunede ise çok sayıda tepe ve çukur bulunmaktadır.



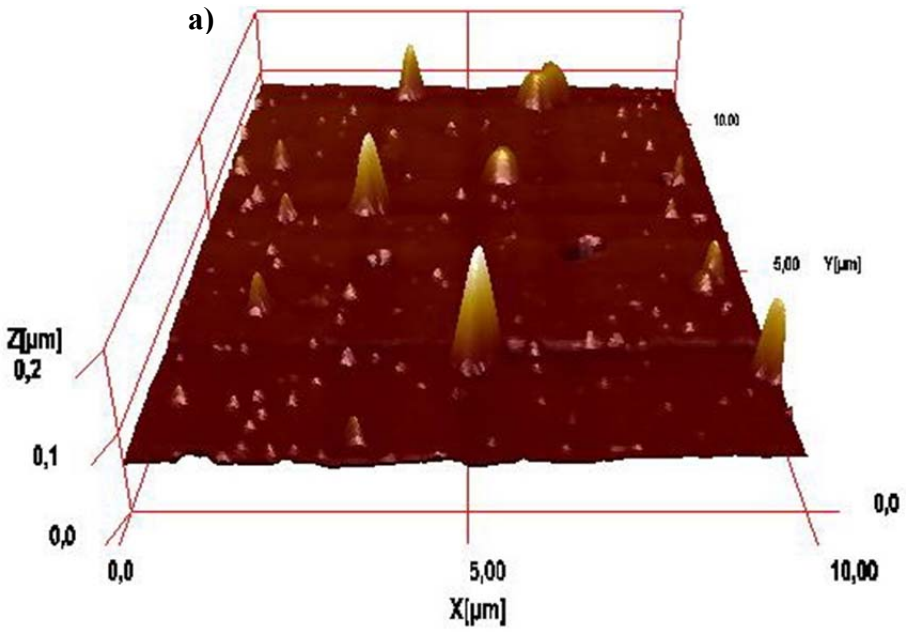



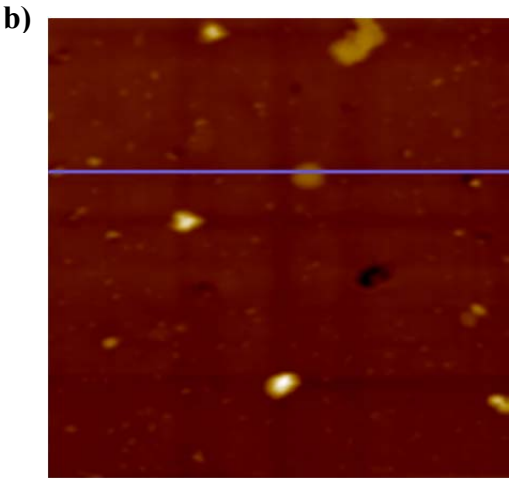



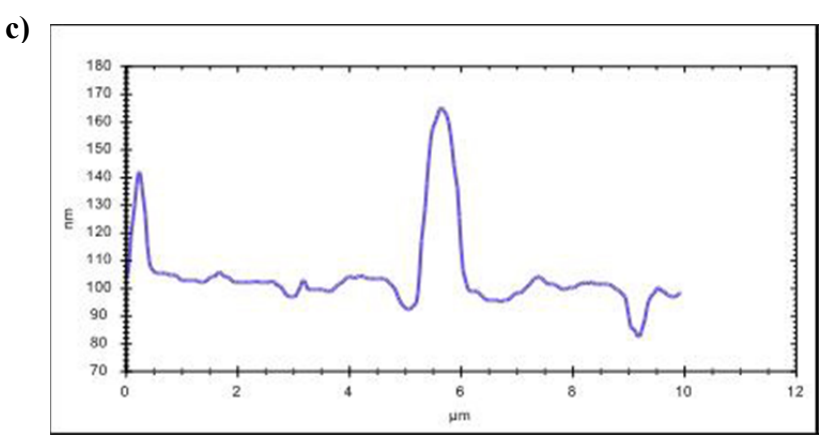

**Şekil 4.42.** 150 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin **a)** üç boyutlu AFM görüntüsü, **b)** iki boyutlu AFM görüntüsü ve **c)** çizgisel yükselti diyagramı



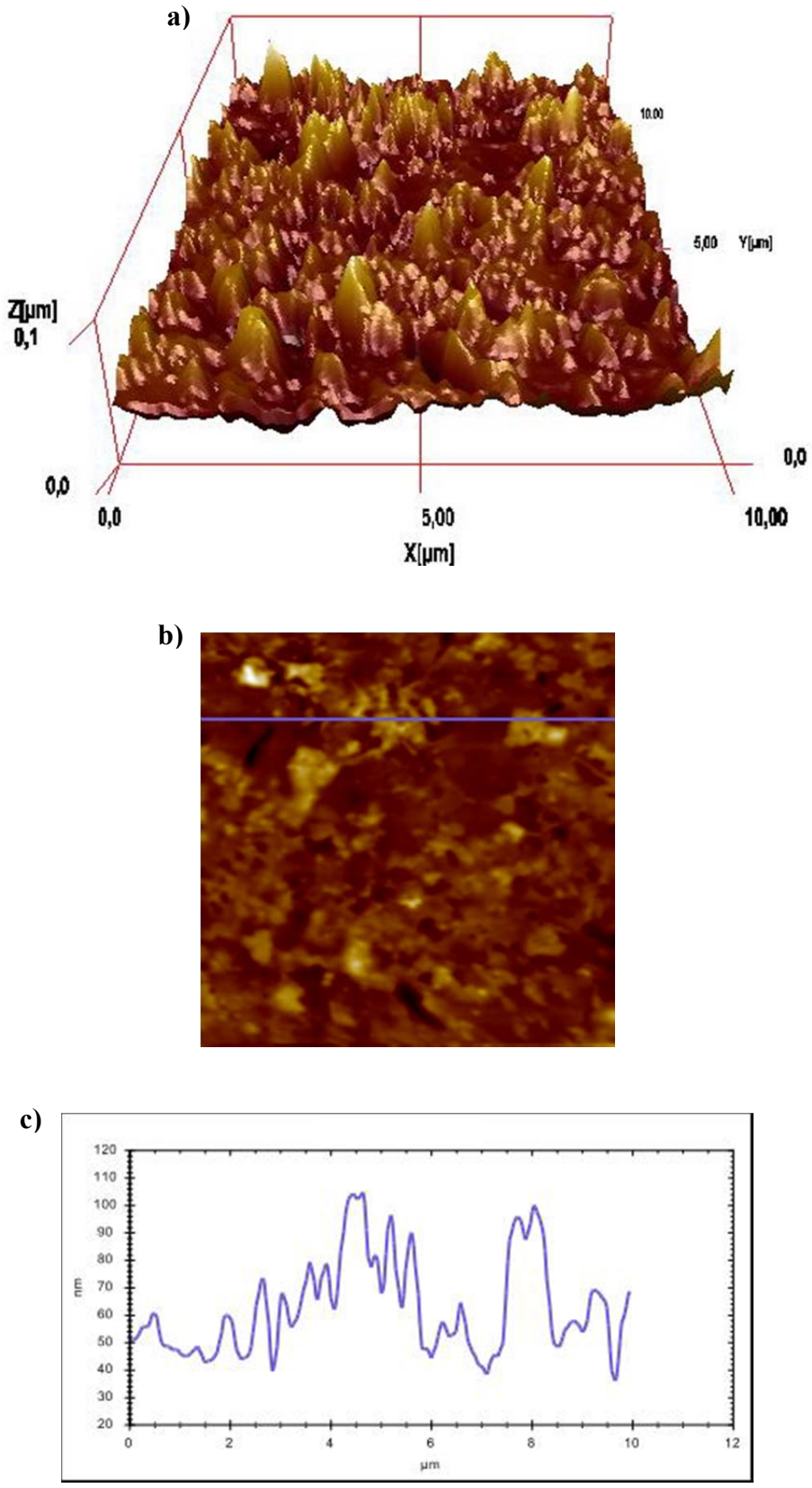

**Şekil 4.43.** 200 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin **a)** üç boyutlu AFM görüntüsü, **b)** iki boyutlu AFM görüntüsü ve **c)** çizgisel yükselti diyagramı




**Şekil 4.44.** 250 mTorr'da büyütülen YBCO ince filmin **a)** üç boyutlu AFM görüntüsü, **b)** iki boyutlu AFM görüntüsü ve **c)** çizgisel yükselti diyagramı




**Şekil 4.45.** 200 mTorr'da ($O_2$*) büyütülen YBCO ince filmin **a)** üç boyutlu AFM görüntüsü, **b)** iki boyutlu AFM görüntüsü ve **c)** çizgisel yükselti diyagramı

# 5. SONUÇ ve ÖNERİLER

PLD tekniği literatürde ince ve kalın filmlerin hazırlanmasında yoğun olarak kullanılmaktadır. Kristal büyütme ortamının yalıtılmış olması, hedef malzeme stokiyometrisinin alttaşa aktarımı sırasında korunması, hızlı bir kristal büyütme yöntemi oluşu, çoklu hedef kullanımı sayesinde süperörgü hazırlanabilmesi, kompleks yapıların dahi kristal olarak büyütülebilmesi ve numuneler vakum odasından çıkarılmadan tavlama işleminin yapılabilmesi, bu yöntemi çok etkili bir fiziksel buhar biriktirme yöntemi yapmaktadır.

Bu çalışmada, PLD sistemi ile YBCO ince filmlerin büyütülmesi ülkemizde ilk kez gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla uygun kristal örgü ve termal genleşme katsayısına sahip LAO alttaş olarak seçilmiş ve 150, 200 ve 250 mTorr'luk büyütme basınçlarında yüksek kaliteli YBCO ince filmler elde edilmiştir. Hazırlanan numunelerin kristal özellikleri, yüzey morfolojileri ve homojenlikleri, X-Işını Kırınımı (XRD), Yansımalı Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı (RHEED), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX), Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM), Manyetik Alınganlık ve Dört Nokta Kritik Sıcaklık ölçümleri yardımıyla belirlenmiş ve elde edilen sonuçlar literatürdeki deneysel ve teorik veriler ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma sonucunda, mevcut deneysel değerler ile literatürdeki deneysel ve teorik değerler arasında iyi bir uyumun olduğu gözlenmiştir.

Literatür incelendiğinde PLD yöntemi ile büyütülen YBCO ince filmler için uygun alttaş sıcaklığının, 700 ile 900°C aralığında olması gerektiği ifade edilmektedir (Hokola 2001). Bu değerlere ulaşıldığı takdirde, örgü kusurları engellenmekte ve yüzeyde oluşan partiküllerinde azalma görülmektedir. 740°C altında büyütülen numunelerde c ekseni ile birlikte a-eksenli büyüme gözlenmekte olup, sıcaklık artışı ile yalnızca c-eksenli büyüme gerçekleşmektedir (Linfei *et al.* 2010). Yüksek sıcaklıklara çıkıldıkça geniş basınç aralıklarında YBCO ince filmlerinin büyütülmesi mümkün olmaktadır (Kim and Kwok 1992). Bu çalışmada, alttaş sıcaklığı arttırıldığında, süperiletken YBCO'ya ait *00l* piklerinin görülmeye başladığı ve 800°C'de alttaş sıcaklığında YBCO'ya ait bütün *00l*

piklerinin spektrumda belirgin olarak görüldüğü tespit edilmiş ve büyütmenin c-eksenli olduğu belirlenmiştir.

YBCO plazma bulutunun boyutu basınca bağlı olarak değiştiğinden, hedef-alttaş mesafesi plazma bulutunun yapısı incelenerek belirlenmelidir. Bu çalışmada, YBCO için bu mesafe 5 cm olarak belirlenmiştir. Düşük büyütme basınçlarında, yüksek hızlı partiküller içeren plazma bulutu, alttaşı içine alacak şekilde büyüyeceğinden; plazma bulutu içerisindeki yüksek hızlı partiküller alttaş yüzeyine tutunmakta zorlanabilecek, tutunmuş olan atomların yüzeyden kopmasına sebep olabilecek ve de kristal kusurlarının oluşmasına neden olabilecektir.

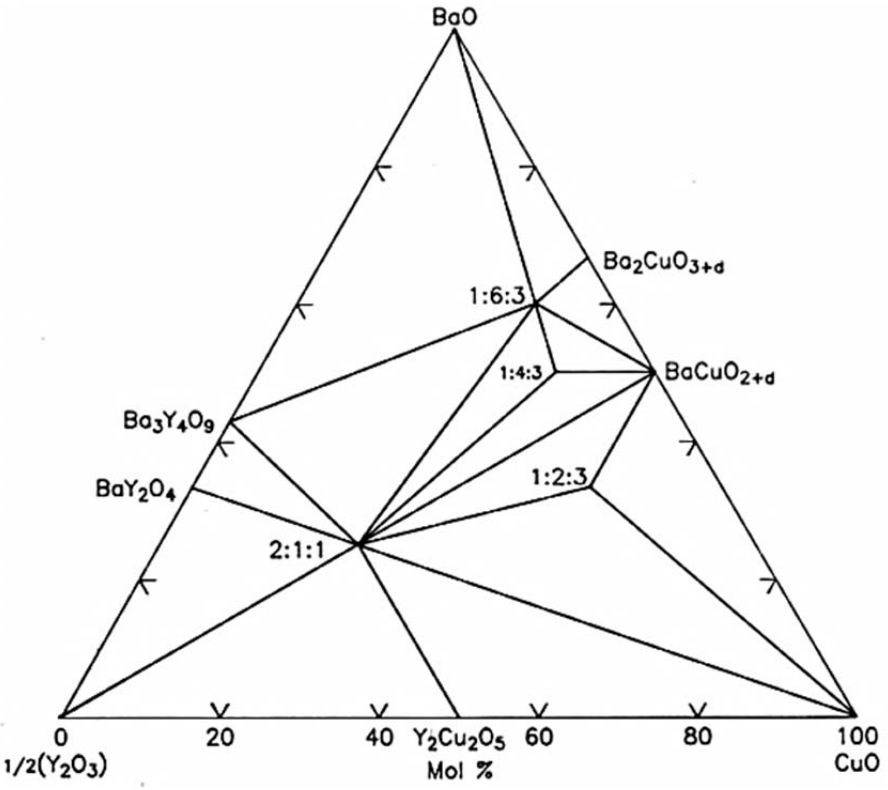
YBCO ince filmlerinin büyütülmesi sırasında kullanılan oksijen basıncı arttıkça $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (Y123) fazı haricinde $Y_2BaCuO_5$ (Y211) fazına ait pik 200 mTorr ve 250 mTorr'da görülmekte iken (Şekil 4.10 ve Şekil 4.11), 150 mTorr'luk oksijen basıncında hazırlanan numunede $Y_2BaCuO_5$ fazına ait pik görülmemektedir (Şekil 4.9). Her bir büyütme basıncı için EDX ölçümlerinden elde edilen atom yüzdeleri kullanılarak hesaplanan ortalama atom yüzdesi değerleri Çizelge 5.1'de verilmektedir.

**Çizelge 5.1.** Numunelerin ortalama atom yüzdeleri

| | 150 mTorr | 200 mTorr | 250 mTorr |
|---|---|---|---|
| Y | 3,485 | 3,457 | 3,935 |
| Ba | 13,700 | 12,627 | 11,760 |
| Cu | 9,310 | 8,857 | 9,245 |
| O | 73,495 | 75,057 | 75,055 |

Şekil 5.1'de Abbattista ve ekibi tarafından hazırlanan üçlü $CuO$-$Y_2O_3$-$BaO$ faz diyagramı (Sheahen 1994) gösterilmektedir. Bu diyagram incelendiğinde, CuO ve BaO konsantrasyonunun azalması ile Y123 fazından Y211 fazına geçiş gerçekleşmektedir. Deneyler sonucu elde edilen ortalama atom yüzdeleri (Çizelge 5.1) bu durumu doğrular niteliktedir. Nakamura ve ekibi yapmış oldukları araştırmada itriyumun, Y-Ba-Cu-O

içerisinde yüksek oksijen basıncında daha fazla çözündüğünü tespit etmişdirler (Nakamura *et al.* 1996). Bu durum basınç artışı sonucu numunelerde gözlenen Y211 fazını ait piklerin varlığını açıklamaktadır. Bu çalışmada en yüksek kristallik 150 mTorr'da hazırlanan numunede elde edilmiştir. Bu durum literatürdeki diğer araştırma sonuçları ile uyum göstermektedir.




**Şekil 5.1.** CuO-$Y_2O_3$-BaO'e ait üçlü faz diyagramı (Sheahen 1994)

LAO alttaş ile YBCO ince filmin termal genleşme katsayıları arasındaki fark nedeniyle soğutma sırasında film yüzeyinde oluşabilecek çatlakların önlenmesi için, uygun soğutma hızı olarak 10°C/dk kullanılmıştır. Şekil 4.17, Şekil 4.20 ve Şekil 4.23'de verilen 4000 büyütmeli SEM görüntülerinden açıkça görüleceği gibi, her üç büyütme basıncında da numune yüzeylerinde herhangi bir süreksizlik oluşmamıştır.

Elde edilen film yüzeylerinde sıçrama nedeniyle 1 μm çapında tanecikler bulunmaktadır (Şekil 4.19, Şekil 4.22 ve Şekil 4.25). Kristal büyütme basıncındaki artış, büyük partiküllerin çarpışma olasılığını arttırdığı için ortalama serbest yol azalacağından, daha

yüksek büyütme basınçlarında numune yüzeylerinde gözlenen büyük taneciklerin sayısı azalmaktadır. (Şekil 4.17, Şekil 4.20 ve Şekil 4.23).

Kristal büyütme işlemi sırasında oksijen eksikliği ($O_2$*) ile hazırlanan numune yüzeyinden alınan AFM (Şekil 4.45) ve SEM görüntüleri (Şekil 4.26), oksijen miktarının yüzey morfolojisi üzerindeki etkisini açıkça göstermektedir. Oksijen miktarının yetersiz olması yüzey morfolojisinin bozulmasına ve istenmeyen yönelimlerde kristal düzlemlerinin oluşmasına neden olabilmektedir (Şekil 4.12).

AC manyetik alınganlık ölçümleri sonucu (Şekil 4.36, Şekil 4.37 ve Şekil 4.38), 150 mTorr'da hazırlanan numune için gözlenen keskin geçiş, granüller arası etkileşimin daha güçlü olduğunu göstermektedir.

Farklı basınçlarda büyütülen numunelerin $T_C$ değerleri (Çizelge 4.2) karşılaştırıldığında, en yüksek $T_c$ değeri 150 mTorr'da hazırlanan numune için elde edilmiştir. Bu sonucun 150 mTorr'luk numunenin daha iyi yüzey morfolojisi ve kristal yapıya sahip olmasıyla uyum göstermekte olup, literatürde elde edilen diğer deneysel ve teorik verilerle de (Kim and Kwok 1992) iyi uyum sağlamaktadır.

Bu çalışmada YBCO ince filmlerin LAO alttaşlar üzerine büyütülmesi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Kurulan PLD sisteminin daha etkin kullanılması amacıyla ileride yapılacak olan araştırmalarda,

- metal şeritler üzerine LAO ince filmler ve MgO, YSZ, STO gibi alttaş veya tampon tabakalar büyütülerek, bunların üzerine YBCO ince filmlerin büyütülmesi,
- yapay çivileme merkezleri elde etmek için, alttaş üzerine PLD ile nano-noktaların oluşturulması ve üzerlerine YBCO ince filmler büyütülmesi,
- çivileme merkezleri oluşturmak için YBCO içerisine süperiletken olmayan nano partiküllerin katkılanması,

planlanmaktadır.

## KAYNAKLAR


Aboudihab, I., Gilabert, A., Azema, A. and Roustan, J.C., 1994. Superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-X}$ thin film bolometer for infrared radiation. Superconductor Science & Technology, 7 (2), 80-83.

Abrikosov, A.A., 1957. On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group. Soviet Physics JETP, 5 (6), 1174-1182.

Akasegawa, A., Yamanaka, K., Nakanishi, T. and Kai, M., 2002. High-temperature superconducting materials for high-performance RF filters. Fujitsu Scientific & Technical Journal, 38 (1), 31-38.

Akkaş, A., 2006. Structrual and Electrical Properties of Melt-Quenched YBCO Samples. MS Thesis, Hacettepe University, Ankara.

ASM, 1990. ASM Handbook: Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials Vol. 2. ASM International, 3470 p, USA.

Bardeen, J., Cooper, L.N. and Schrieffer, J.R., 1957. Theory of Superconductivity. Physical Review, 108 (5), 1175-1175.

Bednorz, J.G. and Müller, K.A., 1986. Possible high Tc superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, 64 (2), 189-193.

Berkley, D.D., Skelton, E.F., Moulton, N.E., Osofsky, M.S., Lechter, W.T., Browning, V.M. and Liebenberg, D.H., 1993. Pressure dependence of the superconducting transition temperature in single crystals of $Tl_2Ba_2Ca_2Cu_3O_{10-x}$. Physical Review B, 47 (9), 5524-5524.

Bierleutgeb, K. and Proyer, S., 1997. Pulsed-laser deposition of Y-Ba-Cu-O films: the influence of fluence and oxygen pressure. Applied Surface Science, 109-110, 331-334.

Bilgeç, G., 2004. $Sb_2O_3$ Katkılı YBCO Süperiletken Seramiklerin Karakterizasyonu. MS Thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.

Caballero, R.G., 2010. Desarrollo de Dispositivos Optoelectronicos Mediante Crecimiento por MBE y Caracterizacion de Nanoestructuras de Punto Cuantico Basadas en (Ga,In) (As,N). PhD Thesis, Ingeniera de Telecomunicacion, Universidad Politecnica de Madrid, Madrid.

Callister, W.D., Jr., 2007. Materials Science and Engineering: An Introduction. Wiley Publishers, 975 p, USA.

Cava, R.J., Santoro, A., Johnson, D.W. and Rhodes, W.W., 1987. Crystal structure of the high-temperature superconductor $La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_4$ above and below $T_c$. Physical Review B, 35 (13), 6716-6716.

Cheung, J.T., 1983. Recent progress on LADA growth of HgCdTe and CdTe epitaxial layers. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1 (3), 1604-1604.

Chrisey, D.B. and Hubler, G.K., 1994. Pulsed Laser Deposition of Thin Films. Wiley-Interscience, 613 p, USA.

Chu, C.W., Gao, L., Chen, F., Huang, Z.J., Meng, R.L. and Xue, Y.Y., 1993. Superconductivity above 150 K in $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+[delta]}$ at high pressures. Nature, 365 (6444), 323-325.

Chu, C.W., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L. and Huang, Z.J., 1987. Superconductivity at 52.5 K in the Lanthanum-Barium-Copper-Oxide System. Science, 235 (4788), 567-569.

Coenen, T., 2010. RHEED. Institut für Elektrische Messtechnik und Grundlagen der Elektrotechnik, Technische Universitat Braunschweig, http://www.emg.tu-bs.de/forsch/analytik/rheed_en.htm, (18.01.2011).

Coherent, 2006. CompexPRO 102 User's Manual. Coherent Inc., 370 p, Göttingen, Germany.

Danerud, M., Winkler, D., Lindgren, M., Zorin, M., Trifonov, V., Karasik, B., Gershenzon, E.M. and Goltsman, G.N., 1994. A fast infrared detector based on patterned YBCO thin film. Superconductor Science & Technology, 7 (5), 321-323.

Dubowski, J.J., Williams, D.F., Sewell, P.B. and Norman, P., 1985. Epitaxial growth of (100) CdTe on (100) GaAs induced by pulsed laser evaporation. Applied Physics Letters, 46 (11), 1081-1081.

Fossheim, K. and Sudboe, A., 2004. Superconductivity: Physics and Applications. Wiley, 580 p, England.

Francke, C., Offner, M., Kramer, A., Mex, L. and Muller, J., 1998. Fabrication of $YBa_2Cu_3O_7$ step-edge Josephson junctions for low-noise dc-SQUIDs. Superconductor Science & Technology, 11 (11), 1311-1316.

Fröhlich, H., 1950. Theory of the Superconducting State. I. The Ground State at the Absolute Zero of Temperature. Physical Review, 79 (5), 845.

Gao, L., Xue, Y.Y., Chen, F., Xiong, Q., Meng, R.L., Ramirez, D., Chu, C.W., Eggert, J.H. and Mao, H.K., 1994. Superconductivity up to 164 K in $HgBa_2Ca_{m-1}Cu_mO_{2m+2+delta}$ (m=1, 2, and 3) under quasihydrostatic pressures. Physical Review B, 50 (6), 4260-4260.

Gregorwich, W., 1998. High-Tc superconductivity in satellite systems: a technology assessment, pp. 237-242.

Hazen, R.M., Finger, L.W., Angel, R.J., Prewitt, C.T., Ross, N.L., Hadidiacos, C.G., Heaney, P.J., Veblen, D.R., Sheng, Z.Z., El Ali, A. and Hermann, A.M., 1988. 100-K superconducting phases in the Tl-Ca-Ba-Cu-O system. Physical Rewiew Letters, 60 (16), 1657-1657.

Hokola, A., 2001. Large-Area Deposition of High-Temperature Superconducting Thin Films Using Laser Ablation. MS Thesis, Helsinki University of Technology, Finland.

Hollmann, E.K., Vendik, O.G., Zaitsev, A.G. and Melekh, B.T., 1994. Substrates for high-Tc superconductor microwave integrated circuits. Superconductor Science and Technology, 7 (9), 609-622.

Imai, Y., Akiike, T., Hanawa, M., Tsukada, I., Ichinose, A., Maeda, A., Hikage, T., Kawaguchi, T. and Ikuta, H., 2010. Systematic Comparison of Eight Substrates in the Growth of $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ Superconducting Thin Films. Applied Physics Express, 3 (4), 043102-043102.

Iqbal, Z., Datta, T., Kirven, D., Lungu, A., Barry, J., Owens, F., Rinzler, A., Yang, D. and Reidinger, F., 1994. Superconductivity above 130 K in the Hg-Pb-Ba-Ca-Cu-O system. Physical Review B, 49 (17), 12322-12325.

Josephson, B.D., 1974. The discovery of tunnelling supercurrents. Reviews of Modern Physics, 46 (2), 251-251.

Kamihara, Y., Watanabe, T., Hirano, M. and Hosono, H., 2008. Iron-Based Layered Superconductor La[$O_{1-x}F_x$]FeAs (x = 0.05−0.12) with Tc = 26 K. Journal of the American Chemical Society, 130 (11), 3296-3297.

Kawashima, J., Yamada, Y. and Hirabayashi, I., 1998. Critical thickness and effective thermal expansion coefficient of YBCO crystalline film. Physica C: Superconductivity, 306 (1-2), 114-118.

Kim, H.S. and Kwok, H.S., 1992. Correlation between target-substrate distance and oxygen pressure in pulsed laser deposition of $YBa_2Cu_3O_7$. Applied Physics Letters, 61 (18), 2234-2234.

Kittel, C., 2004. Introduction to Solid State Physics. Wiley, 680 p, New York, USA.

Klein, J., 2001. Epitaktische Heterostrukturen aus dotierten Manganaten. PhD Thesis, Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultat, Universitat zu Köln, Köln.

Koster, G., 1999. Artificially Layered Oxides by Pulsed Laser Deposition. PhD Thesis, Proefschrift Universiteit Twente, Netherlands.

Lee, E., Yoon, H.R., Jo, W., Yoon, S., Cheong, H., Lee, H.G., Hong, G.W., Huh, J.U., Hammond, R.H. and Beasley, M.R., 2007. Raman scattering studies of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ films grown by high-rate e-beam co-evaporation. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 17 (2), 3325-3328.

Lee, H.W., Kim, K.C. and Lee, J., 2006. Review of maglev train technologies. IEEE Transactions on Magnetics, 42 (7), 1917-1925.

Lee, L.P., Longo, J., Vinetskiy, V. and Cantor, R., 1995. Low-noise $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ direct-current superconducting quantum interference device magnetometer with direct signal injection. Applied Physics Letters, 66 (12), 1539-1539.

Lee, S.Y., Jia, Q.X., Anderson, W.A. and Shaw, D.T., 1991. In situ laser deposition of superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films on GaAs substrates. Journal of Applied Physics, 70 (11), 7170-7170.

Linfei, L., Zuncheng, Z., Huaran, L. and Yijie, L., 2010. Effect of Deposition Temperature on the Epitaxial Growth of YBCO Thin Films on RABiTS Substrates by Pulsed Laser Deposition Method. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 20 (3), 1553-1556.

London, F. and London, H., 1935. The Electromagnetic Equations of the Supraconductor. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 149 (866), 71-88.

Lvovsky, Y. and Jarvis, P., 2005. Superconducting systems for MRI - Present solutions and new trends. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 15 (2), 1317-1325.

Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M., Asano, T., Togano, K., Kumakura, H., Uehara, M., Ikeda, S., Ogawa, K., Horiuchi, S. and Matsui, Y., 1988. New high-Tc superconductors without rare earth element. Physica C: Superconductivity, 153-155 (Part 1), 602-607.

Martienssen, W. and Warlimont, H., 2005. Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data. Springer, 1123 p, Germany.

Martin, P.M., 2009. Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, Science, Applications and Technology. William Andrew, 901 p, USA.

Maxwell, E., 1950. Isotope Effect in the Superconductivity of Mercury. Physical Review, 78 (4), 477.

Meissner, W. and Ochsenfeld, R., 1933. Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfahigkeit. Die Naturwissenschaften, 21 (44), 787-788.

Meyerand, R.G. and Haught, A.F., 1963. Gas Breakdown at Optical Frequencies. Physical Review Letters, 11 (9), 401-401.

Michel, C., Hervieu, M., Borel, M.M., Grandin, A., Deslandes, F., Provost, J. and Raveau, B., 1987. Superconductivity in the Bi - Sr - Cu - O system. Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, 68 (4), 421-423.

Moftakharzadeh, A., Kokabi, A., Bozbey, A., Ghods-Elahi, T., Vesaghi, M., Khorasani, S., Banzet, M., Schubert, J. and Fardmanesh, M., 2008. Detectivity of YBCO transition edge bolometer: modulation frequency, bias current and absorber effects. Journal of Physics: Conference Series, 97, 012009-012009.

Morrow, G., 2000. Progress in MRI magnets. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 10 (1), 744-751.

MTI, 1997. Strontium Titanate Single Crystal. Materials Technologies International, USA, http://www.mtixtl.com/xtlflyers/SrTiO3.doc, (15.05.2011).

MTI, 2000. Yttria stabilized Zirconia. Materials Technologies International, USA, http://www.mtixtl.com/xtlflyers/YSZ-1.doc, (15.05.2011).

MTI, 2002. $LaAlO_3$ Single Crystal. Materials Technologies International, USA, http://www.mtixtl.com/xtlflyers/LaAlO3.doc, (15.05.2011).

Muller, K.H., Collocott, S.J., Driver, R. and Savvides, N., 1991. AC susceptibility of granular superconductors. Superconductor Science and Technology, 4 (1S), 325-327.

Nagendran, R., Thirumurugan, N., Chinnasamy, N., Janawadkar, M.P. and Sundar, C.S., 2011. Development of high field SQUID magnetometer for magnetization studies up to 7 T and temperatures in the range from 4.2 to 300 K. Review of Scientific Instruments, 82 (1).

Nakamura, M., Krauns, C. and Shiohara, Y., 1996. Oxygen Partial Pressure Dependence of the Yttrium Solubility in Y-Ba-Cu-O Solution. Journal of Materials Research, 11 (05), 1076-1081.

Neocera, 2007. Pulsed Laser Deposition System Operator's Manual.Neocera Inc., 11p, Maryland USA.

Okada, T. and Maeda, M., 1997. Laser spectroscopic studies of pulsed-laser deposition process for high-Tc thin films. Materials Science and Engineering B, 47 (1), 64-69.

Paglione, J. and Greene, R.L., 2010. High-temperature superconductivity in iron-based materials. 1006.4618.

QuantumDesign, 1999. Physical Property Measurement System: Resistivity Option User's Manual. Quantum Design, 48 p, San Diego USA.

Ramos, J., Chwala, A., Ijsselsteijn, R., Stolz, R., Zakosarenko, V., Schultze, V., Hoenig, H.E., Meyer, H.G., Beyer, J. and Drung, D., 1999. Low-noise Y-Ba-Cu-O flip-chip dc SQUID magnetometers. Applied Superconductivity, IEEE Transactions on, 9 (2), 3392-3395.

Ramos, J., Ijsselsteijn, R., Stolz, R., Zakosarenko, V., Schultze, V., Chwala, A., Meyer, H.G. and Hoenig, H.E., 1998. Key components for the fabrication of $YBa_2Cu_3O_{7-delta}$ flip-chip SQUID magnetometers and current sensors. Superconductor Science & Technology, 11 (9), 887-890.

Rocca, M., 2009. Cristallografia 2D-3D Metodi Basati Sulla Diffrazione. Surface Science Spectroscopy Group, University of Genova, Italy, http://www.fisica.unige.it/~rocca/Didattica/Laboratorio/06 cristallografia 2D-3D metodi basati sulla diffrazione.pdf, (20.12.2009).

Saxena, A.K., 2010. High-Temperature Superconductors. Springer, 226 p, Berlin, Germany.

Schilling, A., Cantoni, M., Guo, J.D. and Ott, H.R., 1993. Superconductivity above 130 K in the Hg-Ba-Ca-Cu-O system. Nature, 363 (6424), 56-58.

Schmidt, V.V., 1997. The Physics of Superconductors: Introduction to Fundamentals and Applications. Springer, 206 p, Germany.

Serway, R.A. and Jewett, J.W., 2004. Physics for Scientists and Engineers 6th Edition. Brooks Cole, 1296 p, USA.

Sheahen, T., 1994. Introduction to High-Temperature Superconductivity. Springer, 578 p, New York.

Shen, Z.Y., Wilker, C., Pang, P., Face, D.W., Carter, C.F. and Harrington, C.M., 1997. Power handling capability improvement of high-temperature superconducting microwave circuits. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 7 (2), 2446-2453.

Singh, R., Lal, R., Upreti, U.C., Suri, D.K., Narlikar, A.V., Awana, V.P.S., Albino Aguiar, J. and Shahabuddin, M., 1997. Superconductivity in Zn-doped tetragonal $LaBaCaCu_3O_{7-\ delta}$ systems. Physical Review B, 55 (2), 1216-1216.

Stewart, G.R., Fisk, Z., Willis, J.O. and Smith, J.L., 1984. Possibility of Coexistence of Bulk Superconductivity and Spin Fluctuations in $UPt_3$. Physical Review Letters, 52 (8), 679-679.

Tinkham, M., 2004. Introduction to Superconductivity: Second Edition. Dover Publications, 545 p, New York.

Von Allmen, M., 1976. Laser drilling velocity in metals. Journal of Applied Physics, 47 (12), 5460-5460.

Wang, J., Wang, S., Zeng, Y., Huang, H., Luo, F., Xu, Z., Tang, Q., Lin, G., Zhang, C., Ren, Z., Zhao, G., Zhu, D., Wang, S., Jiang, H., Zhu, M., Deng, C., Hu, P., Li, C., Liu, F., Lian, J., Wang, X., Wang, L., Shen, X. and Dong, X., 2002. The first man-loading high temperature superconducting Maglev test vehicle in the world. Physica C: Superconductivity, 378-381 (Part 1), 809-814.

Wasa, K., Kitabatake, M. and Adachi, H., 2003. Thin Film Materials Technology: Sputtering of Compound Materials. William Andrew.

Wee, S.H., Kim, K.H., Zhang, Y., Feenstra, R., Aytug, T., Martin, P.M., Zuev, Y., Goyal, A., Christen, H., Paranthaman, M.P. and Christen, D.K., 2007. HTS Annual Report 2007, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.

White, R.M., 1963. Generation of Elastic Waves by Transient Surface Heating.

Whittingham, S., 1995. Structure of the Superconductor $YBa_2Cu_3O_7$. Institute for Materials Research, SUNY, Binghamton NewYork, USA http://materials.binghamton.edu/labs/super/superc.html, (11.02.2010).

Wong, K.H., Hau, S.K., Chan, P.W., Leung, L.K., Choy, C.L. and Wong, H.K., 1991. XeCl excimer laser interaction with partially stabilized zirconia target. Journal of Materials Science Letters, 10 (14), 801-803.

Wu, M.K., Ashburn, J.R., Torng, C.J., Hor, P.H., Meng, R.L., Gao, L., Huang, Z.J., Wang, Y.Q. and Chu, C.W., 1987. Superconductivity at 93 K in a new mixed-

phase Yb-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure. Physical Review Letters, 58 (9), 908-910.

Yanmaz, E., Basoglu, M. and Grovenor, C.R.M., 2009. Anomalous ferromagnetic behaviour of $Y_2O_3$ and CuO nanoparticles in $YBa_2Cu_3O_y$ superconductor. Physica Status Solidi A-Applications and Materials Science, 206 (12), 2844-2850.

Young, H.D., Freedman, R.A. and Ford, L., 2007. University Physics with Modern Physics. Addison Wesley, 1550 p, USA.

## ÖZGEÇMİŞ

14 Mart 1980 tarihinde Almanya'nın Nürnberg kentinde dünyaya geldi. İlk, orta ve lise öğrenimini Erzurum'da tamamladı. 2005 yılında Atatürk Üniversitesi Kazım Karabekir Eğitim Fakültesi, Fizik Öğretmenliği Lisans programından (yüksek lisans ile birleştirilmiş) mezun oldu. 2005 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde doktora programına kayıt yaptırdı. 2006 yılından bu yana Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır.

2007 - 2009 yılları arasında, Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Yüksek İletkenlik Laboratuvarında, Neocera (USA) firmasından gelen uzmanlar eşliğinde Darbeli Lazer Yığma (PLD) sisteminin kurulumunu gerçekleştirerek, PLD operatörlüğü konusunda eğitim aldı.

Dünya Kayak Federasyonu (FIS) tarafından onaylı, Kayakla Atlama Ulusal Jüriliği unvanını aldıktan sonra, 2011 Erzurum Üniversitelerarası Kış Oyunları (Winter Universiade 2011) Kayakla Atlama branşında sekretarya ve tercüman olarak görev alarak, Kış Oyunları boyunca kayakla atlama başlangıç hakemliği yaptı.