T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Cu/MgB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN TOZ İÇİNDE TOZ TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEBİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

Hazırlayan
Emre CİMİNLİ

Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR

Yüksek Lisans Tezi

Nisan 2015
KAYSERİ

T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Cu/MgB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN TOZ İÇİNDE TOZ TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEBİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hazırlayan
Emre CİMİNLİ

Danışman
Doç. Dr. Fehmi NAİR

Bu çalışma; Sanayi Tezleri Projeleri Birimi
Tarafından 01138.STZ.2011-2 kodlu proje ile desteklenmiştir.

Nisan 2015
KAYSERİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.



Emre CİMİNLİ

YÖNERGEYE UYGUNLUK

"Cu/MgB_2 Süperiletken Tellerin Toz İçinde Toz Tekniği İle Üretilebilirliğinin İncelenmesi" adlı Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi'ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan
Emre CİMİNLİ

Danışman
Doç.Dr. Fehmi NAİR

Ana Bilim Dalı Başkanı
Prof. Dr. Necdet ALTUNTOP

Doç. Dr. Fehmi NAİR danışmanlığında **Emre CİMİNLİ** tarafından hazırlanan "**Cu/MgB_2 Süperiletken Tellerin Toz İçinde Toz Tekniği İle Üretilebilirliğinin İncelenmesi** " adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

28./04/2015

JÜRİ:

Danışman :Doç. Dr. Fehmi NAİR.....

Üye :Prof. Dr. Mehmet Baki KARAMIŞ .....

Üye :Yrd. Doç. Dr. Ercan ŞEVKAT .....

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 28/04/2015 tarih ve 2015/17:12 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

28./04./2015

Prof. Dr. Kâzım KEŞLİOĞLU

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

"Cu/MgB_2 Süperiletken Tellerin Toz İçinde Toz Tekniği İle Üretilebilirliğinin İncelenmesi" konulu tez çalışmamın seçiminde, yürütülmesinde, sonuçlandırılmasında ve sonuçlarının değerlendirilmesinde hiçbir şekilde maddi, manevi destek ve yardımlarını esirgemeyen, gece geç saatlere kadar benimle beraber kompozit malzeme laboratuvarında kalarak numune üretmeme yardımcı olan değerli hocam sayın Doç. Dr. Fehmi NAİR'e teşekkür ederim.

Numune olarak üretilen kompozit filmaşinlerin imalat aşamasında yardımlarını esirgemeyen, fikirleriyle üretim sürecinde beni sonuca daha hızlı ulaştıran 2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi Komutanlığı'ndaki tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Ayrıca, çalışmalarım süresince desteğini esirgemeyen ve bana her zaman güvenen aileme teşekkür eder, saygı ve sevgilerimi sunarım.

Emre CİMİNLİ

Kayseri, Nisan 2015

Cu/MgB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN TOZ İÇİNDE TOZ TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEBİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

Emre CİMİNLİ

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Nisan 2015
Danışman: Doç. Dr. Fehmi NAİR

ÖZET

Günümüzde süper iletken tellerin kullanım alanları gün geçtikçe artmaktadır. Süper iletken malzemeleri teknolojik açıdan ön plana çıkaran çok önemli temel özelliklerin başında elektriksel açıdan doğru akıma karşı sıfır direnç göstermeleri ve normal iletkenler ile karşılaştırıldıklarında oldukça yüksek akım taşıma kapasitesine sahip olmaları gelmektedir. Bu özellikler elektrik akımının taşınmasında, depolanmasında, güçlü mıknatısların yapılmasında, jeneratörlerde ve elektrik ile çalışan hassas cihazların üretilmesinde önemli bir yere sahiptir. Ayrıca yüksek frekanslarda son derece düşük direnç göstermeleri, çok düşük sinyal dağılımı ve neredeyse ışık hızına yakın hızlarda sinyal taşıma kapasitesine sahip olmaları ise haberleşme, askeri amaçlar (savunma sanayinde) ve mikrodalga teknolojilerinde önem arz etmektedir.

Bu tez çalışmasında öncelikli olarak toz metalürjisi ile oluşturulan bakır bir biletin merkezine yine toz tanelerinden oluşan MgB_2 (Mağnezyum di borür) malzemesinin ilave edilmesiyle, kompozit yapıda bir filmaşin, powder in powder (PIP) tekniğiyle elde edilmiştir. Filmaşin yapının elde edilebilmesi için çeşitli ekstrüzyon üniteleri tasarlanarak imal edilmiştir. Çalışmada birbirinden farklı çaplarda üç adet kalıp kullanılarak üretilen yirminin üzerindeki filmaşinler çeşitli mekanik testlere tabi tutularak boyutsal ve metalloğrafik özellikleri (gözeneklilik, çatlak oluşumu, tane yapısı, v.b.) ve bu özelliklerin ürün boyuna bağlı değişimi bakımından detaylı incelemeleri yapılmıştır.

Son olarak filmaşinler tel çekme kalıplarından geçirilerek ince çaplarda (0,5-1 mm), pratikte çok kullanılmayan ancak çeşitli endüstrilerde kullanılabilecek bakır esaslı kompozit tel üretimi gerçekleştirilmeye çalışılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Süper iletkenlik; MgB_2 süperiletkeni; PIT, İn-situ, Ex-situ tekniği; Cu Filmaşin.

AN INVESTIGATION ON THE MANUFACTURABİLİTY OF Cu/MgB_2 SUPERCONDUCTOR WIRES USING POWDER-IN-POWDER METHOD

Emre CİMİNLİ

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences
M. Sc. Thesis April 2015
Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Fehmi Nair

ABSTRACT

The areas of application of the süper-conductive wires have recently been increasing more and more. The main technical features, first in importance level, of the süper conductive materials are their capability of indicating no electrical resistance against the direct current and having too much high capacity of current carrying when they are compared to average ones. Mentioned features take up a lot of room in carrying and storing the electric current; manufacturing powerful magnets; in generators; and in manufacturing some delicate electric devices. Furthermore, their capability of applying so much low resistance at high frequencies, lower signal dispersion, and having a signal carrying capacity of so much close to the velocity of light are very important characteristics in the fields of communication, military purposes (defence industry), and microwave technologies.

In this study, a wire rod in a structure of composite was formed by adding MgB_2 (Magnesium diborür) consisting of dust particles into the center of a copper bar produced using the dust metallurgy in compliance with the powder in powder (PP) technique. Various extrusion units have been designed and manufactured in order to obtain the specific wire rod structure. More than twenty wire rods manufactured in this study using three dies each with different diameters were subjected to various mechanical tests, and inspected in detail for dimensional and metallographics characteristics (such as porosity, crack formation, grain structure, etc.), and also for changes in aforegiven features by the height of product.

Consequently, worked on diligently for producing a type of composite wire of copper base with small diameter (0,5-1 mm), which hasn't been used widely in practise, but may be used in some areas of industry, by extruding the wire rods through wire drawing dies.

Anahtar Kelimeler: Super-conductivity, MgB_2 super-conductive; PIT, In-situ, Ex-situ technique; Copper Wire rod.

İÇİNDEKİLER

CU/MGB_2 SÜPERİLETKEN TELLERİN TOZ İÇİNDE TOZ TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEBİLİRLİĞİNİN İNCELENMESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK i

YÖNERGEYE UYGUNLUK ii

KABUL ONAY iii

TEŞEKKÜR iv

ÖZET v

ABSTRACT vi

İÇİNDEKİLER vii

TABLOLAR LİSTESİ x

ŞEKİLLER LİSTESİ xi

GİRİŞ 1

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR DEĞERLENDİRMESİ

1.1. Süper iletkenlik 2

1.2. Süper İletkenliğin Tarihsel Gelişimi 2

1.3. Süper İletken Malzemelerin Temel Özellikleri, Önemi ve Kullanım Alanları ..6

1.4. Süper iletkenlik Temel Parametreleri 7

1.4.1. Kritik Sıcaklık ve Kritik Manyetik Alan 7

1.4.2. Kritik Akım ve Kritik Akım Yoğunluğu 9

1.5. MgB_2 Süper İletkeni 9

1.6 MgB_2 Tel ve Şerit Üretim Teknolojileri 11

1.6.1 Powder İn Tube Tekniği (PIT) 11

1.6.1.1 İn-Situ Metodu 14

1.6.1.2 Ex-Situ Metodu 14

1.6.2. Sürekli Tüpü Toz ile Doldurarak Katlama (CTFF) Yöntemi 15

1.6.3. Mg Difüzyon Metodu 16

1.6.4. Metal Matriks Kompozit (MMC) Metodu 16

1.6.5 Toz İçinde Toz Tekniği 17

1.7 Toz Metalurjisi 18

1.7.1.Toz Metalurjisinin Uygulama Alanları 18

1.7.2.Toz Metalurjisinin Avantaj ve Dezavantajları 18

1.8. Mekanik Alaşımlama 19

1.8.1 Mekanik Alaşımlamanın Uygulanması 21

1.8.2 MgB_2 Süper iletken Toz Üretimi 22

1.8.2.1 Kılıf Malzemesinin Etkisi 23

1.8.2.2 Sinterleme Sıcaklığının Etkisi 23

1.8.2.3 Kimyasal İlavelerin Etkisi 24

1.9. Ekstrüzyon Tanımı ve Temel Ekstrüzyon Teknikleri 25

1.9.1. Ekstrüzyon 25

1.9.2. Temel Ekstrüzyon Teknikleri 26

1.9.2.1. Direk Ekstrüzyon Yöntemi 27

1.9.2.2 Endirek Ekstrüzyon Yöntemi 28

1.9.2.3 Hidrostatik Ekstrüzyon Yöntemi 29

1.10. Süper iletkenliği oluşturan MgB2 İçerisine Yapılan Element Katkıları 30

2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal 35

2.1.1. Kullanılan Cu ve MgB_2 Tozları 36

2.1.2. Cu /MgB_2 Kompozit takoz İmalatında kullanılacak Deney Ünitesi Tasarımı ve İmalatı 37

2.1.2.1. Maça ve Basma Kalıbı İmalatı 39

2.1.3. Ekstrüzyon Kalıplarının İmalatı 39

2.2. Yöntem 40

2.2.1. Bilet ve Filmaşin Üretimi 40

2.2.2. Cu/MgB_2 Kompozit Takozların Ekstrüzyonu ve Filmaşin Elde Edilmesi 47

2.2.2.1 Takozların Ekstrüzyonu 47

3. BÖLÜM

DENEYSEL BULGULAR

3.1 Bilet ve Filmaşin Üretimi Esnasında Oluşturulan Ürünler ve Yaşanan Aksaklıklar 52

3.2. Filmaşinin Haddelenmesi 62

3.3. Kompozit Filmaşin ve Tellerin Mekanik ve Metallografik Muayenesi 65

3.4. Bulk ile Toz Kısmın Birbirine Bağlantısının İncelenmesi 66

3.5. Kompozit takozların Akış Davranışlarının Metallografik İncelenmesi 67

3.6. Filmaşinin Sertlik Ölçüm Değerlendirmesi 72

3.7. Tellerin Ara Kademeleri ve Sertlik Değerleri 74

3.7.1. Tellerin Sertlik Değerleri ve Mikro Yapı 74

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

KAYNAKLAR 79

ÖZGEÇMİŞ 88

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. Bazı alaşım ve metalik bileşiklerin süper iletken geçiş sıcaklıkları 10

Tablo 1.2. MgB_2 süper iletken sisteminin bazı önemli fiziksel özellikleri. 10

Tablo 2.1. Bakırın Genel Özellikleri 37

Tablo 2.2. SAE 6150 Malzemenin Kimyasal Kompozisyonu 38

Tablo 3.1. Oluşturulan Numunelere uygulanan Parametreler 60

Tablo 3.2. Hadde Silindiri Kanal Ölçüleri 63

Tablo 3.3. Filmaşinin Sertlik Değerleri 73

Tablo 3.4. 0.5 ve 1 mm'lik Tellerin Sertlik Değerleri 74

Tablo 3.5. Ara Kademe Tellerin Sertlik Değerleri 75

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. 1945 yılından itibaren dünyada süper iletkenlik konusunda yapılan akademik çalışmaların sayısal değerleri, ... 4

Şekil 1.2. Süper iletken malzemelerin tarihsel gelişimi 5

Şekil 1.3. Normal metal ve süper iletken malzemelere ait karakteristik özdirenç-sıcaklık grafiği 6

Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi 8

Şekil 1.5. "Ex-situ" ve "in-situ" PIT yönteminin uygulamasının şematik gösterimi .. 12

Şekil 1.6. Demir Kaplı Şeridin SEM görüntüsü 13

Şekil 1.7. CTFF Metodunun Şematik Gösterimi 15

Şekil 1.8. Toz Metalurjisi Parçalarına Örnekler 18

Şekil 1.9. Mekanik alaşımlanmış malzemelerin gelecekteki ve günümüzdeki uygulama alanları 20

Şekil 1.10. Bir öğütücü tankın kesiti 21

Şekil 1.11. Mekanik alaşımlama ile parça üretimi 22

Şekil 1.12. Sinterleme Sıcaklığının Kritik Geçiş Sıcaklığına Olan Etkisi 23

Şekil 1.13. 3 GPa Basınç Altında Isıtılmış Basit MgB_2 Örneğinin SEM Mikroskop Görüntüsü 24

Şekil 1.14. Doping malzemelerinin kritik geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisi 25

Şekil 1.15. Direk ekstrüzyon yöntemi 27

Şekil 1.16. Direk ekstrüzyon yönteminde kuvvet eğrisi 28

Şekil 1.17. Endirek ekstrüzyon yöntemi 28

Şekil 1.18. Endirek ekstrüzyonda kuvvet eğrisi 29

Şekil 1.19. (Hidrostatik Ekstrüzyon Yöntemi) 30

Şekil 1.20. (Kuvvet Eğrisi) 30

Şekil 1.21. Farklı oranlarda SiC ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB_2 şeritleri için kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı grafiği 31

Şekil 1.22. Farklı oranlarda C ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB_2 için manyetizasyonun sıcaklığa bağlı grafiği. 32

Şekil 1.23. XRD (Cu Kα ışıması) C katkılı MgB_2 (110) düzlemine ait tepenin kaydığını göstermektedir. Buda, bor'un karbon ile yer değiştiğini işaret etmektedir. C katkı miktarı %7.4 tür 33

Şekil 2.1. Cu / MgB_2 süper iletken kompozit tellerin imalat sürecinin şematik gösterimi 35

Şekil 2.2. Cu/MgB_2 kompozit tel üretiminde kullanılan a) Bakır tozu, b)MgB_2 tozu 36

Şekil 2.3. Deney Ünitesinin, a) Kesit Resmi b) 3D Model Resmi 38

Şekil 2.4. Maça, Zımba ve Basma Kalıbı 39

Şekil 2.5. Ekstrüzyon Kalıpları 40

Şekil 2.6. Maça ve Kalıbın Grafitlenen Kısmı 41

Şekil 2.7. Tasarlanan Düzeneğe Maça ve Basma Kalıplarının Yerleştiriliş Sırası 42

Şekil 2.8. Bakır Tozunun a) Tartılması, b) Kalıp boşluğuna doldurulması 42

Şekil 2.9. 150 Tonluk Hidrolik Pres (a), Biletin Sıkıştırılışı (b), Oluşan Bilet Yüzeyi (c) 43

Şekil 2.10. a) Takoz üretim kalıbı ısıtma ünitesi, b) Isı kontrol ünitesi, c) Takoz boşluğuna MgB_2 tozunun doldurulması 44

Şekil 2.11. Cu/MgB2 kompozit takozun sıcak preslenmeye hazırlanması. 45

Şekil 2.12. Ekstrüzyona hazır hale getirilmiş bakır kılıflı , MgB2 özlü kompozit takozların görüntüsü 46

Şekil 2.13. Ekstrüzyon İşleminin Temsili Modeli 47

Şekil 2.14. Ekstrüzyon Ünitesi 48

Şekil 2.15. Ekstrüzyon Ünitesinin Prese Sabitlenmesi (a), Pres İticisinin Baskı Puluna Teması (b), Kalıbın Üniteye Yerleştirilişi (c) 49

Şekil 2.16. Düzeneğe Yerleştirilen a) İlave İzolasyon Malzemesi b) Kalıp desteği 49

Şekil 2.17. Tasarımı yapılan ekstrüzyon ünitesi üzerinde filmaşin üretimi 50

Şekil 2.18. Ekstrüzyon Sonucu Elde Edilen Filmaşin Yapı ve Arta Kalan Disk Malzemesi 51

Şekil 2.19. Cu /MgB_2 takozu ekstrüzyonu ve ürün kesit görünüşü 51

Şekil 3.1. Birinci Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Parçalı takoz 52

Şekil 3.2. İkinci Takoz Üretim Denemesi Sırasında Oluşan Yapı 53
Şekil 3.3. Üçüncü Takoz Üretim Denemesi Sonucu Üretilen Bilet Yapısı 53
Şekil 3.4. a) Dördüncü Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Kompozit Takoz, b)Ekstrüzyon Sonrası Filmaşin c) Filmaşin Üzerinde Ayrılan Bölgenin Detayı 54
Şekil 3.5. Beşinci Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Takozun Görüntüsü. 55
Şekil 3.6. a) Altıncı Takoz Üretim Denemesi Sonucu Üretilen Takoz, b) Bu Takozun Ekstrüzyonundan Elde Edilen Ürünün Görüntüsü 55
Şekil 3.7. Yedinci Deney Sonucu Üretilen Bilet ve Ağız Kısmı Açılmış Filmaşin 56
Şekil 3.8. Sekizinci Deney Sonucu Üretilen Yapı, a) Kompozit Kısım, b) Bakır Tampon 57
Şekil 3.9. Onuncu Deney Sonucu Üretilen Tamamen Cu'dan Oluşan Filmaşin 58
Şekil 3.10. Onbirinci Deney Sonucu Üretilen Merkezi B_4C olan Filmaşin 58
Şekil 3.11. Onikinci Deney Sonucu Üretilen Merkezi MgB_2 olan Filmaşin 59
Şekil 3.12. Onüçüncü Deney Sonucu Üretilen Filmaşin 59
Şekil 3.13. Tel haddelemeye hazır hale getirilmiş filmaşinler 60
Şekil 3.14. a) Hadde ünitesi, b) Kalibreli merdaneler, c) Merdane kesiti, d) Haddelenmiş Cu/MgB_2 Kompozit tel kesiti 62
Şekil 3.15. Haddeleme Esnasında ikiye ayrılan Filmaşin 64
Şekil 3.16. Çeşitli Üretim Kademelerinde Ürün Görünüşleri 64
Şekil 3.17. İmal edilen θ=0.5 ve 1mm'lik teller ve ürün olarak oluşturulan bobinler .. 65
Şekil 3.18. Bakalit Presi 66
Şekil 3.19. Bulk ve Tozun Birbiri İçerisine Akışı 66
Şekil 3.20. Filmaşinin Kalıba Alınması (a), Kalıp Sonrası Bölünmesi (b), Yüzeyinin Parlatılması (c) 67
Şekil 3.21. Yüzey Parlatma Makinası ve İşlemi 67
Şekil 3.22. Takoz Ürün Ara Kesiti 68
Şekil 3.23. Birinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü 69

Şekil 3.24. İkinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü 69

Şekil 3.25. Dördüncü Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü (a), Mikroskop Görüntüsü (b), Mikro Sertlik Cihazından Alınan Görüntü (c), Makroskop Görüntüsü (d) 71

Şekil 3.26. Beşinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü (a), Mikroskop Görüntüsü (b), Mikro Sertlik Cihazından Alınan Görüntü (c),..... 71

Şekil 3.27. Filmaşinin Kesilen Kısmı (a), Bakalite Alma (b), Yüzey Parlatma (c) 72

Şekil 3.28. Mikrosertlik Cihazı (a), Sertlik Ölçüm İzi (b)..... 72

Şekil 3.29. Serlik Alınan Filmaşinin Kesit Görüntüsü 73

Şekil 3.30. 0.5 ve 1 mm'lik Tellerin hazırlanması ve Bakalite Alınması (a,b), Ara Kademe Tellerin Bakalite Alınması (c) 74

Şekil 3.31. Ara Kademe Tel Kesitleri (a), Kılıf Atması Olayı (b) 75

GİRİŞ

Süper iletkenler belirli şartlarda elektrik akımına karşı dirençsiz ve de manyetik akıyı dışlama özelliğine (dimanyetik) sahip malzemelerdir. Bu bakımından pek çok endüstriyel alanda uygulama potansiyeline sahiptirler. Süper iletkenlerin uygulama alanları arasında, manyetik akıyı dışlaması özelliğinden yararlanılarak hızlı trenlerin yapımı, tıpta manyetik rezonans görüntüleme (MRI) uygulamaları, manyetik yataklar, elektron akışına dirençsiz olmaları nedeniyle elektrik ve elektronik sanayinde bilgisayar teknolojisindeki uygulamaları sayılabilir. Geleneksel süper iletkenlerden Cu ve Cu matriksli Nb/Ti/Sn alaşımları elektromanyetik uygulamalarda kullanılmaktadır.

Günümüzde süper iletken olarak Magnezyum diborid (MgB_2) malzemesi yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. MgB_2 eskiden beri bilinen bir bileşik olmasına rağmen süper iletkenlik özelliği 2001 yılında keşfedilmiş ve günümüzde en popüler süper iletkenlerden birisi olmuştur. MgB_2 geleneksel metalik süper iletkenlere benzemekle birlikte yüksek ($T_c \cong 40$ K) değeri ile oldukça ilgi çeken seramik süper iletkenlerden biridir. Süper iletken MgB_2' nin teknolojiye aktarımında (örneğin kablo, magnet bobin, vb.) tel ve şerit formunda üretimi gerekmektedir. Ancak bu malzeme mekanik açıdan sert ve gevrek bir özellik sergilediğinden şekil alma kabiliyeti oldukça düşüktür. Bu nedenle bu malzemenin süper iletkenlik özelliklerine zarar vermeden istenilen formlarda üretilebilmesi üzerinde çalışmaların devam ettiği önemli bir konudur.

Mühendislik uygulamalarında gün geçtikçe kullanım alanı artan ve büyük bir sektör haline gelen süper iletken malzemelerin gelişmesine katkıda bulunmak için bu tez çalışması kapsamında toz içinde toz (Powder in Powder) tekniği kullanılarak bakır esaslı kompozit filmaşinler üretilip mekanik özellikleri değerlendirilmiştir.

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR DEĞERLENDİRMESİ

1.1. Süper iletkenlik

Süper iletkenlik H. K. Onnes tarafından 1911 yılında civa üzerinde keşfedilmesinden bu yana en az bilim adamları ve mühendisler kadar popüler bilim meraklılarının ilgi odağı olma özelliğini kesintisiz sürdürüyor. Temel özelliklerinin araştırıldığı katı hal fiziği konularının [1, 2] yanı sıra manyetik alan süper iletken ilişkileri [3], süper iletken aygıtlar fiziği ve mühendislik uygulamaları [4, 5] bu heyecan verici dalın temel araştırma konularını teşkil ediyor. Mühendislik uygulamaları arasında süper iletken mıknatıs tasarımı ve üretimi önemli bir yer tutmaktadır.

Herhangi bir malzemede (metal, alaşım ve seramik oksitler veya organik bileşikler) malzemenin yapısına bağlı olarak belirli bir kritik sıcaklık değerinde (Tc) elektriksel direncin sıfıra düşmesi olayı süper iletkenlik olarak adlandırılmaktadır. Malzeme oda sıcaklığından itibaren kritik sıcaklık, Tc'nin altındaki sıcaklıklara soğutulduğunda elektriksel direnç aniden sıfıra düşer ve süper iletken faza geçer. Kritik sıcaklık değerinin üzerinde malzemede normal faz (dirençli durum) hâkimdir. Dolayısıyla süper iletken-normal faz geçişi tersinir bir özellik sergilemektedir. [6]

1.2. Süper İletkenliğin Tarihsel Gelişimi

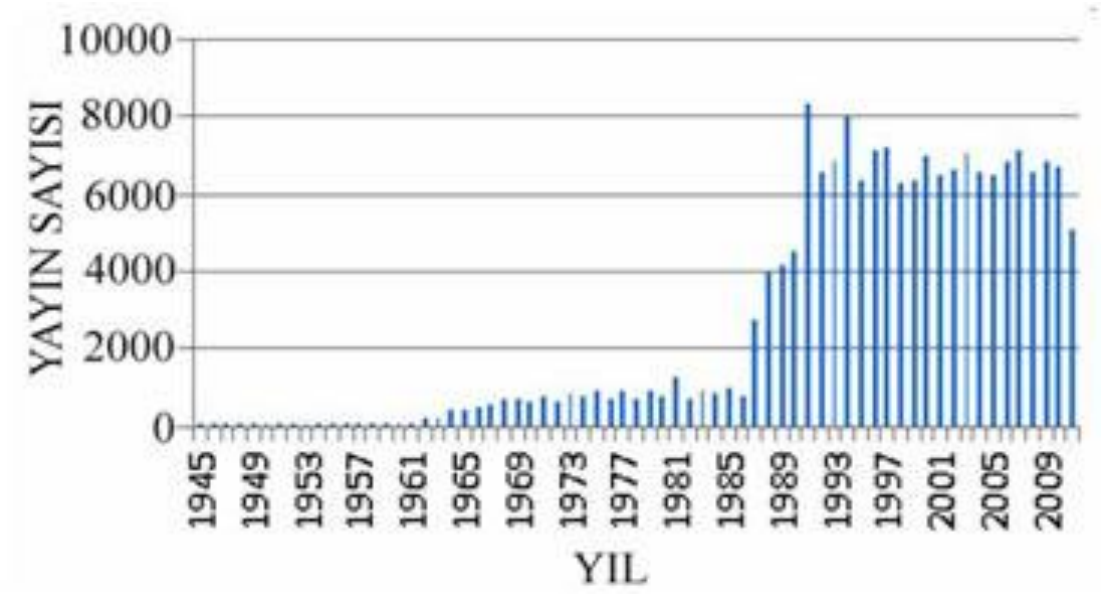
Süper iletkenlik ile ilgili ilk deneysel çalışmalar 1911 yılında Kamerling Onnes'in metalik civa da 4,2 K (-269ºC)'de süper iletkenliği keşfetmesi ile başlamıştır. Elementel olarak başlayan bu çalışmalar 1960'lı yıllara doğru hızlanmaya başlamış ve metal alaşımları da kapsamıştır. 4,2 K olan ilk süper iletkenliğe geçiş sıcaklığı (Tc) 1960'lı yılların başında 23 K'nin üzerine çıkmıştır. Bu durum bilim insanları tarafından

heyecanla karşılanmış ve süper iletkenlik konusundaki çalışmalar hem yeni malzemelerin bulunması ve teknolojik uygulamaların araştırılması hem de teorik altyapının kurulması ve anlaşılabilmesi üzerine hızla devam etmiştir. Malzeme konusunda en önemli kırılma noktası 1986 yılını işaret etmektedir. Bilim insanlarının büyük çoğunluğu metal alaşımlarla bir sıçrama beklerken ilk bakır oksit düzlemine sahip LaBaCuO seramik malzemesinde 30 K' lik Tc değeri elde edilmiştir.

Deneysel fizikçiler, metalürji ve malzeme mühendisleri hararetle süper iletkenliğin daha yüksek sıcaklıklarda oluşabileceği kullanılabilir malzemeler aramakla meşguldürler. İlk nesil süper iletkenler ancak sıvı helyum ile sürekli soğutularak dirençsizlik özelliklerini devam ettirebiliyorlar. Bu da süper iletkenlerin sanayide kullanımını son derece pahalı hale getiriyor. Daha sonra Azot gazının sıvılaşma sıcaklığı (77K) üzerinde süper iletkenliğin bulunduğu BISCO [7] ve YBCO [8] gibi kademeli bakır oksit seramik malzemeler bir süre ümit teşkil etmiştir. Fakat bu malzemelerin üretilmesi, işlenmesi ve kablo haline getirilmesi [9] konularında rastlanan temel zorluklar bu teknolojilerin günlük hayata girmesine bu güne kadar müsaade etmemiştir.

Kısa süre içerisinde birçok araştırma grubu ve bilim insanı bu kez seramik malzemeler üzerinde yoğun çalışmalar içerisine girmişler ve 1987 yılının son günlerinde Lantan'nın Yttrium ile yer değiştirmesi sonucu bulunan YBa2Cu3Ox seramik sisteminde o günler için inanılması güç bir sıcaklık olan Tc=92K değerine ulaşılmıştır. [10]

Bu durum tüm dünyada bilim insanlarının ve teknoloji firmalarının ilgisini bir anda süper iletkenlik üzerine çekmiştir. Sadece fizikçiler, kimyacılar değil neredeyse tüm mühendislik ve malzeme bilim dallarından araştırmacılar süper iletken malzemeler üzerine yoğunlaşmışlardır, bu durum o yıllar itibari ile uluslararası indekse giren şekil 1.1 deki çalışmalardan da açıkça görülmektedir.



(Web of Science verilerinden derlenmiştir.)

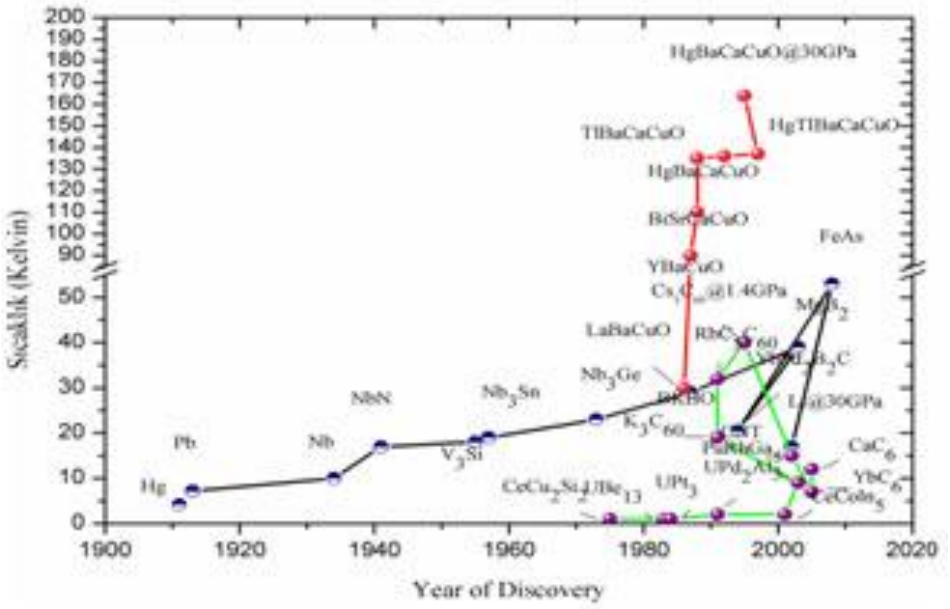
Şekil 1.1. 1945 yılından itibaren dünyada süper iletkenlik konusunda yapılan akademik çalışmaların sayısal değerleri,

Bunun sonucunda 1988 yılında 3 farklı süper iletken faza sahip olan BSCCO sistemi ve hemen sonra da TlBa2Can-1CunO2n+3 sistemi (122 K) bulunmuştur. 1993 yılında da Hg tabanlı malzemelerde 134 K'de süper iletkenlik bulunmuştur. Aynı yıl yüksek basınç altında bu malzemenin 164 K de süper iletken faza geçmesinin keşfi ile bilinen en yüksek geçiş sıcaklığı böylece 164 K olmuş ve bu değer henüz geçilememiştir. Bu buluşlardan sonra süper iletken malzemeler iki temel gruba ayrılmış ve sadece saf metal ve metal alaşımları kapsayan birinci nesil malzemeler düşük sıcaklık süper iletkenler (LTS) veya birincitip süper iletkenler ve 1986 yılından itibaren üretilen seramik (bakır oksit) süper iletkenlerde yüksek sıcaklık süper iletkenler (HTS) veya ikinci tip süper iletkenler olarak adlandırılmışlardır.

2001 yılının başında ise bilim dünyası seramik süper iletkenlerden önemli sonuçlar beklerken bu kez metal alaşım MgB_2 süper iletken sisteminin ~39 K'de süper iletken faza geçtiği bulunmuştur. Aslında 1950'li yıllardan beri iyi bilinen ve metaller için uygun bir katalizör olan MgB_2 malzemesi çok sayıda metal alaşımlamada kullanılan bir malzeme olmasına rağmen 2001 yılına kadar bu özelliği bilinmemekteydi. 2000'li yılların başında bir diğer önemli buluş ise Ru tabanlı (RuGdSrCuO) manyetik süper iletken seramik sistemin ~55 K civarında süper iletken faza geçmesi olmuştur. Ancak çok kararlı özellikler göstermeyen bu malzemeye olan ilgi kısa sürede kayıp olmuştur.

2009 yılında ise FeAs-tabanlı (FBS, pnictides) süper iletkenlerde 56 K da süper iletkenliğe geçiş gözlenmiştir. Bu malzeme üzerinde yapılan çalışmalardan elde edilen ilk verilere göre HTS malzemelerin seramik karakterinin aksine bu malzeme daha ziyade metalik özellik göstermektedir.

Mekanik ve mikro-yapısal özellikleri de daha önceki HTS malzemelere göre farklılıklar göstermektedir. Süper iletken sistemler ile ilgili tarihsel gelişim Şekil 1.2 de grafiksel olarak verilmiştir.

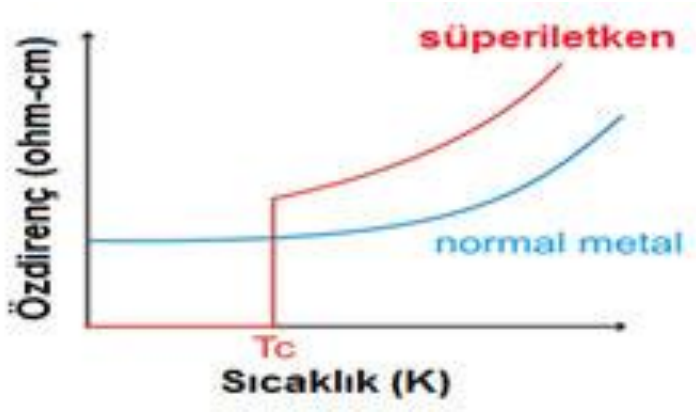


Şekil 1.2. Süper iletken malzemelerin tarihsel gelişimi

Genel olarak LTS ve HTS süper iletken malzemelerin teknolojik uygulamaları için homojen ve polikristal formda olmaları gerekir ve bunun için de tanecikler arası ve taneciklerin içerisindeki etkileşimleri ve özelliklerin kontrol edilebilmesi çok önemli bir yer tutmaktadır. Polikristal süper iletken malzemelerin temel özellikleri mikro yapısal değişimlerinden doğrudan etkilenmektedir. Öyle ki, tanecik sınırlarında meydana gelecek 3-5 derecelik eğilmeler veya hatalı yönlenmeler HTS süper iletkenlerin kritik akım yoğunlukları üzerinde negatif etki yapabilmektedir. Örneğin LTS malzemeler için tanecik sınırlarının çok fazla bir önemi yokken HTS malzemeler tanecik sınırlarında meydana gelecek hizalanma veya yanlış yönlenmelere karşı hassas davranmaktadır.[10]

1.3. Süper İletken Malzemelerin Temel Özellikleri, Önemi ve Kullanım Alanları

Süper iletken malzemeleri teknolojik açıdan ön plana çıkaran çok önemli temel özellikleri vardır. Bunların başında elektriksel açıdan doğru akıma (d.c.) karşı sıfır direnç (her ne kadar direnç tam olarak sıfır olmasa da 10-8 ohm-cm basamağı uluslararası formatta sıfır olarak kabul edilmektedir) göstermeleri, normal iletkenler ile karşılaştırıldıklarında oldukça yüksek akım taşıma kapasitesine sahip olmaları gelmektedir,



Şekil 1.3. Normal metal ve süper iletken malzemelere ait karakteristik özdirenç-sıcaklık grafiği.

Bu özellikler elektrik akımının taşınmasında, depolanmasında, güçlü mıknatısların yapılmasında, jeneratörlerde ve elektrik ile çalışan hassas cihazların üretilmesinde önemli bir yere sahiptir. Yüksek frekanslarda son derece düşük direnç göstermeleri, çok düşük sinyal dağılımı ve neredeyse ışık hızına yakın hızlarda sinyal taşıma kapasitesine sahip olmaları ise haberleşme, askeri amaçlar (savunma sanayinde) ve mikrodalga teknolojilerinde önem arz etmektedir.[10]

Günümüzde süper iletken mıknatıslar parçacık hızlandırıcıları ve Tokamak reaktörleri [11], hızlı trenler (Maglav) [12] ve en önemlisi manyetik rezonans görüntüleme (MRI) tıbbi tarayıcıları [13] uygulamalarının vazgeçilmez bir parçası olmuşlardır.

Dirençsiz/kayıpsız olarak elektrik akımını iletmeleri ve hatta yüksek frekanslarda dahi çok düşük direnç göstermeleri devre elemanları üzerinde veya daha geniş anlamda devrelerde/cihazlarda ısınma problemini de ortadan kaldırmaktadır.

Normal metaller için T(K)=0 da ρ=ρ0 iken süper iletkenlerde T Süper iletken malzemeler manyetik özellikler açısından da elektriksel özellikleri gibi çok önemli özelliklere sahiptir. Örneğin manyetik alana karşı yüksek hassasiyetleri, konvansiyonel manyetik alan detektörlerine ve benzeri ölçüm sistemlerine göre 1000 kez civarında daha hassas sonuçlar verebilmeleri günümüz teknolojisi için son derece önemli uygulama alanları oluşturmaktadır. Bir diğer önemli özellikleri ise dışarıdan uygulanan yüksek manyetik alanları bile rahatlıkla dışarlamalarıdır. Bu durum aynı zamanda Manyetik kaldırma kuvveti (levitasyon) olarak bilinir ve günümüzde hızlı süper iletken trenlerin de (MAGLEV) temelini oluşturmaktadır. Süper iletken bir malzeme manyetik alan altında kritik geçiş sıcaklığına (Tc) doğru soğutulduklarında (field cooling, FC) manyetik akıyı çivileme merkezlerinin (pinning centre) içerisinde tutarlar, hapsederler ve eğer manyetik alan daha artırılacak olursa manyetik itici kuvvetler ortaya çıkmaya başlar. Benzer şekilde eğer dışarıdan uygulanan manyetik alan azaltılacak olursa bu kez de çekici kuvvetler hakim olmaya başlarlar. Bu çekici kuvvetler de doğrudan kuvvetli çivilenme merkezleri ile ilgili olmaktadır. Manyetik kaldırma kuvveti durumunda, manyetik alan örneğe ya sürekli bir magnetten ya da bir elektromagnetten uygulanabilir. Eğer örnek bir manyetik alan altında soğutuluyorsa, manyetik akı örnek içerisinde çivileme merkezlerinde yoğunlaşmaktadır. Eğer süper iletken örnek magnete yaklaştırılacak olursa, örneğe uygulanan manyetik alanın değeri artacaktır (itici kuvvetin değeri artacaktır). Eğer bu hacimsel süper iletken malzeme magnetten eksenel yönde uzaklaştırılacak olursa bu kez de çekici kuvvetler artmış olacaktır. Bu durum MAGLEV trenleri ve süper iletken rulman sistemleri için çok önemlidir. Son olarak özellikle dijital teknolojide ve hızlı bilgisayarlarda gerekli olan ve yarıiletken sistemlere göre çok daha hızlı veri aktarımının süper iletkenler ile sağlanabilmesi günlük yaşantımızda ve teknolojide çok önemli uygulama alanları olarak karşımıza çıkmaktadır. [10]

1.4. Süper iletkenlik Temel Parametreleri

1.4.1. Kritik Sıcaklık ve Kritik Manyetik Alan

Süper iletkenlerin temel özelliklerinin başında, belli bir sıcaklık değerinde dirençlerinin aniden sıfıra düşmesi gelir. Bir süper iletkenin öz direncini kaybettiği bu sıcaklığa süper iletkenliğe geçiş sıcaklığı ya da “kritik sıcaklık” adı verilir ve Tc ile gösterilir. Kritik

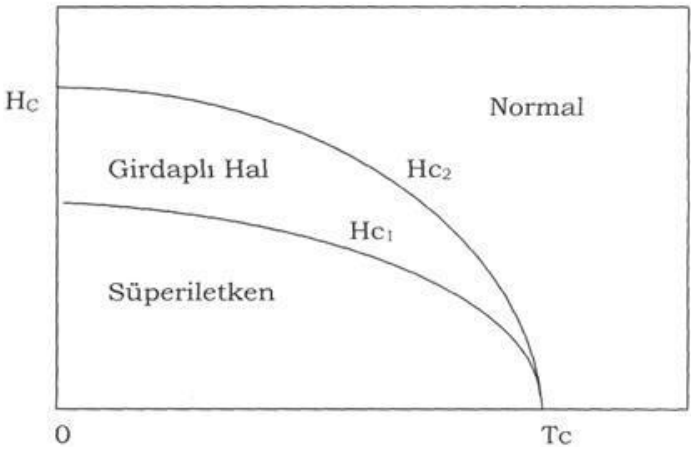
sıcaklık değeri her metal için farklıdır. Kritik sıcaklığın altında metal, süper iletken özellik gösterirken, kritik sıcaklığın üzerinde, normal davranış gösterir.[14]

Manyetik alanın içerisinde bulunan süper iletkenin Tc kritik sıcaklığı manyetik alan arttıkça azalmaktadır. Manyetik alan kritik bir Hc değerini aştığında, süper iletkenlik ortadan kalkar ve madde normal iletken gibi davranır. Maddenin süper iletken durumdan normal duruma geçmeye başladığı anda uygulanmış olan manyetik alan değerine "kritik manyetik alan" denir.[15]

Kritik manyetik akı şiddeti Bc ve kritik manyetik alan şiddeti Hc ile gösterilir. Bu iki değerin kritik sıcaklığa bağlılığı şu şekildedir:

$$H_C(T) = H_C(0)\left[1 - (\frac{T}{T_c})^2\right] \qquad \text{Denklem 1.4}$$

Bu denklemin diyagramına "süper iletken faz diyagramı" denir. [14]



Şekil 1.4. Kritik manyetik alanın sıcaklıkla değişimi [14]

Denklem 1.4'de bulunan Hc(0), malzemenin süper iletkenliğinin ortadan kaldırılması için gereken maksimum manyetik alandır. Süper iletken malzemeye uygulanan manyetik alan, Hc(0) değerini aşarsa, malzeme hiçbir sıcaklıkta süper iletken olmaz. Kritik manyetik alan, T=0 sıcaklığında maksimum değerini alır ve T=Tc sıcaklığında ise sıfır olur. Bu durum beklenen bir durumdur, çünkü T=Tc sıcaklığında malzeme zaten normal durumdadır. [16]

1.4.2. Kritik Akım ve Kritik Akım Yoğunluğu

Süper iletken maddelerin kayıpsız taşıyabileceği maksimum iletim akım miktarı sınırlıdır. Süper iletkene uygulanan akım değeri bu kritik miktarı aşarsa süper iletkenlik bozulur ve direnç ortaya çıkar. Süper iletkenlik kaybolmadan numunenin geçirebileceği en yüksek akım değerine kritik akım denir ve Ic ile gösterilir. [15]

Süper iletkenlik durumunu bozan sadece dışarıdan numuneye uygulanmış olan manyetik alan değildir. Bunun yanı sıra, bir süper iletken içerisindeki akım yoğunluğu, kritik akım yoğunluğu (Jc) olarak adlandırılan bir değeri aştığı zaman süper iletkenlik ortadan kaybolur [17]. Kritik akım yoğunluğu değeri, geçiş sıcaklığında (T=Tc) artmaya başlar ve T=0 sıcaklığında maksimum değerine ulaşır.

1.5. MgB_2 Süper İletkeni

Magnezyum diborür yaklaşık 50 yıldır bilinen bir bileşik olmasına rağmen ilk kez Profesör Akimitsu ve grubu tarafından Ocak 2001'de 40 K'nin altında süper iletken olduğu bulunmuştur. Yüksek sıcaklık süper iletkenlerine göre yaklaşık 40 K'lik kritik sıcaklık düşük sayılmasına rağmen, saf metaller ve alaşımlar içerisinde en yüksek süper iletkenlik kritik sıcaklığı olması sebebiyle büyük önem taşımaktadır. İntermetalik bileşken MgB_2'e de süper iletkenliğin keşfedildiği 2001 [18] yılının başından bu yana, bu heyecan verici malzemeye temel ve uygulamalı fizik ve mühendislik konularında ilgi artarak sürüyor. Bilhassa,

- Tane sınırları arasındaki güçlü bağ [19],
- Alışılagelmiş süper iletken kablo malzemelerine ($NbSn_3$ ve NbTi) nazaran yüksek ikinci kritik alanı (H_{C2}) [20],
- Düşük üretim maliyeti [21],
- İkili bir bileşik olması (Basit kristal yapı),
- Yüksek mıknatıslanma özelliği,

- Temel bileşenin elektron-fonon çiftleşmesine bağlı, 39.5 K gibi yüksek süper iletkenliğe geçiş sıcaklığı [18,22],

Tablo 1.1. Bazı alaşım ve metalik bileşiklerin süper iletken geçiş sıcaklıkları [14]

	Ta-Nb	Pb-Bi	Nb_3Sn	Nb_3Ge	MgB_2
T_c (^{0}K)	6.3	8	18	23	40

	Nb	Pb	Ta	Sn	Zr
T_c (^{0}K)	9.3	7.2	11	18	23

- Yüksek akım taşınması için en uygun tanecikler arası sınırlar,

- Ucuz olması bu malzemeye olan yüksek ilginin başlıca sebepleri arasındadır. [23]

Tablo 1.2. MgB_2 süper iletken sisteminin bazı önemli fiziksel özellikleri.

MgB_2 'nin Fiziksel Özellikleri	
Tc, K	39-40
Coh. Uz. (ab), Å	37-120
Jc, (4.2 K, 0 T), A.cm^{-2}	~107
Hc üst, T	14-39
Hc alt, mT	27-48
Taşıyıcı yoğunluğu, h/cm^3	~2×1023
Penetration, Å	850-2000
İzotop etkisi.	=0.32

MgB_2 süper iletken malzemesinin önemli fiziksel özellikleri Tablo 1.2'de özetlenmektedir.[10]

Özellikle Bor elementinin tüm dünya rezervlerinin %72 sinin ülkemizde bulunması [24] MgB_2 malzemesine ayrı bir stratejik önem katıyor. MgB_2'deki süper iletkenliğin keşfini takip eden birkaç sene içerisinde değişen uzunluklarda süper iletken kablo imalatı birkaç farklı grup tarafından gerçekleştirildi [24]. MgB_2 bazlı süper iletken kablo üretiminde alternatif metotlar [26] olmasına karşın ağırlıklı olarak tüp içerisinde toz

(Powder in Tube, PIT) metodu genel olarak benimsenmiş durumdadır. MgB_2 tozunun ya da Mg ve B öncüllerinin içerisine sıkıştırıldığı metal tüp için seçilmiş alternatif malzemeler arasında Bakır (Cu) , Alüminyum (Al), Titanyum(Ti), Gümüş (Ag), Nikel (Ni) öne çıkmaktadır. [27] Bunun yanı sıra saf Cu tüp içerisine Ti zırh gibi kompozit bir metot [28]'da bulunmaktadır. Bu seçimler arasında en başarılı süper iletken elektrik özellikleri Cu-Ti kompozit metodunda gözlemlenmiştir. Bunun muhtemel sebebi olarak da dış kısımdaki Cu tüpün üstün ısı iletme ile Ti iç zırhın üstün mekanik özelliklerinin birleşmesini zikredebiliriz.

1.6 MgB_2 Tel ve Şerit Üretim Teknolojileri

MgB_2, süper iletkenlik özelliğinin keşfinden günümüze kadar geçen süre içerisinde değişik formlarda üretilmiştir. Örneğin; ince filmler, değişik geometrilere sahip bulk malzemeler, tek kristaller, toz, tel, şerit ve kablo olarak sıralayabiliriz. Hazırlanan tüm formlarda güdülen temel amaç bu malzemenin süper iletkenlik özelliklerini iyileştirmekle birlikte teknolojik uygulamalara da uyarlanabilmesini sağlamaktır. [6]

1.6.1 Powder İn Tube Tekniği (PIT)

H*T*c süper iletkenlerin keşfinden günümüze kadar süper iletken sistemler üzerine farklı numune hazırlama metotları uygulanarak, teknolojik açıdan büyük bir öneme sahip olan akım yoğunluğunun arttırılması amaçlanmıştır. Bu yöntemler içerisinde en iyi sonucu veren PIT metodu olmuştur. Bu metot yüksek kaliteli süper iletken kablo, şerit, ince tel, kalın film v.b. formda malzeme hazırlanmasını mümkün kılmaktadır. PIT tekniğini kendi içerisinde in-situ metot ve ex-situ metot olmak üzere iki temel metoda ayırabiliriz. PIT metodu ile numune hazırlanırken uygulanacak işlem sırası ise aşağıdaki gibidir; [6]

1) Hazır olarak alınmış tepkin MgB_2 tozu (ex-situ metot ile) veya stokiyometrik kompozisyonda karıştırılmış Mg ve B toz karışımı (in-situ metot ile) çok küçük parçacık boyutuna sahip tozların eldesi için öğütme işlemine tabi tutulur.

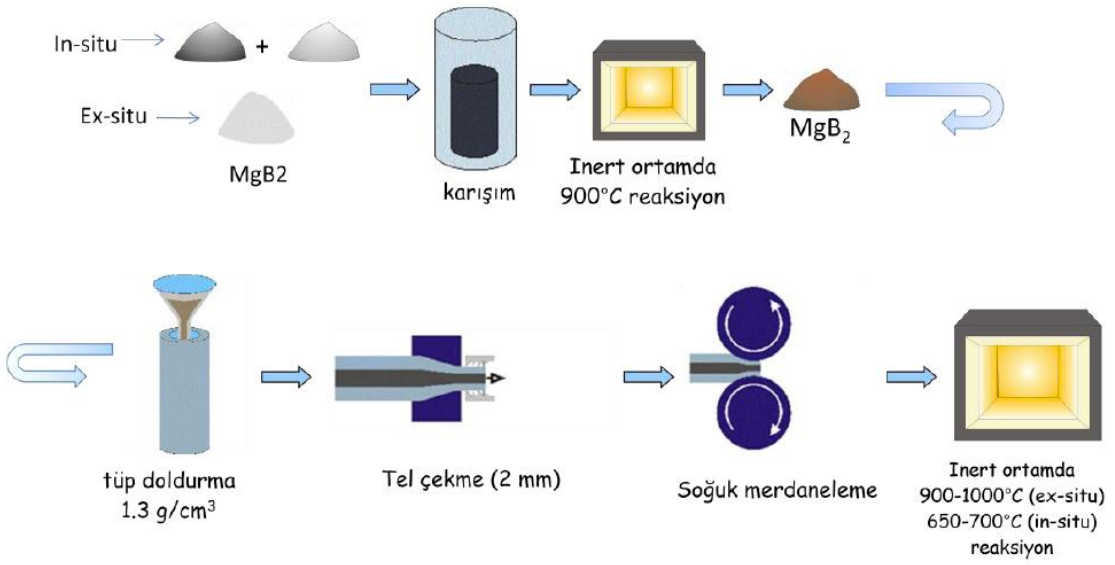
2) Birinci adım sonucunda elde edilen homojen formdaki toz numune karışımı SS (stainless steel), Cu, Ag, Ni, Nb, Fe veya Ag/SS, Cu-Ni, Ta/Cu şeklindeki bileşiklerden yapılmış uygun bir tüp seçilerek içerisine doldurulur. Fakat çok yüksek sıcaklıklarda toz numunenin, Mg'un buharlaşma özelliğine karşı bir bariyer görevi üstlenen metalik tüp

ile reaksiyona girmemesine dikkat edilmelidir. Aksi takdirde elde edilecek numunenin süper iletkenlik özellikleri olumsuz yönde etkilenebilmektedir.

3) Metalik tüpün iki ucu kapatıldıktan sonra presleme, bükme, burma v.b. mekanik işlemler belirli bir basınçla uygulanır. Bu işlem esnasında numune üzerinde meydana gelebilecek olan kırıklar, çatlaklar v.b. gibi deformasyonların olmaması için presleme esnasında uygun basınç ortamının belirlenmesi gerekmektedir. Presleme işlemini yapmaktaki amaç, numunenin fiziksel dayanıklılığını arttırmaktır. Ayrıca bu metotta kullanılacak tüpün yüksek termal genleşme özelliğine sahip olmasına özen gösterilmelidir.

4) Son aşamada ısıl işlem adımıdır ki en iyi sonucun elde edilebilmesi için uygun sıcaklık aralığının belirlenmesi gerekmektedir. Tüp içerisindeki numune Ar gaz ortamında 500–700 ^{o}C aralığında değişen bir sıcaklıkta 1-24 saat ısıl işleme tabi tutulur. Isıl işlem adımında numunenin fiziksel ve kimyasal özellikleri de göz önünde bulundurularak erime sıcaklığına yakın fakat numunenin karakteristik özelliklerini bozmayan uygun bir sıcaklık ortamının tespit edilmesi gerekmektedir.

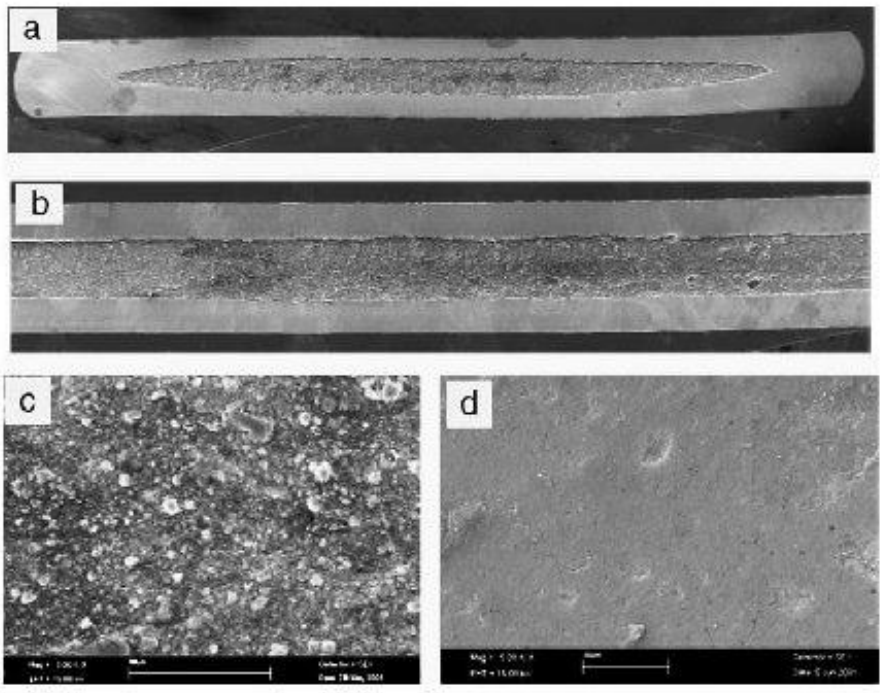
5) 4. aşamadan sonra fiziksel özelliklerin optimizasyonuna göre gerek görüldüğü takdirde tekrar mekanik ve ısıl işlem adımları tekrarlanabilir.



Şekil 1.5. “Ex-situ” ve “in-situ” PIT yönteminin uygulamasının şematik gösterimi.[22]

Bu metot kullanılarak hazırlanan kablo, şerit ve film formunda MgB_2 numunelerin özellikle üretimi kolay ve hemen her laboratuvarda mümkün olabildiği için bu yöntemle hazırlanan malzemeler teknolojide daha çok kullanım alanı bulabilecektir. [6]

PIT metot işlemi uygulanırken dikkat edilmesi gereken kritik noktalar bulunmaktadır. Bu noktalar mekanik deformasyon ya da tavlama işlemi esnasında süper iletkenin mekanik özelliklerinin düzeltilmesi anındaki kritik sıcaklık (T_c) ve kritik akım yoğunluk (J_c) değerleridir. Süper iletken ve metal arasında tekrar meydana gelebilecek olası bir reaksiyon, telin süper iletkenlik özelliğini bozabilir. Bu nedenle süper iletken malzemenin kimyasal yapısının değişmemesi önemlidir. Bunun için PIT metodu ile metal MgB_2 kompozit tel üretiminde kılıflar kullanılmaktadır. 1.42 x 105 A cm^{-2} değeri olan kritik akım yoğunluğunun (4.2 K, 4T) yüksek olması ve 900 ^{o} C deki tavlama sıcaklığında MgB_2 nin hareketsizliği nedeniyle demir (Fe), MgB_2 teller için en iyi kılıf malzemesi olarak belirlenmiştir. Şekil 1.6 de SEM mikroskopu ile tek filamentli demir (Fe) kaplı MgB_2 şeridinin kesiti görülmektedir. Şekil 1.6 (a) ve 1.6 (b) sırasıyla deforme olmuş Fe/MgB_2 telinin enine ve boyuna kesitini göstermektedir. SEM görüntüleri karşılaştırıldığında deformasyon sonrası (Şekil 1.6 (c)) ve 950 ^{o} C de 30 dk. (Şekil 1.6 (d)) süre ile tavlama işleminden sonra yoğun olan MgB_2 çekirdek kesitinin parladığı açık bir şekilde gözlemlenmektedir. PIT sürecinde ısıl işlemin artırılması doluluk oranını dolayısıyla yoğunluğu arttırmaktadır. Sonuç olarak şeridin doluluk oranı (yoğunluk), kritik akımın artırılması ile önemli derecede artmaktadır. [29]



a) Enine b) Boyuna c) Deformasyon Sonrası d) Tavlama Sonrası.

Şekil 1.6. Demir Kaplı Şeridin SEM görüntüsü

Hâlihazırda süper iletken mıknatıs endüstrisinin ağırlıklı olarak kullandığı Nb_3Sn ve NbTi [30] kablolarda rastlanan haddeleme ve çekme işlemlerinin aksine MgB_2 tozu içeren tüplerin işlenmesi daha karmaşık ve kontrolü daha zordur. Kablolarda çatlak oluşumu [31] veya filamanlardaki toz yoğunluğundaki heterojenlik [32] sıkça rastlanılan engeller arasındadır. Tüp içerisindeki tozun mekanik işlemler esnasında homojenliğini korumak, mekanik özellikleri düzeltmek ve tanelerin birbiriyle temaslarını arttırmak amacıyla çeşitli katkı malzemelerinin MgB_2 tozuna eklenmeleri tüpe dolum işlemi öncesinde gerçekleştirilir. Sıkça kullanılan katkı malzemeleri arasında nano ebatlı SiC ve Al_2O_3 [40] sayılabilir. Bu katkılar mekanik özellikleri iyileştirmenin yanı sıra arttırılmış haddeleme basıncı ile birleştirildiğinde tane-tane temasını artırmaları sebebiyle MgB_2'den üretilen kablonun elektrik ve manyetik özelliklerini de iyileştirmektedir [32].

İlk aşamada tek filamanlı kablo çekildikten sonra bu zırhlı filamanları birleştirerek yeniden çekmek sureti ile çok filamanlı kablo elde etmek de mümkündür. Günümüzde ticari olarak km uzunluğunda MgB_2 süper iletken kablo üreten iki firma mevcuttur. Bu firmalardan Hyper Tech Research Inc. [33] PIT in-situ tekniğini ve Columbus Superconductors [34] ise PIT ex- situ tekniğini kullanmaktadır. Ayrıca Hyper Tech Research Inc. MgB_2 tozunu sürekli bakır tüp içerisine doldurup kabloya dönüştürme üzerine geliştirdiği teknikle patente sahiptir [34].

1.6.1.1 İn-Situ Metodu

Koruyucu metal tüp yüksek saflıklı Mg ve B tozu ile kontrollü Argon (Ar) atmosferinde doldurulup sıkıştırılır. Öncüller ile doldurulmuş tüp 700^o C ila 900^o C arasında ısıl işleme tabi tutulur [35]. Isıl işlemi takip eden haddeleme ve çekme işlemleri sonucunda kablo sarılmaya hazır olur.

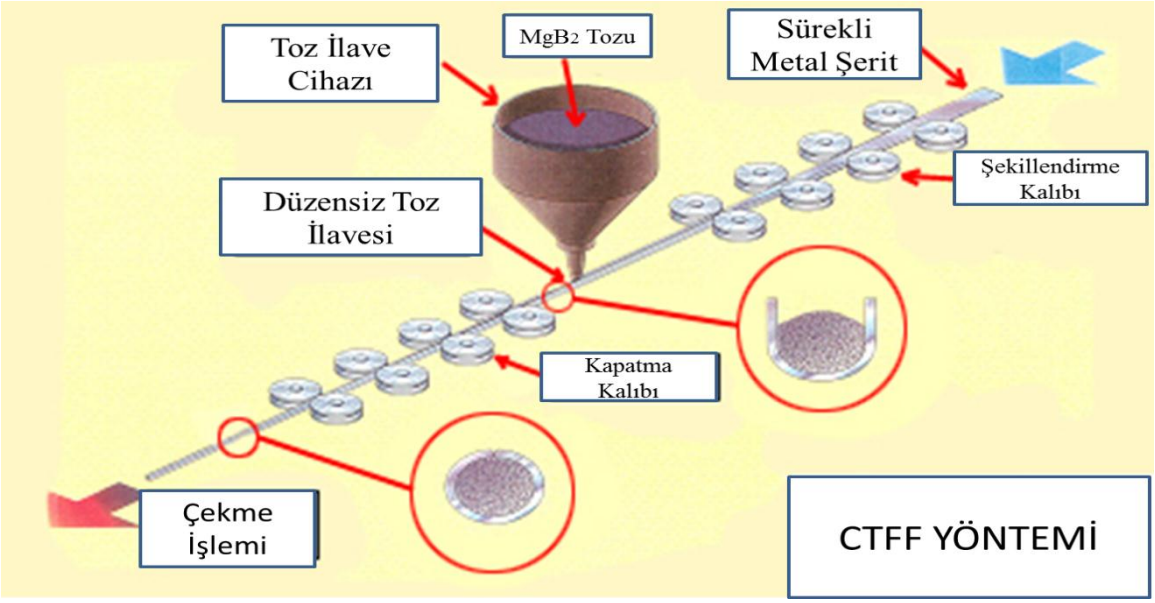
1.6.1.2 Ex-Situ Metodu

Yüksek saflıktaki Mg ve B tozları asal bir seramik kap içerisinde mekanik olarak karıştırılıp birkaç mikron kalınlığında toza öğütülür. Bu işlem sonucunda MgB_2 toz oluşmuştur. Daha sonra MgB_2 tozu koruyucu tüplerin içine doldurulup hadde ve çekme işlemlerine tabi tutulur. En son olarak kablo sarılmadan önce 900^o C civarında argon

atmosferinde ısıl işlemi gerçekleştirilir [36, 37,]. Ex-situ reaksiyonu tekniği, küçük ve homojen mikro yapılar için oldukça uygundur. Bu teknik, ilave edilen malzemelerin oranına oldukça duyarlıdır, hatta ilave edilen tozların %1 değişimi bile malzemenin süper iletkenliğini etkilemektedir.

1.6.2. Sürekli Tüpü Toz ile Doldurarak Katlama (CTFF) Yöntemi

Bu teknik, Hiper-Tech grubu ile MgB_2 tel ve bant üretimi için Amerika'da kullanılmıştır. Sürekli tüpü toz ile doldurarak katlama yönteminde demir (Fe) ve bakırdan (Cu) oluşan sürekli metal şerit (Fe, Cu) kılıf malzemesi olarak üretilmiştir. Şerit şeklindeki dış kılıf, şekillendirme makaralarından geçirilerek U şeklini aldıktan sonra, boru içine hazır MgB_2 tozu veya Mg ve amorf B tozları karışımı doldurularak kapatılır. Boru çekme işlemine tabi tutularak çap ölçüsünde 2 mm kadar küçülme gerçekleştirilir. [38]



Şekil 1.7. CTFF Metodunun Şematik Gösterimi [38]

Bu yöntemlerle üretilen teller tek filamanlı tellerdir. Daha sonra bu teller daha büyük yarıçaplı bir boru(kılıf) içine konularak çok damarlı tel üretimi gerçekleştirilmiş olur. Elde edilen bu çok-damarlı telleri çeşitli haddelerden geçirerek soğuk çekme işlemiyle daha küçük çaplı teller elde etmek mümkündür. Son olarak ise bu teller silindirden geçirilerek şerit şeklini almaktadır. [23]

1.6.3. Mg Difüzyon Metodu

Süper iletken MgB_2'nin teknolojiye aktarımında (örneğin kablo, magnet, bobin v.b.) tel ve şerit üretimi gerekmektedir. Ancak, bu malzeme mekanik açıdan sert ve kolay kırılabilir bir yapı sergilemektedir. Bu nedenle optimum özelliklere sahip tel ve şerit üretimi çok zor gerçekleşmektedir. Fakat bu sorun magnezyum difüzyon metodu ile başarılı bir şekilde ortadan kaldırılabilmektedir. Mg difüzyon metodu yalnızca film üretiminde değil katı, toz, tel ve şerit üretiminde de kullanılmaktadır.

Bu metotta metalik bir tüp içerisine B tel yerleştirilip etrafı Mg tozları ile doldurulmaktadır. Bu işlemin bir tüp içerisinde yapılma nedeni ise Mg'un yüksek buharlaşma özelliği sergilemesidir. Genellikle Nb ya da Ta tüpler bu metotta tercih edilmektedirler. Mg, B ile beraber tüpler içerisine yerleştirildikten sonra 800–900 ^oC aralığında ısıl işlem uygulanır. Isıl işlem süresince Mg, B içerisine difüz eder ve MgB_2 formunda yapılaşır. Bu sürecin ardından tüplerden çıkarılan malzeme öğütülerek nano/mikro boyutta MgB_2 süper iletken tozlar elde edilmiş olur. Bu tozları tel ve şerit formuna getirebilmek için tekrar uygun tüpler içerisine koyup değişik basınçlarda presleyerek ısıl işlem adımlarının sırasıyla uygulanması gerekir.[6]

1.6.4. Metal Matriks Kompozit (MMC) Metodu

Metal Matris Kompozit yöntemde, düşük dayanımlı matris ve katı, kırılgan , yüksek dayanıklı seramik parçaların bir araya getirilip karıştırılmasıyla oluşturulur. MgB_2'in gevrekliği nedeniyle yığın uygulamalarda kullanımı zordur. Bu sorunun iki çözümü mevcuttur. Birinci çözüm, yumuşak bir metal kılıf ile MgB_2 kaplama tel veya şerit kullanmak veya farklı bir yaklaşımda ise süper iletken fazda MgB_2 ile yumuşak metalik fazdan oluşan küçük ölçekli izotropik metal matriks komposit (MMC) oluşturmaktır. MMC metodu kullanmanın avantajı metalin kırılma tokluğu, yumuşaklık ve çatlak ilerlemesini iyileştirmekte ve ayrıca MgB_2 fazında süper iletkenlikte ki lokal kesintileri ısı ve elektrik kondüktörü gibi davranmaktadır. Parçacık halinde ki bileşenler sertlik ve elastik modülü arttırırlar. MMC yaklaşımı yaygın olarak kırılgan seramik kuprat ve intermetalik Ni-tabanlı süper iletkenlerde (Ag ve Cu matrisler ile, sırasıyla) kullanılır iken, MgB_2 bazlı iki başlıkta metal matriks vardır. İlk çalışmada, Ti tozları ağırlıkça % 4 MgB2 tozuyla oda sıcaklığında mekanik olarak karıştırılarak alaşım elde edildi ve süper-iletken olmayan üçlü bir borit oluşturmak üzere, 600°C'da reaksiyonda bulundukları gözlenmiştir. Diğer çalışmada ise ağırlıkça %11 MgB_2 ve Al 'un

sıkıştırılmış karışımı vakum altında 317°C de sinterlenmiş ve 38K 'da süper iletkenlik sergileyen kompozit elde edilmiştir. MMC metodu süper iletkenler için yeni bir metoddur. MMC elde etmenin iki yöntemi vardır birincisi likit inflitrasyonu ve sıcak presleme teknikleridir. Likit-metal inflitrasyonu paket toz, fiber veya saçaklı yapıdan oluşmuş seramiklerin genellikle daha sonra katılaşan metalik eriyiklerle kılcal kuvvetleri aşmak için basınç altında infiltrasyonu işleminde yaygın olarak kullanılan MMC hazırlama yöntemidir. Dunand and Giunchi ve arkadaşları, Mg metal fazında likit inflitrasyonu ile MgB_2 metal matriks kompozit elde etmişlerdir. Dunand hem geleneksel inflitrasyon yöntemini (ticari MgB_2 ve likit Mg) ve ısıl işlemi takiben reaktif inflitrasyon metodunu (B tozları ve likit Mg) kullanmıştır. Bu çalışmada 38K geçiş sıcaklığını ve yaklaşık 2.07 g/cm3 yoğunluğu elde etmek için Mg 'un MgB_2 içinde likit inflitrasyonu ile MgB_2/Mg kompoziti elde edilmiştir. Bununla birlikte Mg'un ve B tozları içinde likit inflitrasyonu ile elde edilen MgB_2 /Mg kompozitlerinin ısıl işlem sonrası aşırı gevrekleştiği ve kritik 37K sıcaklığının altında kaldığı gözlenmiştir (Dunand 2001).Yukarda bahsedildiği gibi MMC metodu süper iletkenler için tamamen yeni bir konu olup sadece likit inflitrasyon yöntemi ile yapılmış bir kaç alışmadan ibarettir. Bununla birlikte sıcak presleme yöntemiyle MMC elde etmede pek fazla çalışma mevcut değildir sadece tek bir çalışma mevcuttur. [38]

1.6.5 Toz İçinde Toz Tekniği

Buraya kadar anlatılan MgB_2 tel ve şerit üretim yöntemleri yöntemler şimdiye kadar çeşitli guruplar tarafından daha önce kullanılmıştır. Tez çalışmamızda üretim tekniği olarak diğerlerinden farklı olarak toz içinde toz tekniğini kullandık. Bu yöntem ile öncelikle bakır tozları ile ortası delik bir ön şekillendirilmiş takoz oluşturulmakta ve daha sonra oluşan bu boşluğa MgB_2 tozu doldurulmaktadır, oluşan kompozit yapı 450-500 ^{0} C sıcaklığa ısıtıldıktan sonra ekstrüzyon işlemine tabi tutularak kompozit bakır çubuklar oluşturulmaktadır. Bu çubuklar tel çekme makaralarından geçirilerek çeşitli endüstrilerde kullanılabilecek bakır esaslı kompozit tel üretimi gerçekleştirilmektedir. Kullanmış olduğumuz bu yöntem literatürde çok fazla yer almamakla birlikte yeni bir yöntemdir. Bu yöntemle üretilen çubuk ve tellerin sertlik değerleri normal yöntemlere göre daha yüksek çıkmaktadır, bunun sebebi ise toz metalürjisi ile oluşturulan tanelerin yüksek sıcaklıkta sinterlenmesi sonucu gerekli ham mukavemeti kazanmış olmasıdır.

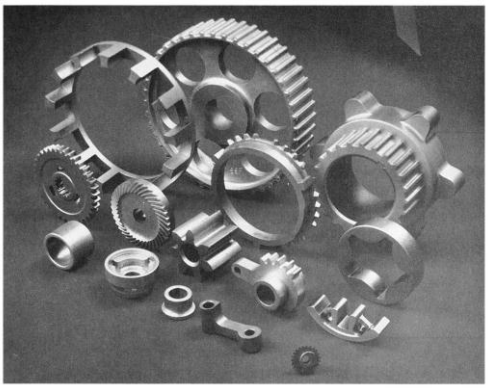
Bu yöntem ile çeşitli seri üretim teknikleri geliştirilerek ilerleyen süreçte seri üretim yapmak mümkündür.

1.7 Toz Metalurjisi

Toz Metalurjisi (TM), metal ve metal alaşım tozlarını ergitmeden, basınç ve sıcaklık yardımıyla kullanılır hale getirme tekniğidir. TM teknolojisi, metal tozlarının üretimi, tozların karıştırılması, kalıpta preslenerek şekillendirilmesi, sinterlenmesi ve sinterleme sonrası çeşitli işlemleri içerir. [81]

1.7.1.Toz Metalurjisinin Uygulama Alanları

Günümüz imalat sektöründe TM'nin uygulama alanları oldukça geniştir. İmalat sanayinde kullanılan TM parçaları büyük ölçüde demir, çelik ve alaşımları, bakır ve alaşımları (pirinç, tunç ve nikel, gümüş), alüminyum, paslanmaz çelik, nikel ve kalay esaslı tozlardan elde edilen alaşımlardır. Tungsten lamba teli, diş dolguları, kendinden yağlamalı yataklar, otomotiv güç aktarma dişlileri, zırh delici mermiler, elektrik kontakları ve fırçaları, mıknatıslar, nükleer güç yakıt elemanları, ortopedik protezler, iş makinesi parçaları, yüksek sıcaklık filtreleri, şarj edilebilir piller, boyalar, patlayıcılar, kaynak elektrotları, roket yakıtları, mürekkepler, sert lehim bileşikleri ve katalizörler bu uygulamalara örnek olarak verilebilir. Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz hale getirilebilir.



Şekil 1.8. Toz Metalurjisi Parçalarına Örnekler [82]

1.7.2.Toz Metalurjisinin Avantaj ve Dezavantajları

Avantajları [81],

1. Üretimde malzeme kaybı yoktur veya en aza indirilmiştir.

2. Talaşlı işlemler elimine edilmiş veya en aza indirilmiştir.
3. Ergime kayıpları yoktur.
4. Geniş bir çeşitlilikte alasım sistemleri üretilebilmektedir.
5. Yüksek sertlik ve aşınma direncine sahip malzemeler üretilebilmektedir.
6. Diğer üretim teknikleri ile üretilmesi imkansız veya çok zor olan karmaşık ve özel şekilli parçaların üretimi mümkündür.
7. Hassas toleranslı parça üretiminde uzun süreli ve güvenilir bir performansa sahiptir.
8. Sinterleme işleminden sonra parça kullanıma hazırdır ve ikinci işlemlere genellikle gerek kalmaz.
9. Yakın toleranslar ve düzgün son yüzeyler elde edilir.

Dezavantajları [81],

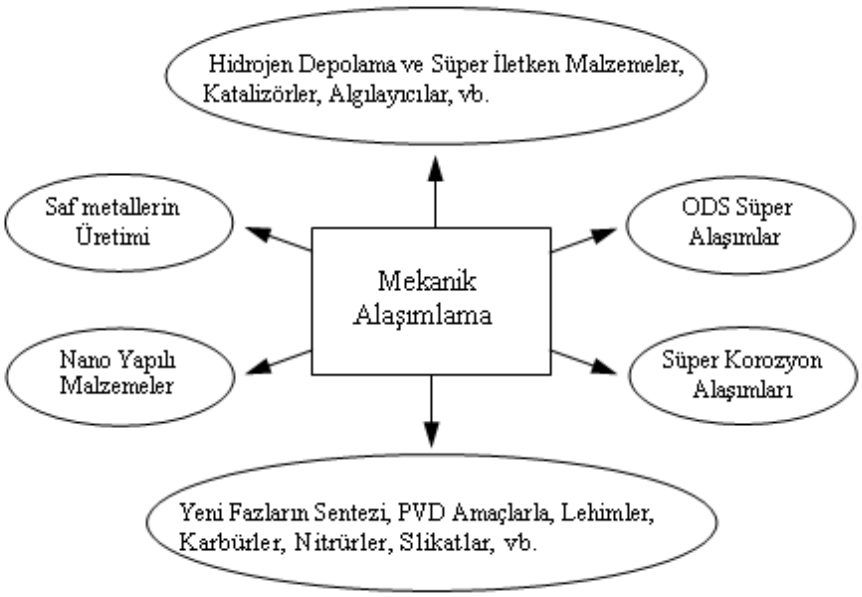
1. İlk yatırım (takımlar, presler, ve sinterleme ekipmanı) oldukça pahalıdır. Seri üretim yapılmazsa amortisman değerleri yüksektir.
2. Metal tozların maliyeti, ingot halinde üretilen malzemelerden daha pahalıdır.
3. Toleranslar talaşlı işlemlere göre daha kabadır.
4. Tozların kalıp içerisinde akışkanlığı sınırlıdır. Dolayısı ile yapılacak parçanın şekli kısıtlayıcı bir faktör olabilir.

Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz hale getirilebilir. Mekanik yöntem ile toz üretme teknikleri arasında; talaşlı üretim, mekanik alaşımlama ve öğütmeyi sayabiliriz. Ticari olarak en çok tercih edilen teknik ise mekanik alaşımlamadır.

1.8. Mekanik Alaşımlama

Mekanik Alaşımlama (MA) 1966 yılında Inco Paul D. Merica araştırma şirketi tarafından ileri malzeme teknolojisi alanında özellikle uzay ve havacılık sanayinin malzeme ihtiyaçlarını karşılamak amacıyla geliştirilmiş üretim tekniklerinden biridir [39]. Bu yöntem, element tozların ve oksitlerin bilyelerle dolu bir kap içerisine konulup, belirli bir süre boyunca koruyucu atmosfer altında bir karıştırıcı vasıtasıyla karıştırılarak bir katı hal alaşımlama sürecinin oluşması esasına dayanır. Bu karıştırma sırasında kırılan toz parçacıklarında temiz yüzeyler ortaya çıkar. Mekanik alaşımlama soy bir ortamda yapıldığından bu yüzeyler oksitlenmezler ve böylece bu türden iki yüzey arasında, çarpışmalar sırasında kaynaklaşmalar olur. Tekrar kırılmalar ve

kaynaklaşmalar işlem süresince devam eder. Daha sonra bu yeni yüzeylere ve parçacıkların kimyasal yapılarına bağlı olarak alaşımlama ilerler ve parçacıkların kimyasal kompozisyonları sürekli olarak değişir. [40] Mekanik alaşımlama metodu, tozların hem kompozisyonunun hem de mikro yapılarının istenilen biçimde oluşturulabildiği veya değiştirilebildiği esnek bir işlemdir. [40] Mekanik alaşımlama yöntemi difüzyon, katılaştırma ya da ergitme yoluyla alaşım haline getirilemeyen elementlerin homojen bir biçimde alaşımlanmasında kullanılır. Bu yöntem sayesinde kendilerine has özellikleri olan alaşımların yapılması ve geliştirilmesi mümkündür. Mekanik alaşımlama işlemi sadece metallere uygulanan bir işlem olmayıp aynı zamanda oksitlere [41], nitrürlere ve diğer bazı malzemelere de uygulanabilmektedir [42]. Bu yüzden mekanik alaşımlama ile üretilen yeni malzemelerin kullanım alanları; mıknatısları, diş protez malzemelerini, hidrojen depolama malzemelerini, süper plastik alaşımları, intermetalik bileşikleri, elektrotları, süper korozyon alaşımlarını ve süper iletken metalleri kapsamaktadır [40]. MA yöntemiyle üretilebilen malzemeler Şekil 1.9' da şematik olarak gösterilmiştir.

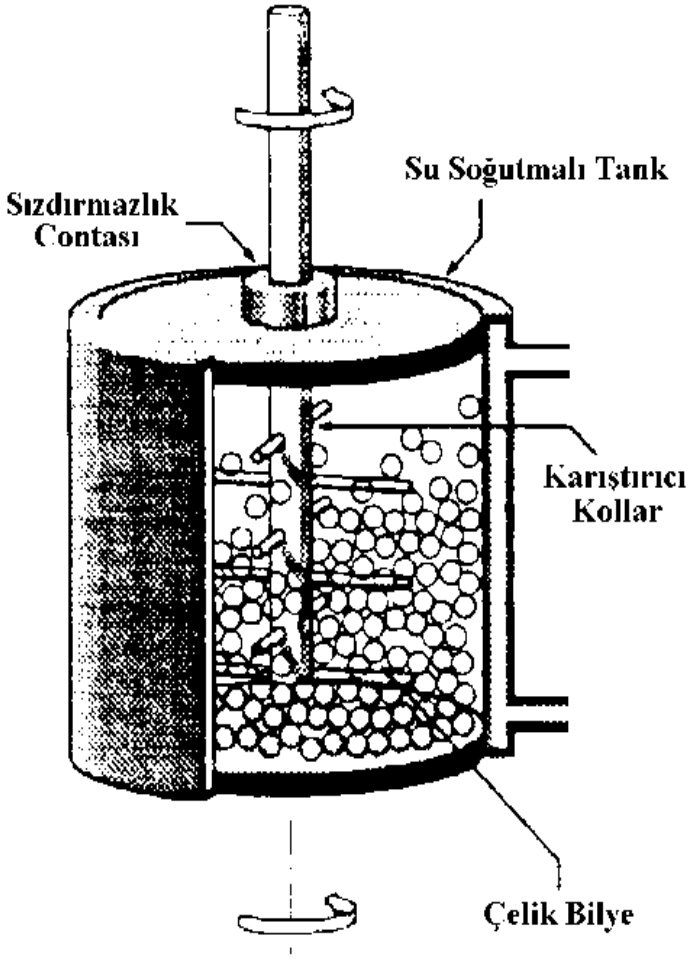


Şekil 1.9. Mekanik alaşımlanmış malzemelerin gelecekteki ve günümüzdeki uygulama alanları [41]

İleri teknoloji gerektiren bazı malzemelerin bu üretim metoduyla üretilebiliyor olması mekanik alaşımlama yöntemini oldukça cazip bir hale getirmektedir.

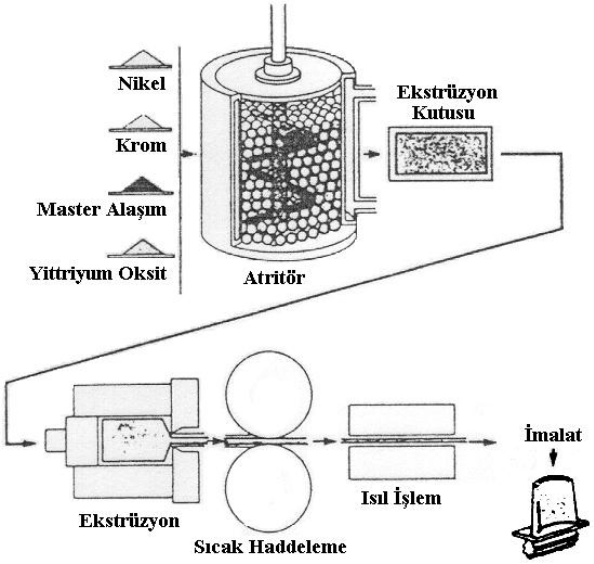
1.8.1 Mekanik Alaşımlamanın Uygulanması

Belirli oranlardaki tozların karıştırılıp öğütücü malzemeyle (genellikle çelik bilyeler) birlikte öğütme tankına konulması ile mekanik alaşımlama (MA) işlemi başlar. Şekil 1.10' da bir öğütücü tankın kesiti, Şekil 1.11' de ise mekanik alaşımlama ile parça üretim kademeleri gösterilmiştir.



Şekil 1.10. Bir öğütücü tankın kesiti [42].

Daha sonra bu karışım kararlı hale gelinceye kadar, yani her bir toz parçacığının kompozisyonu başlangıçtaki toz karışım elementlerinin oranı ile aynı oluncaya kadar işleme devam edilir. Öğütülen bu toz istenilen mikro yapıyı ve özellikleri elde edebilmek amacıyla bir kalıp içerisinde sıkıştırılır veya ekstrüze edilir ve homojenleştirme ısıl işlemine tabi tutulur. Dolayısı ile başlangıç tozlarının yapısı, öğütücü madde çeşidi, kullanılan atmosfer ve mekanik alaşımlama süresi gibi işlem değişkenleri mekanik alaşımlamanın önemli parametreleridir.



Şekil 1.11. Mekanik alaşımlama ile parça üretimi [43].

1.8.2 MgB_2 Süper iletken Toz Üretimi

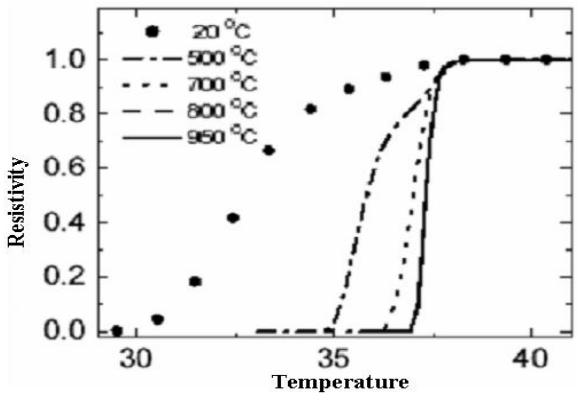
Magnezyum Diborid üretebilmek amacıyla, elementel Magnezyum (Mg) ve Bor (B) tozları yüksek saflıktaki argon atmosferi içerisinde, yüksek enerjili planeter tipte bir değirmende mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulurlar. Alaşımlama işlemi 1-20 saat arasında farklı sürelerde gerçekleştirilir. Alaşımlama deneylerinden elde edilen numuneler XRD (X-Ray Diffraction) ve DTA (Differantial Thermal Analysis) incelemelerine tabi tutularak, meydana gelen yapısal değişimler tespit edilebilecektir. Alaşımlama işlemi sonunda elde edilen numuneler 500 – 1300 ^{o}C arasında değişen farklı sıcaklıklarda ve farklı atmosferlerde ısıl işlemlere tabi tutularak alaşımlanmış tozların Magnezyum Diborid (MgB_2) dönüşümü sağlanmış olacaktır. Isıl işlem deneylerinden sonra, çeşitli elektron mikroskobu (HRTEM, SEM, FESEM) incelemeleriyle elde edilen yapılar değerlendirilerek karakterize edilebilecektir. Magnezyum Diborid'in başarıyla üretilmesinden sonra bu malzemenin süper iletkenliğini geliştirebilmek için yapıya nano boyutlu silisyum karbür (SiC), amorf karbon, demir oksit (Fe_2O_3) ve daha sonra uygun görülecek farklı dopantlar katılabilecektir. Bu yönüyle bu üretim tarzı ex-situ üretim tarzı olarak karşımıza çıkmaktadır.

1.8.2.1 Kılıf Malzemesinin Etkisi

Süper iletken tel imalatı esnasında süper iletken faz ve kılıf malzemesi arasında reaksiyon gerçekleşebilir ve bu oldukça önemli bir olaydır. PIT metodu ile MgB_2 içerikli kompozit tel imalatında kılıf malzemesi olarak; Suo ve arkadaşları demir (Fe), Glowacki gümüş (Ag), Tanaka nikel (Ni), soltanian bakır (Cu), vinod ve diğerleri ise paslanmaz çelik kullanmışlardır. Süper iletken tellerde kılıf malzesinin Fe olması süper iletken telin imalini ekonomik kılmakla beraber oluşabilecek harici manyetik alan karşısında kalkan olarak görev yapmakta ve MgB_2 bileşiği ile reaksiyona girmemektedir. Ayrıca sinterleme işlemi 900 ^{0}C' de gerçekleşmiş olmasına rağmen MgB_2 bileşiği yüksek kritik akım yoğunluğu 1,42x10^5 A/cm^2 (4.2K) göstererek demiri en iyi kılıf malzemesi haline getirmiştir. Bakır ise ucuz olması ve kolay şekillendirilmesi sebebiyle tercih edilmektedir, buna rağmen yüksek sıcaklıklardaki sinterleme işlemi esnasında MgB_2 özü ile belli seviyede reaksiyona girerek kritik akım yoğunluğunu az miktarda düşürmektedir. [38]

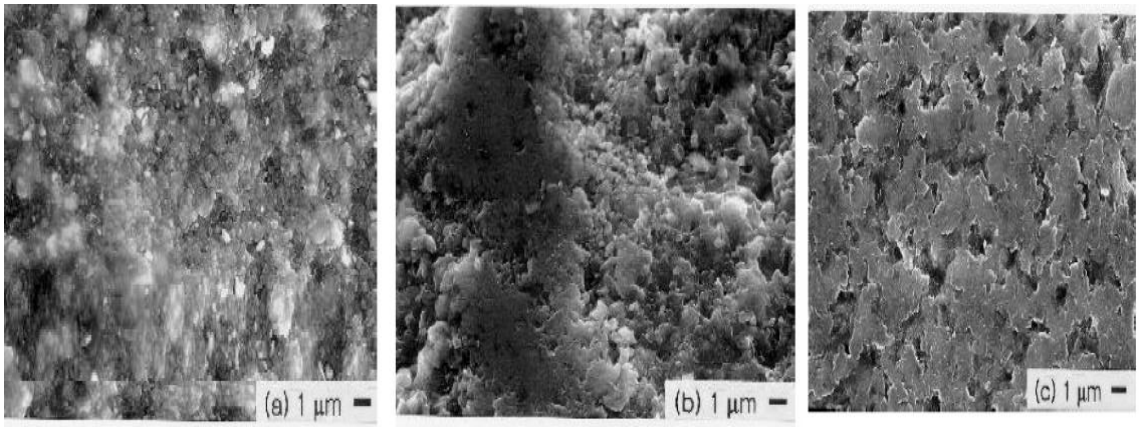
1.8.2.2 Sinterleme Sıcaklığının Etkisi

Sinterleme işlemi esnasında malzeme içerisindeki boşluklu yapının azalması ile tanelerin birbirine daha sıkı bir şekilde bağlanıp homojen bir yapının oluşması sağlanmış olur. Sonuçta kritik geçiş sıcaklığı T_c nin artması ile kritik akım yoğunluğu da artmış olacaktır. Sinterleme sıcaklığının kritik geçiş sıcaklığı T_c üzerine olan etkisi Şekil 1.12 de gösterilmiştir. Buna bağlı olarak sinterleme sıcaklığının artması ile kritik geçiş sıcaklığının da yavaş bir şekilde arttığı gözlemlenmektedir.



Şekil 1.12. Sinterleme Sıcaklığının Kritik Geçiş Sıcaklığına Olan Etkisi [44]

Şekil 1.13' deki SEM görüntüsünde sinterleme sıcaklığının artması ile malzeme içerisindeki boşluklu yapının yavaş yavaş azaldığı görülmektedir.



(a) (b) (c)

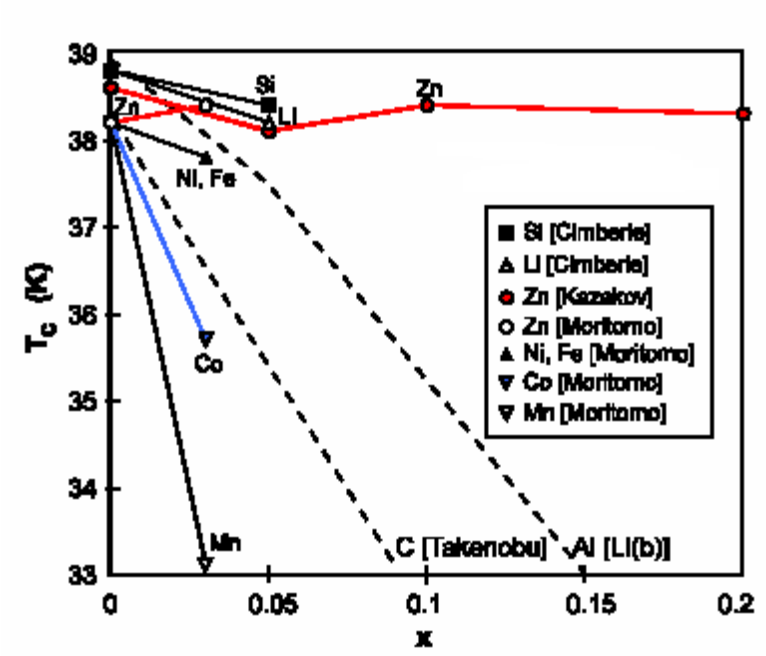
Şekil 1.13. 3 GPa Basınç Altında Isıtılmış Basit MgB_2 Örneğinin SEM Mikroskop Görüntüsü [44]

Tavlama Sıcaklıkları a) 20 ^{0}C, b) 500 ^{0}C, c) 950 ^{0}C

Yapılan çalışmalarda ex-situ tekniği ile hazırlanan tellerde ısı geçişinin yaklaşık olarak 950 ^{0}C de, in-situ tekniğinde ise reaksiyon daha düşük sıcaklıklarda (600-750 ^{0} C de) tamamlanmaktadır.

1.8.2.3 Kimyasal İlavelerin Etkisi

Partiküllerin arasındaki bağlantı için toz tanelerinin büyüklüğü oldukça önemlidir. Taneler arasındaki zayıf bağlantı taneler arasındaki manyetik akı hareketini engeller ve malzemeyi ısıtır. Bu işlem süper iletkenliği negatif yönde etkiler. Metal ilavesi ile genellikle malzemenin iletkenliği ve taneler arasındaki bağlar ise artırılmaktadır. [45, 46]. Şekil 1.14 literatürde kullanılan doping (ilave) malzemelerinin kritik geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisini göstermektedir. Çinko (Zn), Silisyum (Si) ve Lityum (Li) un etkili olmadığı, Mangan (Mn), Aliminyum (Al) ve Karbonun (C) ise oldukça etkili olduğu görülmektedir. [38]



Şekil 1.14. Doping malzemelerinin kritik geçiş sıcaklığı üzerindeki etkisi [47]

Titanyum (Ti) yada Aliminyum (Al) elementleri, MgB_2 arasında bulunan boşlukları doldurarak partiküllerin birbirine daha sıkı bağlanmasını sağlamaktadır. [48] Titanyumun hekzegonal kristal yapısının MgB_2 ile benzerlik göstermesi, MgB_2 ile benzer hacimlerde olmaları ve yüksek birleşme(fusion) sıcaklarında iyi bir iletken olmalarından dolayı genellikle Titanyum doping malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bunlardan dolayı kritik akım yoğunluğu geniş bir şekilde artış göstermektedir.

1.9. Ekstrüzyon Tanımı ve Temel Ekstrüzyon Teknikleri

1.9.1. Ekstrüzyon

Metal bir bloğun, bir kovan (alıcı) içine yerleştirilerek ıstampa vasıtasıyla uygulanan basma kuvvetinin etkisi altında, ürün kesitinin şeklinde olan matris deliğinden geçirilmesine ekstrüzyon denir. Ekstrüzyon yöntemi ile çubuk, boru, şerit gibi ürünler elde edilebildiği gibi, ayrıca pek çok karmaşık şekiller ve çeşitli kesit şekilleri de elde edilmektedir. Elde edilen şekiller bir yarı mamul olabileceği gibi bazen de doğrudan kullanılan bitmiş ürün, yani mamul de olabilir. Ekstrüzyon işleminde çelik esaslı olmayan malzemeler için şekil ve boyut sınırlaması yok denecek kadar azdır. Alüminyum, bakır, kurşun, magnezyum gibi metallerin alaşımları nispeten düşük akma

mukavemeti ve düşük ekstrüzyon sıcaklığına sahip oldukları için ekstrüzyon işleminde yaygın olarak kullanılmaktadırlar [49]. Ekstrüzyon prosesinin büyük avantajlarından birisi üretilen mamulün uzunluğu boyunca kesitinin aynı oluşudur. Ekstrüzyon sürecinde yarı mamulün basma gerilmeleri altında şekil değiştirmeye zorlanması malzemeye şekil vermek yanında onun mekanik ve metalurjik özelliklerini de iyileştirir [50]. Öte yandan toz formundaki metal veya seramik yarı mamullerin ürüne dönüştürülmesi düşünüldüğünde ekstrüzyon kompaktlama ve şekil verme süreçlerini tek bir işlemde toplaması bakımından da avantajlıdır [51]. Ancak plastik şekil değiştirme özelliği olmayan ya da çok düşük olan seramik ve benzeri sert ve kırılgan malzemelerin ekstrüzyonu zordur. Bu nedenle bu tür malzemelerin ekstrüzyonunda metal ekstrüzyonundan farklı olarak yarı mamul hazırlamada ve ekstrüzyon sırasında özel önlemlerin alınması ve ilave işlemlerin sürece dâhil edilmesi gerekmektedir [51].

Sert ve kırılgan malzemelerin ekstrüzyonunda giriş formu olarak toz formu kullanılır. Toz formundaki malzemelerin tel, şerit veya levha formundaki ürüne dönüştürülmesinde de temel yaklaşımlardan birisi bu tozları plastik şekil değiştirme özelliği olan bir metalle birlikte şekil değiştirmeye zorlamaktır. Böylece metallere uygulanan plastik şekil verme tekniklerinden bazıları şekil değiştirme kabiliyeti düşük olan bu tozlara da uygulanabilir olmaktadır. Buradan nihai şekil verme işleminden önceki yarı mamul hazırlama aşamasının önemi ortaya çıkmaktadır.

Yapılan çalışmalarda MgB_2 gibi toz formundaki süper iletkenlerden numunelerin hazırlanmasında kullanılan yöntemler içerisinde en iyi sonucu veren yöntemin PIT (Powder-in-tube) olduğu belirtilmektedir [52].

Bu yöntemin esası metal bir tüp içine doldurulan ve sıkıştırılan seramik tozların belirli sıcaklık ve basınç altında metal tüple beraber şekil değiştirmeye zorlanmasıdır. Hazırlanan yarı mamul kompozit yapı preslenerek levha haline [52] ya da ekstrüze edilerek tel haline getirilebilmektedir.

1.9.2. Temel Ekstrüzyon Teknikleri

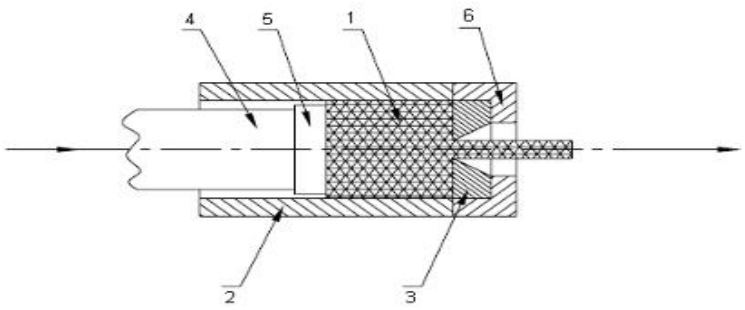
Yöntemin ilk uygulaması olan direk ekstrüzyondan itibaren (Şekil 1.15) prodüktiviteyi arttırmak için; ekstrüzyon kuvveti, malzeme akısı, takım dizaynı, ekstrüzyon

malzemesi, profil kalitesi gibi faktörler üzerinde yapılan çalışmalarla diğer ekstrüzyon yöntemleri geliştirilmiştir. Bu yöntemler genel olarak malzeme akış yönüne, matrisin hareketli veya sabit olmasına, kuvvet iletme tarzına göre direk, endirek ve hidrostatik ekstrüzyon olmak üzere sınıflandırılmıştır [53].

1.9.2.1. Direk Ekstrüzyon Yöntemi

Direk ekstrüzyon yönteminde, alıcı içindeki blok ıstampa tarafından itilerek diğer uçtaki matris deliğinden geçirilir (Şekil 1.15). Malzeme akışı ve zorlama yönü aynıdır. Matris sabittir, ıstampa ve blok alıcıya göre bağıl hareket eder. Bu bağıl hareketten dolayı alıcı ile blok arasında sürtünme meydana gelir.

Sürtünme kuvveti bloğun matrise doğru ilerlemesini engeller, bu durum gerekli ekstrüzyon kuvvetini ve ekstrüzyon artığını arttırmaktadır. Ayrıca blok ile alıcı arasındaki sürtünmeden dolayı blok çevresi yavaş, blok merkezi hızlı hareket ederek blok sonunda huni biçiminde bir boşluk meydana getirmektedir. Büyük ekstrüzyon kuvveti uygulayıp, billetin tamamı ekstrüzyon edilse dahi yarı mamulün sonu hatalı olmaktadır. Bu nedenle direk ekstrüzyon yönteminde belli bir miktar ekstrüzyon artığı bırakılmaktadır.

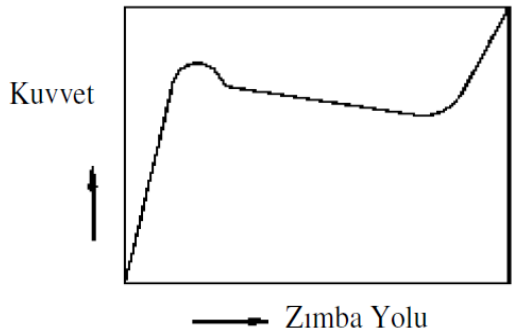


1. Blok
2. Kovan
3. Kalıp
4. Zımba
5. Ön Levha
6. Kalıp Tutucu

Şekil 1.15. Direk ekstrüzyon yöntemi [54].

Sürtünme, ekstrüzyon kuvvetini arttırdığı gibi düzensiz bir malzeme akışına da neden olmaktadır. Sürtünmenin bu son etkisi ekstrüzyon profilinin uzunluğu boyunca özelliklerin değişmesine ve bazı hatalara neden olmaktadır. Şekil 1.16'da da direk ekstrüzyon yöntemi ve kuvvet eğrisi görülmektedir.

Direk ekstrüzyon yöntemi dezavantajlarına rağmen takım düzenlenmesi basit ve işletme yönünden kolay olduğundan çok tercih edilen bir yöntemdir. Çeşitli dolu ve içi boş profiller, istenilen uzunluk, çap ve kalınlıkta imal edilebilirler. Bu yöntemde matris çapı, alıcı iç çapı tarafından sınırlanmamaktadır. Fakat takım ömrü endirek ekstrüzyona göre daha kısadır [54].

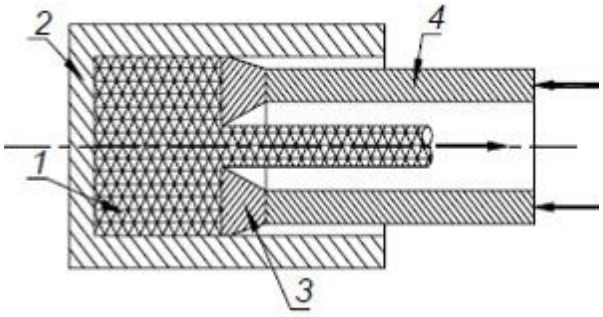


Şekil 1.16. Direk ekstrüzyon yönteminde kuvvet eğrisi [54].

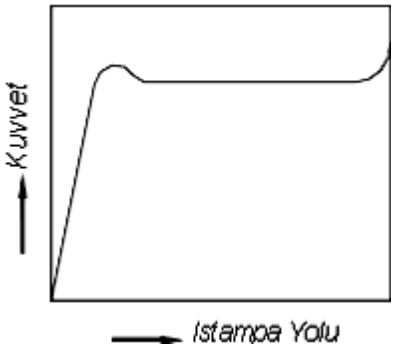
1.9.2.2 Endirek Ekstrüzyon Yöntemi

Endirek ekstrüzyon yönteminde matris, içi boş bir ıstampanın ucuna monte edilir ve ıstampa ile birlikte hareket eder (Şekil 1.17). Matris hareketli, blok sabit olduğundan ıstampa alıcıya göre bağıl hareket yaparken, blok ile alıcı arası da bağıl bir hareket yoktur. Malzeme akışı ile kuvvet yönü tam zıttır. Şekil 1.18'de endirek ekstrüzyon yönteminde kuvvet eğrisi gösterilmiştir [54]. Bu yöntem ile ekstrüzyonda, blok yüzeyi ile alıcı cidarı arasında sürtünme oluşmadığından gerekli ekstrüzyon kuvveti azalmaktadır. Endirek ekstrüzyonda kayıp miktarı direk ekstrüzyona göre çok azdır. Aynı zamanda malzeme akışı daha düzenli olmakta ve ekstrüzyon hatalarının oluşum oranı azalmaktadır. Endirek ekstrüzyon işleminde direk ekstrüzyona göre daha büyük ekstrüzyon oranlarında, daha yüksek ekstrüzyon hızlarında ve daha düşük blok sıcaklığında çalışılabilmektedir. Endirek ekstrüzyon yönteminin birçok avantajlarına rağmen bazı dezavantajlarından dolayı özel imalatlar için tercih edilmektedir. Bu yöntemde matris çapı alıcı iç çapı tarafından sınırlanmaktadır ve takımların düzenlenmesi zor olmaktadır. Karmaşık kesitlerin ekstrüzyonuna uygun bir yöntem değildir. Ayrıca ıstampanın uzunluğu eğilme gerilmesi ile sınırlandırılmaktadır [54]. Direk ekstrüzyonda alıcı içinde kalan malzeme miktarı takoz ağırlığının %18…20'si, endirek ekstrüzyonda ise %5..6'sıdır. Ayrıca endirek ekstrüzyon için gerekli kuvvet direk ekstrüzyona kıyasla %25…30 daha küçüktür. Bu üstünlüklere rağmen, endirek

ekstrüzyon, gerekli tezgahın karmaşıklığı nedeniyle, sınırlı bir uygulama alanına sahiptir. Direk ekstrüzyonda takoz alıcıya göre hareket ettiği için ikisi arasında bir sürtünme söz konusudur. Endirek ekstrüzyonda ise takoz / alıcı ara yüzeyinde malzeme hareketi yoktur ve dolayısıyla sürtünme de söz konusu değildir. Endirek ekstrüzyon için gerekli kuvvetin direk ekstrüzyona kıyasla daha düşük olmasının nedeni de budur.



1. Blok
2. Kovan
3. Kalıp
4. Zımba

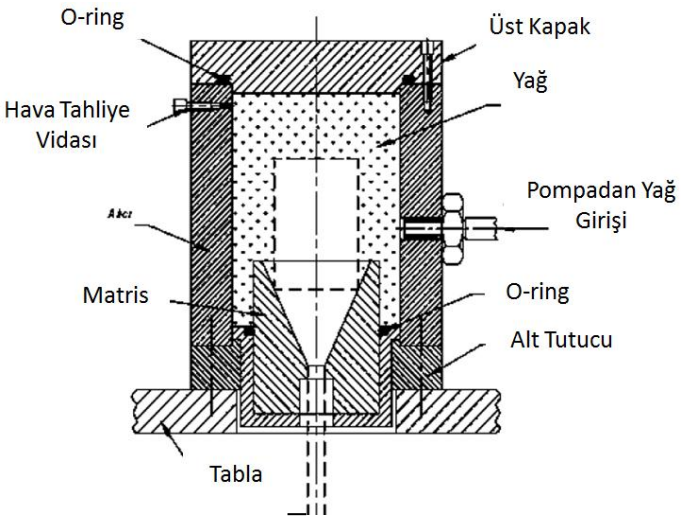


Şekil 1.17. Endirek ekstrüzyon yöntemi [54].

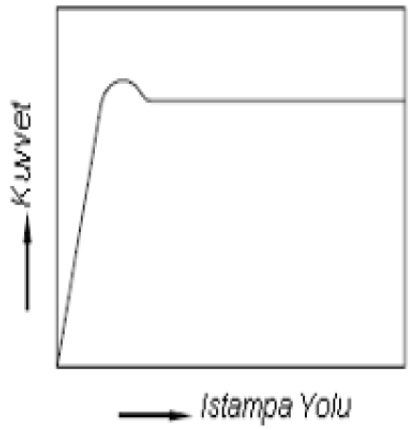
Şekil 1.18 Endirek ekstrüzyonda kuvvet eğrisi [54].

1.9.2.3 Hidrostatik Ekstrüzyon Yöntemi

Hidrostatik ekstrüzyon, bloğun alıcıda ıstampa kuvvetinin etkisi ile değil, basınç ortamı ile matristen geçirildiği bir yöntemdir (Şekil 1.19). Bu yöntemde blok, yüksek basınç akışkanı ile çevrilmiştir ve akışkanın basıncı ile ekstrüzyon edilmektedir. Blok ile takımlar arasında sürtünme olmadığından gerekli ekstrüzyon kuvveti daha az olmaktadır. Aynı zamanda ideal akış tipi sağlanmaktadır. Şekil 1.19'da hidrostatik ekstrüzyon yöntemi ve kuvvet eğrisi gösterilmiştir [54]. Bu proseste ekstrüzyon basıncı malzeme etrafını saran akışkan ile sağlanır. Hidrostatik ekstrüzyon alıcı-cidar sürtünmesi olmaması ve alıcı içindeki basıncın bir miktar akışkanı kalıp yüzeylerine göndermesi hariç direk ekstrüzyona benzer. Böylece sürtünme önemli oranda azalır.



Şekil 1.19. (Hidrostatik Ekstrüzyon Yöntemi)



Şekil 1.20.(Kuvvet Eğrisi)

1.10. Süper iletkenliği oluşturan MgB2 İçerisine Yapılan Element Katkıları

İşlem görmemiş basit MgB_2 formu sadece orta büyüklükteki manyetik alanlarda kullanışlı iletim özellikleri gösterir ve bu endüstriyel uygulamaların çoğu için yeterli değildir. Süper iletken özelliklerin iyileştirilmesi için nano yapılar, katkılamalar ve optimum derecede yapılan ilaveler MgB_2 üzerinde şaşırtıcı sonuçların ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Bu ikili bileşiğin süper iletkenlik özelliklerini geliştirebilmek ve perçinleme merkezleri oluşturmak amacı ile MgB_2 içerisine yapılan katkılamaların başlıcaları aşağıda sıralanmıştır.

1- Bakır: Kimishima, Cu ilavesinin Jc değerini yükselttiğini rapor ederken, Tampieri ve Kazakov, bu ilavenin Tc üzerindeki etkilerini incelemiş ve Tc değerinin neredeyse değişmeyip süperiletkenliğe geçiş sıcaklık aralığının bir miktar genişlediğini bildirmişlerdir. [55, 56]

2- Kobalt: Kuhberger çalışmasında, Co'ın küçük miktardaki ilaveleri için karışımın Tc değerinin azalmasına rağmen MgB_2'nin süper iletkenliğinin bozulmadığı sonucuna varmıştır. Aksan da buna paralel sonuçlar ortaya koymuştur: Co ilavesinin çok fazlı bir yapı ortaya çıkardığını, eklenen Co miktarı arttıkça Tc'nin azaldığını ve süper iletken faza geçişin giderek daha geniş sıcaklık aralıklarında gerçekleştiğini bulmuştur [57, 58]

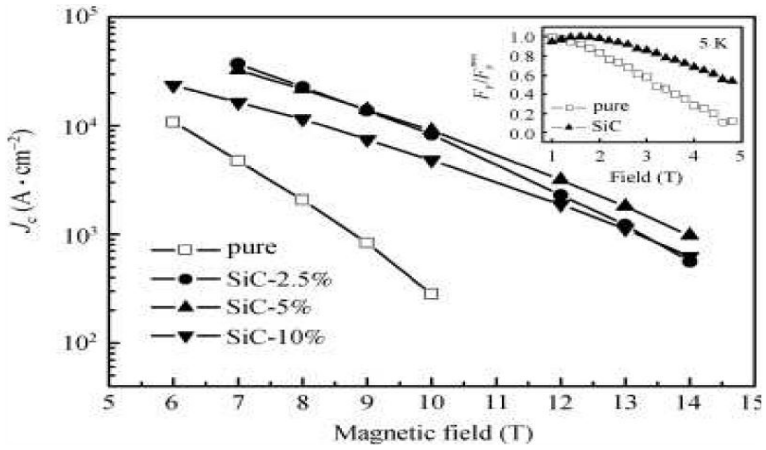
3- Alüminyum: Xu'nun çalışmasında, neredeyse ilave edilen tüm Al'lerin MgB_2 örgü yapısında Mg yerine geçtikleri, katkılama miktarının artmasıyla örgü parametrelerinin ve Tc değerlerinin azaldığı rapor edilirken az da olsa katkılı numunelerin Jc değerlerinin

saf numuneninkinden büyük olduğu bildirildi. Rui'nin araştırmasında ise artan Al katkılama oranlarına karşılık Tc'nin azaldığı ve saf MgB_2'ye göre süper iletkenlik özelliklerinin zayıfladığı fakat tanecik sınırlarındaki Al'lerin güçlü perçinlenme merkezleri olarak davranabileceği savunuldu [59, 60]

4- Lityum: Bu katkılamayı araştıran Li, küçük orandaki katkılamalar için Tc'nin nerdeyse hiç değişmediği sonucuna ulaştı. Bu sonuca benzer şekilde Zhao'da, küçük katkılama oranları için tek fazlı bir yapı oluştuğunu, katkılanan Li oranı arttıkça Tc'nin azaldığını ve hatta belli bir limitin üzerinde süper iletkenliğin tamamen yok olduğunu rapor etti [61, 62]

5- Silisyum: İki farklı boyutta Si tozu (44 μm, nano-Si) kullanan Wang'ın çalışmasına göre; nano katkılama için perçinlenme mekanizması ve Jc belirgin bir şekilde artarken, 44 μm'lik Si katkılamanın perçinlenme mekanizmasına etkisinin saf MgB_2'den zayıf olduğu belirlenmiştir. [63]

6- Silisyum Karbon: SiC ile katkılamanın özelliklerini inceleyen araştırmacılar, nano-SiC'nin en iyi perçinlenme merkezi olduğunu ortaya koymuşlardır. Jc'de belirgin bir gelişme olurken Tc'nin 2K kadar azaldığını bulmuşlardır [64, 65, 66].



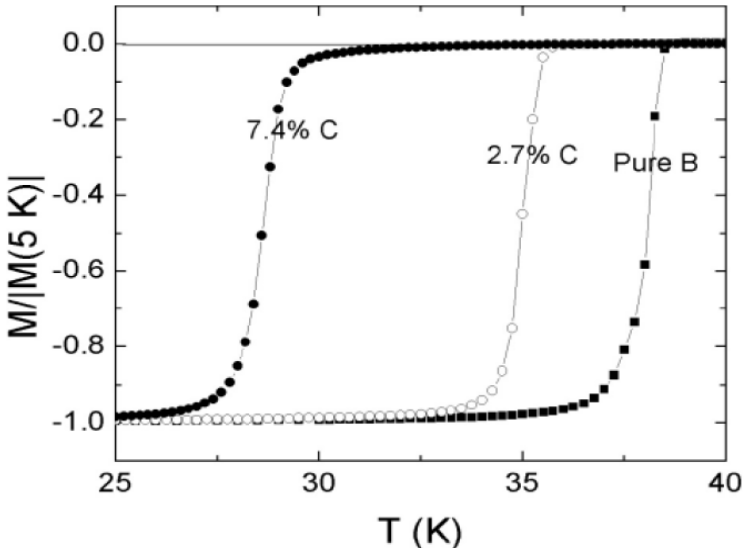
Şekil 1.21. Farklı oranlarda SiC ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB_2 şeritleri için kritik akım yoğunluğunun manyetik alana bağlı grafiği [66].

7- Çinko: Zn ile yapılan çalışmalarda Jc'de büyük bir anizotropi olduğu ve Zn katkılamanın, sistemin kritik sıcaklığı üzerinde %0,2 lik bir pozitif etki yaptığı gözlenmiştir [55,].

8- Gümüş: Guo ve Cheng'in Ag katkılaması üzerine yaptıkları çalışmalar sonucunda; katkılama artarken birim hücrenin Tc'sinin küçüldüğü ve faz geçiş sıcaklık aralığının genişlediği bulunmuştur [67, 68].

9- Tantalum: Prikhna, Ta ilavesinin sistemin Jc'si üzerinde pozitif bir etki yarattığını rapor etmiştir [69].

10- Titanyum: Zhao'nun çalışmasına göre; tanecikler arası iletimin iyi olması ve MgO'dan kaynaklanan yüksek yoğunluktaki perçinlenme merkezlerinden kaynaklanan Jc'de çok önemli bir iyileşme ortaya çıkarmaktadır. Anderson, Gotto ve Wilke de aynı sonuca ulaşmışlar ve Tc sadece 2-3 K düşerken Jc'nin büyük ölçüde geliştiğini rapor etmişlerdir [70].

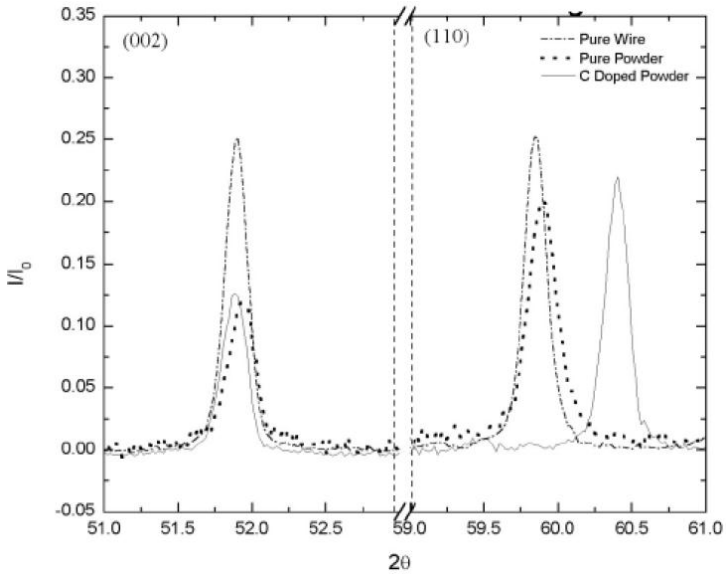


Şekil 1.22. Farklı oranlarda C ile katkılandırılmış ve katkı yapılmamış MgB_2 için manyetizasyonun sıcaklığa bağlı grafiği.

11- Demir: Yapılan araştırmalar sonucunda, küçük orandaki katkıların Tc'yi düşürdüğü fakat MgB_2'nin süper iletken davranışını bozmadığı bulunmuştur [57].

12- Karbon: C katkılamaları üzerine yapılan çalışmalarda, perçinlenme merkezlerinin artarak akı perçinlenmesini arttırdığı ve bu sayede Jc'yi yükselttiği sonucuna ulaşılmıştır [71].

Diğer taraftan karbon katkılama aşağıdaki veriden de anlaşılacağı üzere kritik sıcaklık Tc'yi düşürmektedir. Şekil 2.8'de, 5 K'de normalize edilmiş mıknatıslanma eğrisinin sıcaklığa göre değişimi görülmektedir. Karbon katkı miktarı arttıkça, geçiş sıcaklığının daha düşük sıcaklıklara kaydığı görülmektedir. Tc'deki azalmaya karşın, karbon katkısının kritik akım yoğunluğunu yaklaşık 10 kat mertebesinde arttırdığı bilinmektedir. Şekil 2.9'da Cu Kα ışımasıyla elde edilmiş şiddet-2θ değişimi gösterilmektedir. 002 düzleminde, yaklaşık 52 derecedeki tepenin kayda değer bir şekilde kaymadığı söylenebilir. Buna karşın, yaklaşık 60 derecedeki tepenin 110 düzlemi için bir miktar kaydığı gözlenmektedir. Bu da, bor atomuyla karbon atomunun bir miktar yer değişmesiyle ilişkili olduğu, literaturde rapor edilmiştir [72].



Şekil 1.23. XRD (Cu Kα ışıması) C katkılı MgB_2 (110) düzlemine ait tepenin kaydığını göstermektedir. Buda, bor'un karbon ile yer değiştiğini işaret etmektedir. C katkı miktarı %7.4 tür [73].

13- Krom: Zhang' ın çalışmasına göre; katkılama sonucunda normal durum direnci artar ve süper iletkenliğe geçiş sıcaklığı düşer [74].

14- İridyum: Yapılan çalışmalarda Tc'nin katkılama ile azaldığı rapor edilmiştir [75].

15- Zirkonyum: Zhao'nun çalışmasında gelişen perçinlenme merkezleri yüzünden Jc'de çok önemli bir gelişme olduğu bildirilmiştir. Gotto'nun çalışması da bu sonucu desteklemektedir [76, 77].

16- Kurşun: Elsabawy'nin yaptığı çalışmaya göre, katkılama oranı artarken Jc'nin de arttığı ortaya çıkmaktadır. M'chirgui ise katkılama ile Tc'nin düzenli bir şekilde azaldığını ortaya koymuştur [78, 79].

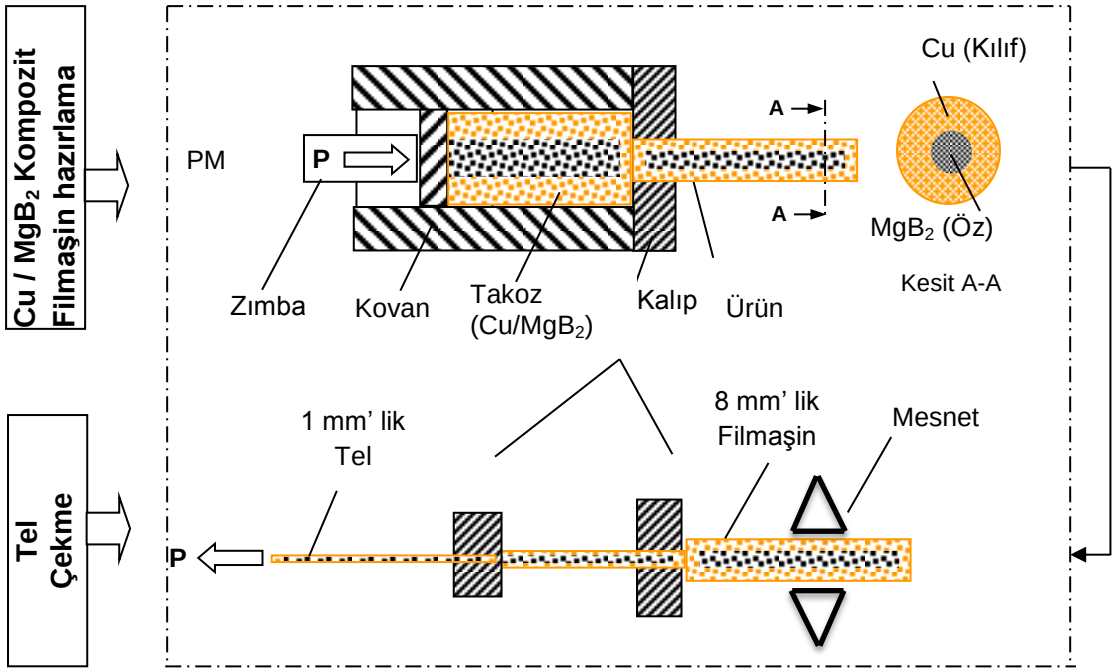
17- Manganez: Araştırmalar sonucunda, artan Mn katkılama oranları ile Tc adım adım azalmakta olduğu bulunmuştur [80].

2. BÖLÜM

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Materyal

Bu çalışmada süper iletken MgB_2 tozlarının bakır kılıf içerisinde ekstrüze edilerek tel ve şerit formundaki ürüne dönüştürülmesi hedeflenmektedir. Ekstrüzyon için Cu/MgB_2 yarı mamul kompozit takozların (Billet) hazırlanmasında toz metalürjisi (TM) tekniği kullanılacaktır.



Şekil 2.1. Cu / MgB_2 süper iletken kompozit tellerin imalat sürecinin şematik gösterimi

Toz metalürjisi (TM) yöntemi kullanılarak öncelikle ön sıkıştırma ile ortasında boşluk bulunan bakır bir bilet oluşturulacak ve sonrasında bu boşluğa MgB_2 tozları yerleştirilerek tekrar sıkıştırmak suretiyle ekstrüzyona hazır yarı mamul Cu / MgB_2 kompozit takozlar hazırlanmış olacaktır (Şekil 2.1). Bu yöntemde, göbekte MgB_2 tozları ve dışta Cu tozlarından oluşan bir ön şekillendirilmiş kompozit yapı kovan içinde preslenerek yarı mamul kompozit takoz elde edilecektir. Üretilen takozlar direk

ekstrüzyon tekniğini kullanarak sıcak ekstrüze edilecektir. Ekstrüzyon sonucunda göbekte sert ve kırılgan olan MgB_2 'den ve bu yapının etrafını saran Cu kaplamadan oluşan bir kompozit ürün kesit yapısı oluşacaktır. Şekil 2.1.'de bu imalat süreci ve süreç sonucunda oluşması beklenilen kesit yapısı şematik olarak gösterilmektedir. TM tekniğiyle hazırlanılan yarı mamul takoz ekstrüze edilerek takoz hazırlama yönteminin nihai ürünün fiziksel, mekanik ve metalografik özelliklerine etkisi karşılaştırmalı olarak incelenecektir. Ayrıca öz - kaplama ara yüzey özellikleri yine bu esnada incelenecektir. Yine ürün kesitleri üzerinden alınan numuneler üzerinde mikrosertlik ölçümleri yapılarak kesit üzerindeki sertlik değişimi belirlenecektir.

2.1.1. Kullanılan Cu ve MgB_2 Tozları

Cu/ MgB2 kompozit süper iletken tel üretiminde yüksek şekillendirilebilme ve iyi ısıl iletim özelliğinden dolayı kılıf malzemesi olarak bakır tozu kullanılmıştır.



a) b)

Şekil 2.2. Cu/MgB_2 kompozit tel üretiminde kullanılan a) Bakır tozu, b)MgB_2 tozu

Kullanılan bakır tozu -100 mesh (max 142 µm) tane boyutunda, % 99 saflıkta ALFA AESER® firmasından temin edilmiştir. MgB_2 seramik tozları yine aynı firmadan -100 mesh (max 142 µm) tane boyutunda temin edilmiştir. Şekil 2.2 'de kullanılan bakır ve MgB_2 tozlarının görüntüleri verilmiştir. Tablo 2.1 de bakırın genel özellikleri verilmiştir.

Tablo 2.1. Bakırın Genel Özellikleri

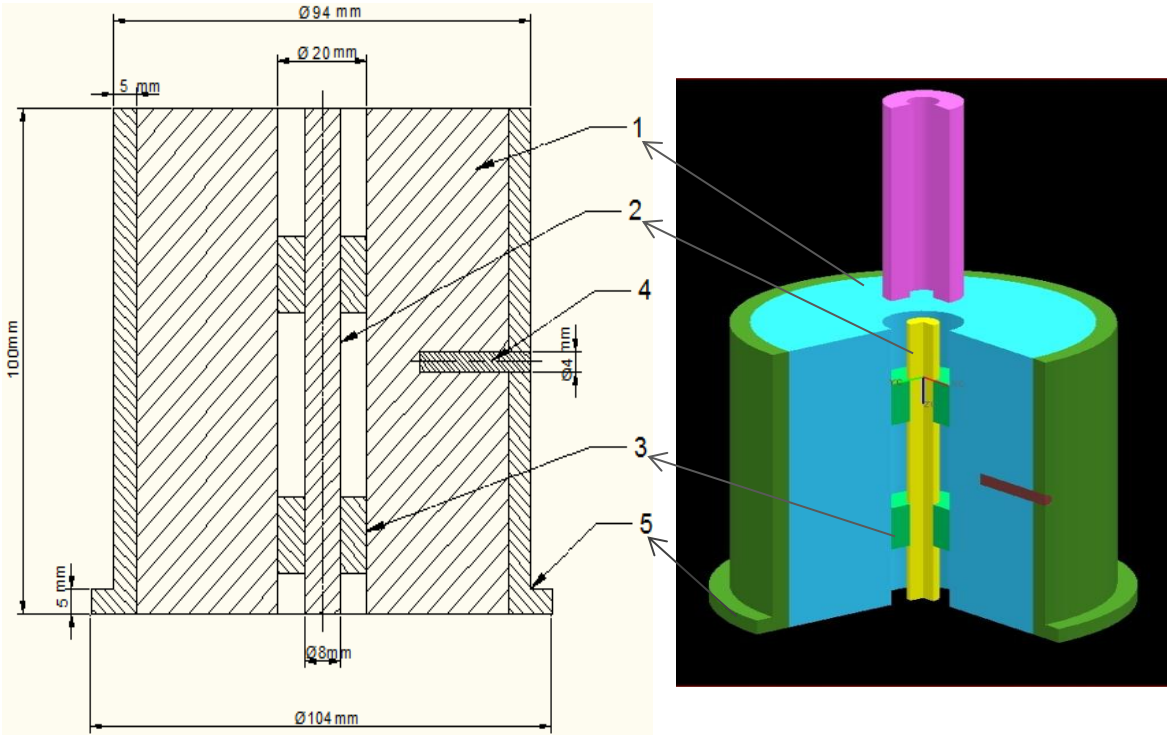
Bakırın (Cu) Genel Özellikleri	
Yoğunluk	8,96 g/cm³
Sıvı Haldeki Yoğunluğu	8,02 g/cm³
Ergime Noktası	1084,62 °C/1357,77 °K
Kaynama Noktası	2562 °C/2835 °K
Elektrik Direnci	16,78 nΩ·m (20°C'de)
Ergime Isısı	13,26 kJ/mol
Buharlaşma Isısı	300,4 kJ/mol
Isıl İletkenliği	401 W/(m·K)
Vickers Sertliği	369 MPa

2.1.2. Cu /MgB_2 Kompozit takoz İmalatında kullanılacak Deney Ünitesi Tasarımı ve İmalatı

Ön şekillendirilmiş Cu/MgB_2 kompozit takozların, toz formundaki bakırın maçalı bir kalıp içerisinde preslenmesinin ardından maçanın çıkarılmasıyla oluşturulan boşluğa MgB_2 seramik tozlarının doldurularak ardından iki bileşenin birlikte preslenmesiyle üretilmesi hedeflenmektedir. Bunun sonucunda bakır kılıflı MgB_2 özlü bir yapı elde edilerek ekstrüzyona hazır hale getirilecektir. Bu amaçla şekil 2.3 a'da görülen deney düzeneğinin tasarım ve imalatı yapılmıştır. Düzenek içerisine yerleştirilecek olan Cu ve MgB_2 tozları yüksek sıcaklık ve basınca maruz kalacaklarından dolayı düzeneğin malzemesi, yüksek sıcaklığa dayanıklı yaylar ve sıcak soğuk dövme kalıpları imalinde kullanılan ve kimyasal özellikleri Tablo 2.2' de verilen 6150 malzemeden seçilmiştir.

Tablo 2.2. SAE 6150 Malzemenin Kimyasal Kompozisyonu

ÇELİK NORMLARI VE KARŞILIKLARI		KİMYASAL ANALİZLERİ %						
SAE NORMU	DIN NORMU	C	Si	Mn	P	S	Cr	V
6150	50CrV4	0.47 0.55	0.15 0.40	0.70 1.00	- 0.035	- 0.035	0.90 1.20	0.10 0.20



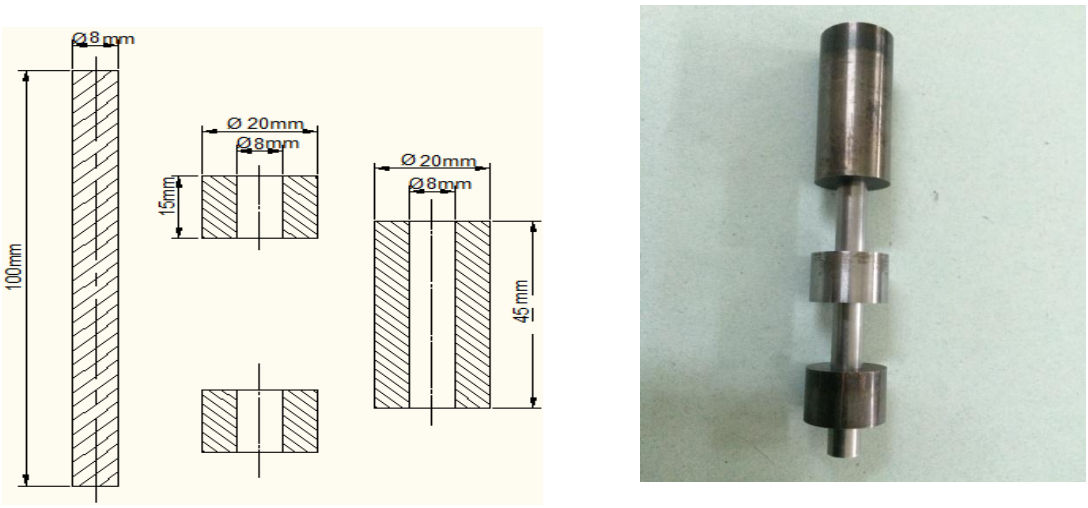
(a) (b)

Şekil 2.3. Deney Ünitesinin, a) Kesit Resmi b) 3D Model Resmi
(1-Kovan ,2-Maça, 3-Alt baskı pulu, 4-Isı ölçer yuvası, 5-Destek parçası)

Kütük halinde temin edilen malzeme şekil 2.3 te verilen ölçülere getirilebilmek için tornalama ve delik içi hassas taşlama işlemlerini müteakip ısıl işleme maruz bırakıldıktan sonra malzemenin sertliği 50 HRc getirilerek istenilen düzeneğin birinci ve ana parçası elde edilmiştir. Kompozit yapıdaki yarı mamul ürün imalatını gerçekleştirmek için hazırlanan deney ünitesinde, boyları 10-70 mm olacak şekilde ürünlerin imalatının yapılması planlandığından ünite dikey olarak tasarlanmıştır.

2.1.2.1. Maça ve Basma Kalıbı İmalatı

Maça ve basma kalıpları; toz halindeki bakır malzemenin şekillendirilmesi için gerekli olan parçalardır. Parçalar aşağıda Şekil 2.4'te gösterilen ölçülerde 6150 malzemeden imal edilmiştir. Maça, zımba ve basma kalıplarının dış yüzeylerine hassas taşlama işlemi uygulanmıştır.



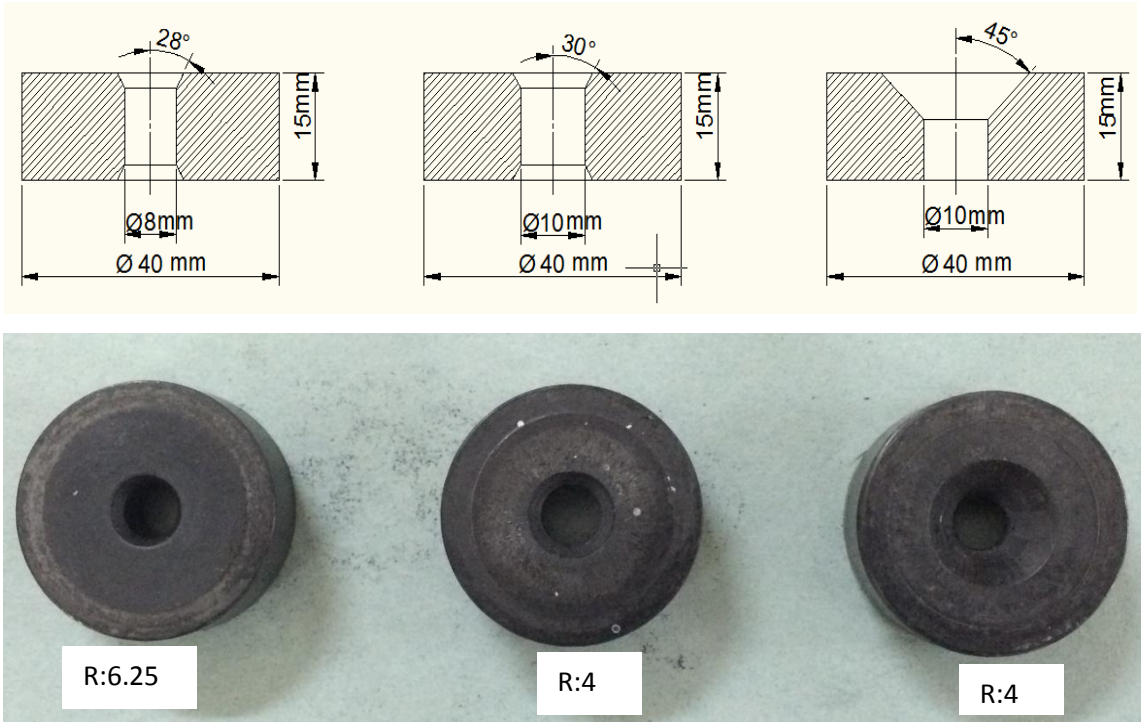
Şekil 2.4. Maça, Zımba ve Basma Kalıbı

Söz konusu bu parçalar ile, kalıpların maça ile merkezlenmesi sonucu kalıplar arasında kalan boşluğa istenilen ölçüde bakır tozu ilave edilerek yüksek basınç altında toz yapının konsantre bir hal alması sağlanmış olur.

2.1.3. Ekstrüzyon Kalıplarının İmalatı

Deneylerde Şekil 2.5.'de gösterilen ve çapları; Ø10 mm olan konik kalıp ve Ø8 mm ile Ø10 mm lik düz kalıplar ekstrüzyon esnasında kullanılmak üzere imal edilmiştir. Kalıplar kalıp tutucu içerisine yumuşak geçme toleransı sınırları içerisinde yerleştirilmiştir.

Deneylerde farklı ekstrüzyon oranı sağlamak için farklı ekstrüzyon oranlarındaki kalıplar tasarlanarak değişik çaplarda filmaşin üretimi ve bu malzemelerin çekilerek tel haline getirilebilirliğinin incelenmesi hedeflenmiştir. Kalıplar AISI 2344 (H13) sıcak takım çeliğinden imal edilmiştir.

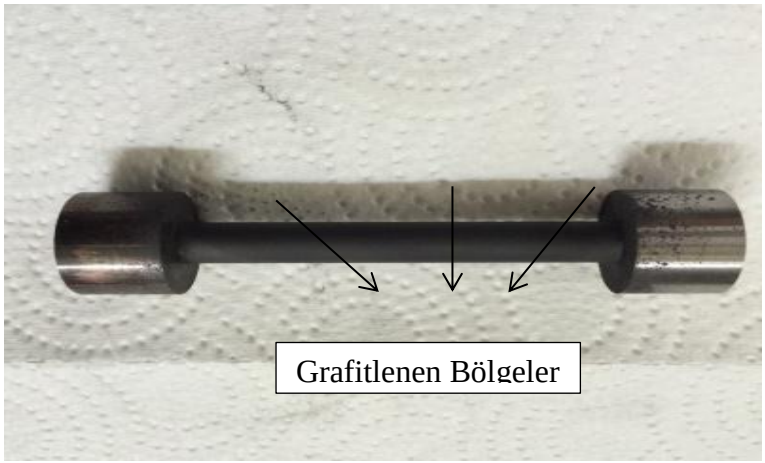


Şekil 2.5. Ekstrüzyon Kalıpları

2.2. Yöntem

2.2.1. Bilet ve Filmaşin Üretimi

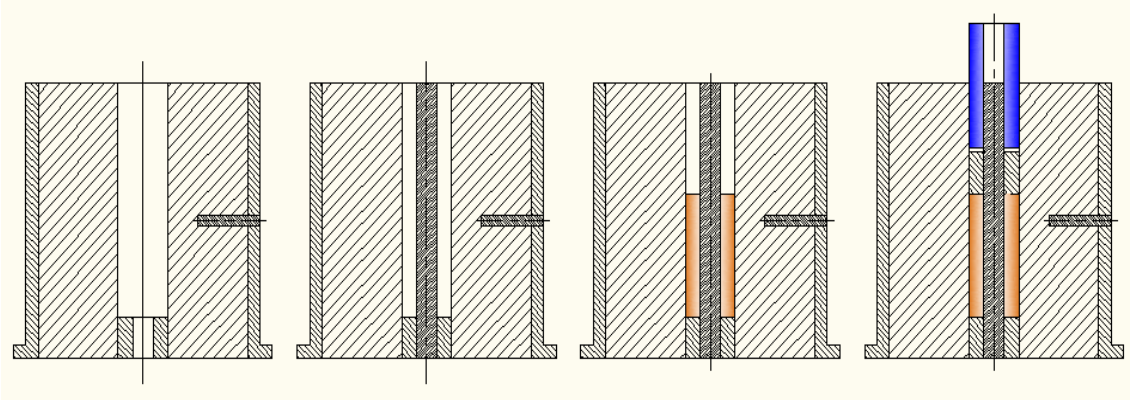
İnce kompozit yapıda tel üretebilmek için öncelikle Cu ve MgB_2 tozlarının, tasarlanan bir düzenek yardımıyla, pres altında yüksek sıcaklık ve basınç uygulanarak ön şekillendirme sonucu bilet yapının oluşturulması gerekmektedir. İkinci aşamada ise bilet yapı ile kompaktlanan ve belirli bir form kazanan tozlar, tasarlanan bir ektrüzyon ünitesine konularak sıcaklık ve basınç altında ektrüze edilecek olup tel çekme sürecine girdi yarı mamul olacak filmaşin malzemenin elde edilmesi sağlanacaktır. Üçüncü aşamada ise imal edilen filmaşinlere tel çekme işlemi uygulanarak istenilen ölçülerde kompozit bir tel üretimi gerçekleştirilmiş olacaktır. Birinci basamağımız olan bilet yapının oluşturulabilmesi için çeşitli yöntem ve deneyler denenmiştir. Biletin oluşturulabilmesi için tasarladığımız Şekil 2.3 'de verilen deney düzeneğinin kovan deliği kalıp ile bilet arasında oluşacak sürtünmenin etkisini minimuma indirebilmek için SOGELUB® marka sprey grafit ile tamamen grafitlenmiştir. Kovan içerisinde çalışan ve Şekil 2.4 gösterilen 2 adet kalıbın birer yüzleri ve maça olarak kullandığımız milin yüzeyi de Şekil 2.6 daki gibi grafitleme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 2.6. Maça ve Kalıbın Grafitlenen Kısmı

Maçayı grafitlemediğimiz takdirde bilet içerisinden çıkarmamız oldukça zorlaşmaktadır. Basma kalıplarını grafitlememizin amacı ise soğuk olarak tozu pres altında sıkıştırdığımızda basma kalıbının toz ile temas eden yüzeylerine bakır tozunun yapışmasına engel olmak ve soğuk olarak preslenen biletin yüzeyinin düzgün, pürüzsüz çıkmasını sağlamaktır. Grafitleme işleminden sonra basma kalıbı olarak adlandırdığımız delikli pul kovanın alt kısmından Şekil 2.7 (a) 'da gösterildiği şekilde kovanın ağzından dışarı taşmayacak şekilde kovan tabanına yerleştirilmiştir. Daha sonra deney düzeneğinin üst tarafından, kovanın içerisinden geçecek şekilde Şekil 2.4 te verilen 8mm'lik maça basma kalıbının merkezine Şekil 2.7 (b) deki gibi yerleştirilmiştir. Maçayı yerleştirmemizin amacı, ortası delik bir bilet elde edebilmek ve biletin ortasındaki bu boşluğa MgB_2 tozunu doldurabilmektir. Basma kalıbı ile maça birbirine tatlı geçecek şekilde montaj edilmiştir.

Basma kalıbı, kovan ve maça arasındaki silindirik boşluk bakır tozu ile doldurulacaktır. Doldurma işleminden önce tozun kaç gram konulduğunun bilinebilmesi amacıyla Şekil 2.8 (a) daki gibi huniye doldurulan bakır tozu şekil 2.8 (b) de gösterilen ve tez süresince kullandığımız 0.1 gr hassasiyetindeki terazi ile m=60 gr olarak ölçülmüştür.



(a) (b) c) (d)

a) Delikli Pulun (basma kalıbı) yerleştirilmesi
b) Maçanın yerleştirilmesi
c) Tozun ilave edilmesi
d) Basma kalıbının ilavesi ve zımbanın yerleştirilmesi

Şekil 2.7. Tasarlanan Düzeneğe Maça ve Basma Kalıplarının Yerleştiriliş Sırası



(a) (b)

Şekil 2.8. Bakır Tozunun a) Tartılması, b) Kalıp boşluğuna doldurulması

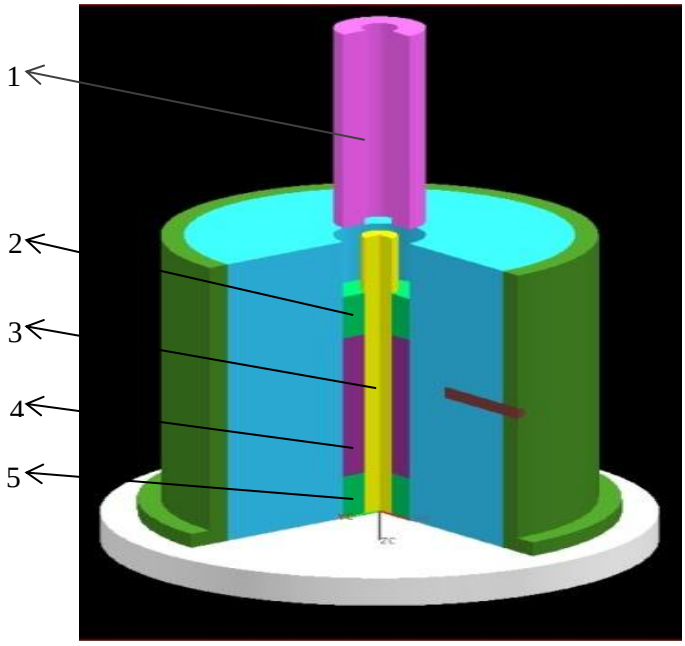
60 gr olarak belirlenen bakır tozu Şekil 2.7 (c) deki şekilde düzeneğin kovan kısmına doldurulmuştur. İlave edilen bakır tozlarının birbiri üzerinden kayarak tozların arasındaki boşluklu yapının minimum hale getirilebilmesi ve yeteri kadar kompaktlanma sağlanması için düzeneğin üst tarafından ikinci basma kalıbı grafitlenen yüzey kovan içinde kalacak şekilde Şekil 2.7 (d) deki gibi maça üzerinden kovan deliğine yerleştirilmiştir.

Basma kalıplarının arasında kalan bakır tozlarının sıkıştırılması amacıyla Şekil 2.9 (b) deki gibi maça üzerine sıkıştırma zımbası yerleştirilmiştir. Düzenek son haliyle

hazırladığımız yerden alınarak Şekil 2.9 (a) da gösterilen ve ERÜ Müh. Fak. Mak. Müh. Kompozit laboratuvarında bulunan 150 tonluk hidrolik presin altına yerleştirilmiştir.



(a)





b) c)

Şekil 2.9. 150 Tonluk Hidrolik Pres (a), Biletin Sıkıştırılışı (b), Oluşan Bilet Yüzeyi (c)
(1-Zımba, 2- Üst baskı pulu, 3-Maça, 4-Takoz, 5- Alt baskı pulu)

Düzeneğin üzerinde bulunan zımbaya pres ile soğuk olarak yaklaşık P=32 bar basınç 1 dk. süreyle uygulanmıştır. Düzenek üzerindeki basınç sıfırlandıktan sonra maçanın çıkartılması yani biletin ortasının boşaltılabilmesi için kovanın üst tarafından zımbanın merkezine geçirilmiş, maçanın çapından (θ=8 mm) daha küçük çaplı (θ=7 mm) bir mil presin altına yerleştirilerek, bilet iç yüzey çeperi ile maçanın dış yüzeyindeki sürtünmeyi yenecek kadar bir basınç uygulanarak maçanın yavaşça çıkarılması sağlanmıştır. Maçayı çıkarma işlemi esnasında altta bulunan basma kalıbı da maça ile beraber rahatça çıkmış olup üst tarafta bulunan diğer basma kalıbı ise çıkarılan maçanın el ile tekrar kalıbın merkezine yavaşça yerleştirilmesi ve el kuvveti ile geri çekilmesiyle rahatça dışarı alınmıştır. Düzeneğin kovan kısmında bulunan maça ve iki adet basma kalıbı alındıktan sonra Şekil 2.9 (c) deki gibi biletin basınç etkisiyle alt ve üst tarafındaki yüzey kalitesinin düzgün olduğu rahatlıkla görülebilmektedir. Kovan içerisindeki bakır biletin uzunluğu L=27 mm olarak ölçülmüştür. Bir sonraki aşama da maça ile elde edilen takoz merkez kısmındaki θ=8 mm'lik silindirik boşluğa MgB_2 tozu doldurmaktır. Tozu doldurmadan önce düzeneğin etrafına kovanın ve biletin ısınmasını sağlayan ve hazır olarak temin edilen seramik bir ısıtıcı yerleştirilmiştir.

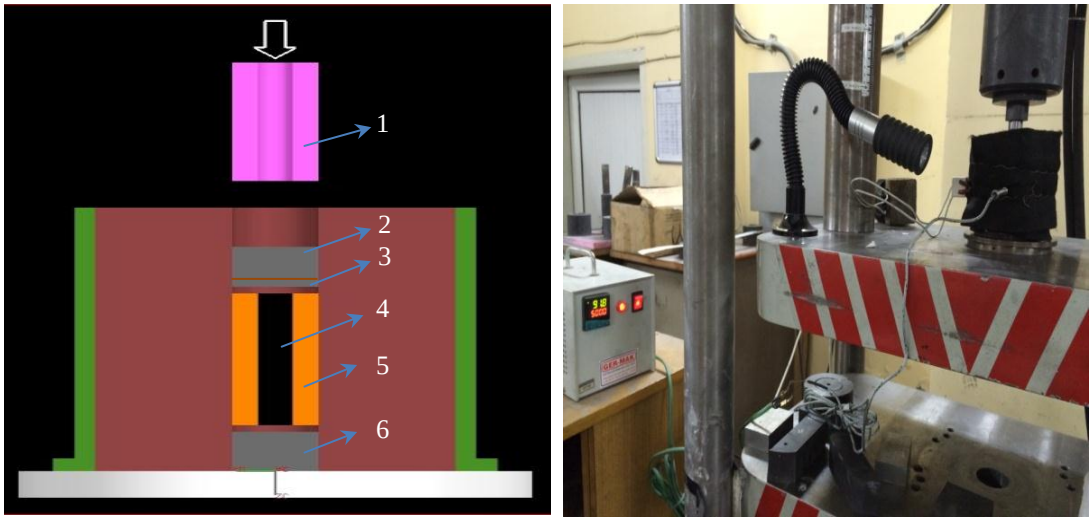


(a) (b) (c)

Şekil 2.10. a) Takoz üretim kalıbı ısıtma ünitesi, b) Isı kontrol ünitesi, c) Takoz boşluğuna MgB_2 tozunun doldurulması

MgB_2 tozunu kovana doldurmadan önce kovanın alt kısmına, üst taraftan doldurulan tozun dökülmemesi amacıyla, kovan ve bilet ile temas eden yüzeyleri grafitlenmiş deliksiz bir pul yerleştirilmiştir. Yerleştirilen pul bilete temas edene kadar kovan içerisinde el kuvvetiyle ötelenmiştir. Pulun kovan ile temas eden yüzeyi grafitlendiği için pul kovan içerisine boşluksuz bir toleransta geçmiş olup düzeneği ters

çevirdiğimizde geri hareket etmemektedir. Kovan içerisindeki biletin üst yüzeyine MgB_2 tozu bulaşmaması ve MgB_2 tozunun rahat bir şekilde biletin içerisine doldurulabilmesi için kovan içerisine, tozu soğuk olarak pres altında sıkıştırmak için kullandığımız zımba yerleştirilmiştir. Zımbanın delik merkezine yerleştirilmiş kağıt bir huni vasıtasıyla MgB_2 tozu Şekil 2.10 (c) deki gibi doldurulmuştur. Doldurma işlemi esnasında ara ara θ=7 mm'lik bir mil ile, ilave edilen tozun el kuvvetiyle sıkıştırılarak boşluğu alınmaya çalışılmıştır. Kovan içerisindeki bakır biletin boyu (L=27 mm) kadar MgB_2 tozu doldurulmuştur. Konulan miktar hassas terazi ile ölçülmüş olup m=2.1gr MgB_2 tozu doldurulduğu tespit edilmiştir. Toz doldurmak için yerleştirilen zımba ve kağıt huni çıkarıldıktan sonra kovanın en üst kısmına kapak olması amacıyla m=3 gr kadar bakır tozu ilave edilmiştir. Son olarak ta kovanın üst tarafına, alt tarafa yerleştirdiğimiz grafitlenmiş deliksiz pulun ikincisi zımba ile kovan içerisindeki yapıya basınç uygulayabilmek için kovan içerisine yerleştirilmektedir. Deliksiz pulun üzerine de zımba yerleştirilerek Şekil 2.11 (a) da oluşturulan düzenek, şekil 2.11 (b) deki gibi ısıtıcıya bağlanmıştır.



(a) (b)

Şekil 2.11. Cu/MgB2 kompozit takozun sıcak preslenmeye hazırlanması.
(1-Zımba, 2-Pul, 3-Kapak bakır tozu,4-MgB_2 tozu, 5-Ön sıkıştırılmış bakır tozu, 6-Pul)

Hidrolik pres altında bulunan düzeneğin sıcaklığının ölçülmesi için düzeneğe Şekil 2.10 (b) deki thermo couple bağlanmış ve ısıtıcı açılmıştır. Aynı zamanda kovanın ve çekirdeğinin sıcaklığının 455 ^{o}C'ye ulaşması beklenerek bakır tozunun düşük basınçta istenilen ham mukavemete ulaşması sağlanmıştır. Düşük sıcaklıkta bakır tozlarının ham

mukavemeti sağlaması için daha yüksek basınçta preslenmesi gerekir ki bu durum maçanın çıkarılmasını zorlaştırmaktadır. Sıcaklığın 455 ^{o}C sıcaklığa ulaşması için yaklaşık 45 dk. beklenmiştir. 455 ^{o}C sıcaklığa sahip kovan içerisinde bulunan ön şekillendirilme uygulanmış toz yapıya, hidrolik pres altında 5 dk süreyle 540 MPa basınç uygulanmıştır.

Düzenek bir gün süreyle soğumaya bırakılmış ve ertesi gün pres altında kovan yüzeyindeki sürtünme basıncını yenecek kadar düşük bir basınçla bilet kovan içerisinden çıkarılmıştır. Elde edilen bakır kılıflı MgB2 özlü kompozit takoz şekil 2.12' de görülmektedir.



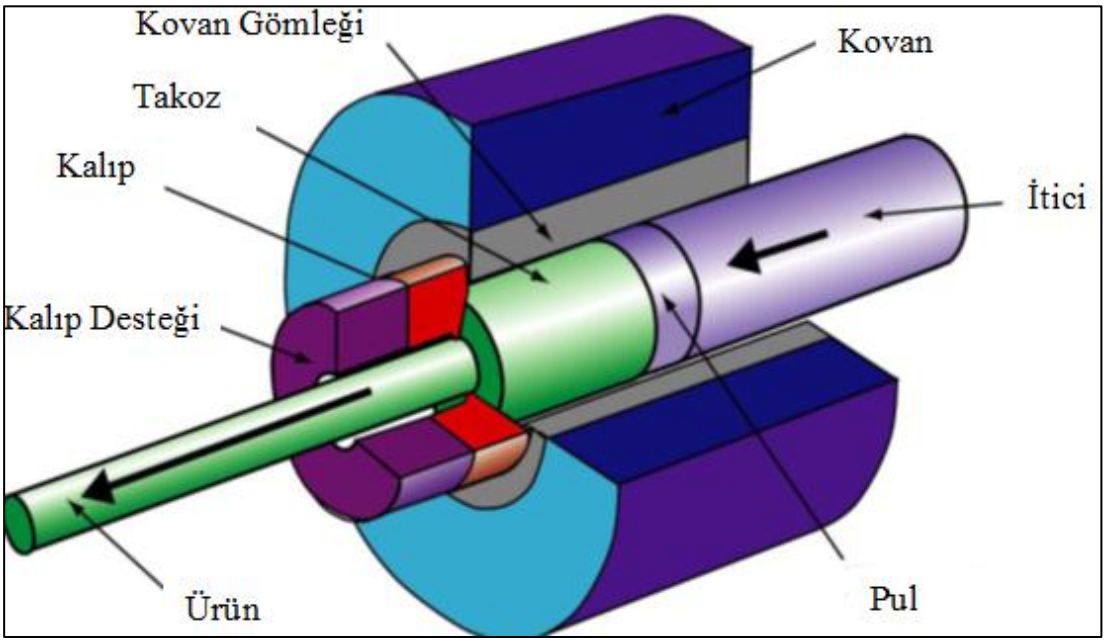
Şekil 2.12. Ekstrüzyona hazır hale getirilmiş bakır kılıflı , MgB2 özlü kompozit takozların görüntüsü

Biletin dışında bulunan bakır kısmında Şekil 2.12 te görüldüğü gibi 4 adet çatlak meydana gelmiştir.

2.2.2. Cu/MgB_2 Kompozit Takozların Ekstrüzyonu ve Filmaşin Elde Edilmesi

2.2.2.1 Takozların Ekstrüzyonu

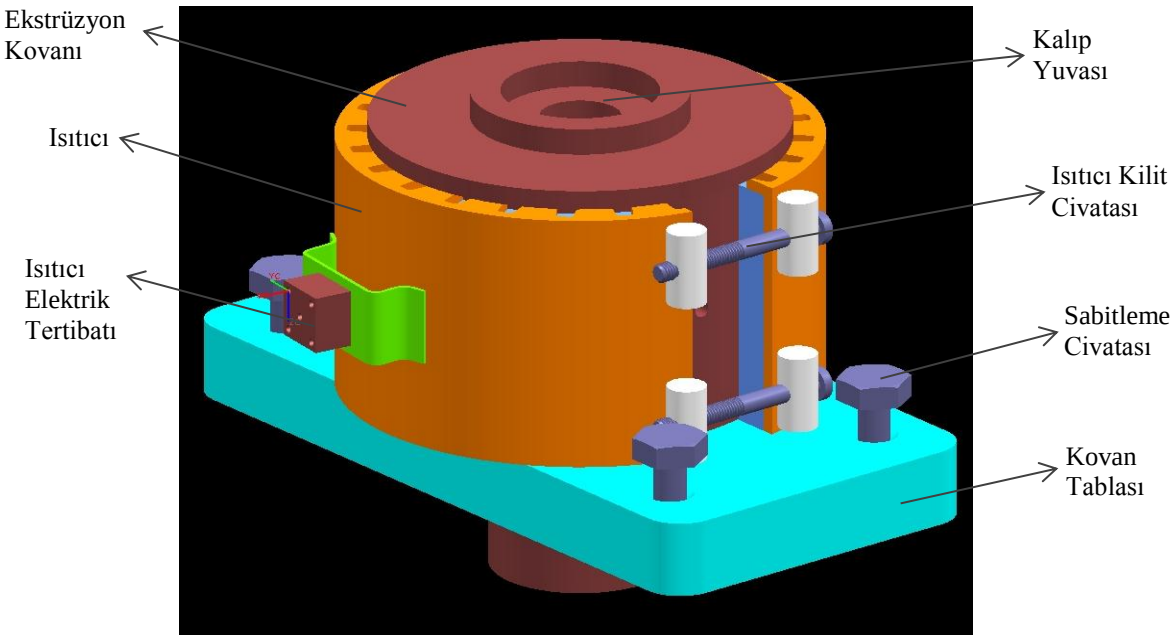
Ekstrüzyon işlemi Şekil 2.13 te gösterildiği gibi kovan içerisine yerleştirilen takozun, alttan bir itici yardımıyla kovanın ön kısmında bulunan kalıptan geçirilerek istenilen çapta ürün elde edilmesi işlemidir. Kompozit takozların ekstrüze edilebilmesi için tokozu meydana getiren düzenekten farklı olarak ayrı bir ekstrüzyon ünitesi tasarlanmıştır.



Şekil 2.13. Ekstrüzyon İşleminin Temsili Modeli

Tasarlanan ekstrüzyon ünitesi Şekil 2.14 te gösterilmiştir. Şekil 2.14 deki ekstrüzyon ünitesi ile öncelikli olarak birinci düzenekteki işlem basamakları tekrarlanarak bilet elde edilmekte ve bilet ekstrüzyon kovanından çıkarılmadan yine aynı kovan içerisinde ekstrüzyon işlemine tabi tutulmaktadır. Birinci deney düzeneğinde ise oluşturulan bilet zımba yardımı ile dışarı çıkarılarak ekstrüzyon ünitesine yerleştirilmektedir, ancak aynı işlem doğrudan ekstrüzyon ünitesinde de yapılabildiği için bundan sonraki numuneler ekstrüzyon ünitesinde takoz haline getirilip ısıtıldıktan sonra, ekstrüzyon işlemine tabi tutulacak ve böylelikle birbirinden farklı iki işlem aynı düzenek içerisinde gerçekleştirilek filmaşin elde edilmiş olacaktır.

Ekstrüzyon ünitesinin bir diğer avantajıda; birinci deney düzeneğinde yüksek sıcaklık altında preslenen bilet malzemenin kovandan çıkarılabilmesi için biletin tamamen soğuması beklenmektedir, bu işlem yaklaşık olarak 3 saat gibi bir zaman kaybına sebep olmaktadır, ekstrüzyon ünitesinde ise istenilen sıcaklığa gelen bilet ekstrüze edilerek meydana gelen çap küçülmesinden dolayı filmaşin haline gelen malzeme kısa sürede soğumaktadır.



Şekil 2.14. Ekstrüzyon Ünitesi

Ekstrüzyon ünitesi ile birinci deney düzeneğinin tasarımı aynıdır. Birinci deney düzeneği için anlatılan bütün işlemler ekstrüzyon ünitesi içinde geçerlidir. Birinci deney düzeneğinde; içerisinde MgB_2 tozu bulunan bakır bilet 455 ^oC sıcaklığa ısıtılıp yaklaşık 1000 MPa basınç altında tutulduktan sonra kovanın soğuması beklenerek bilet dışarı çıkarılmaktadır. Ekstrüzyon ünitesinde ise; ısıtma işlemi gerçekleştirilmeden 540 Mpa basınç uygulanarak ön şekillendirilmiş ve merkezine birinci düzenekte olduğu gibi MgB_2 doldurulan yapının üst tarafına; ekstrüzyon işleminde tampon olması ve biletin uç kısmının açılarak parçalı bir yapı oluşmaması amacıyla, hazır olarak kesilmiş θ=20 mm çap ve 15 mm yüksekliğe sahip grafitlenmiş bakır malzeme ekstrüzyon kovanının üst tarafından yerleştirilerek kovan ekstrüzyon işlemine hazır hale getirilmektedir. Hazırlanan ekstrüzyon ünitesinin pres tablasına sabitlenebilmesi için 4 adet metrik 8 civata kullanılmış ve düzenek Şekil 2.15 (a) daki gibi hareketsiz hale getirilmiştir. Daha

sonra presin 20 mm çapa sahip alt iticisi ekstrüzyon ünitesinin kovan kısmına alttan girerek şekil 2.15 (b) de bulunan baskı puluna temas edecek şekilde yükselerek, baskı puluna değdiği anda iticinin hareketi durdurulmaktadır.



(a) (b) (c)

Şekil 2.15. Ekstrüzyon Ünitesinin Prese Sabitlenmesi (a), Pres İticisinin Baskı Puluna Teması (b), Kalıbın Üniteye Yerleştirilişi (c)

Bu işlemlerden sonra ekstrüzyon kovanı içerisindeki yapının ısıtılabilmesi için düzenek ısıtıcıya bağlanarak sıcaklığın 450 ^{o}C 'ye ulaşması için 45 dk. süreyle beklenmiş ve aynı zamanda kovan ile beraber kalıbında ısınması için θ= 8 mm delik çapına sahip düz kalıp Şekil 2.15 (c) deki gibi ekstrüzyon ünitesine üstten yerleştirilmiştir.

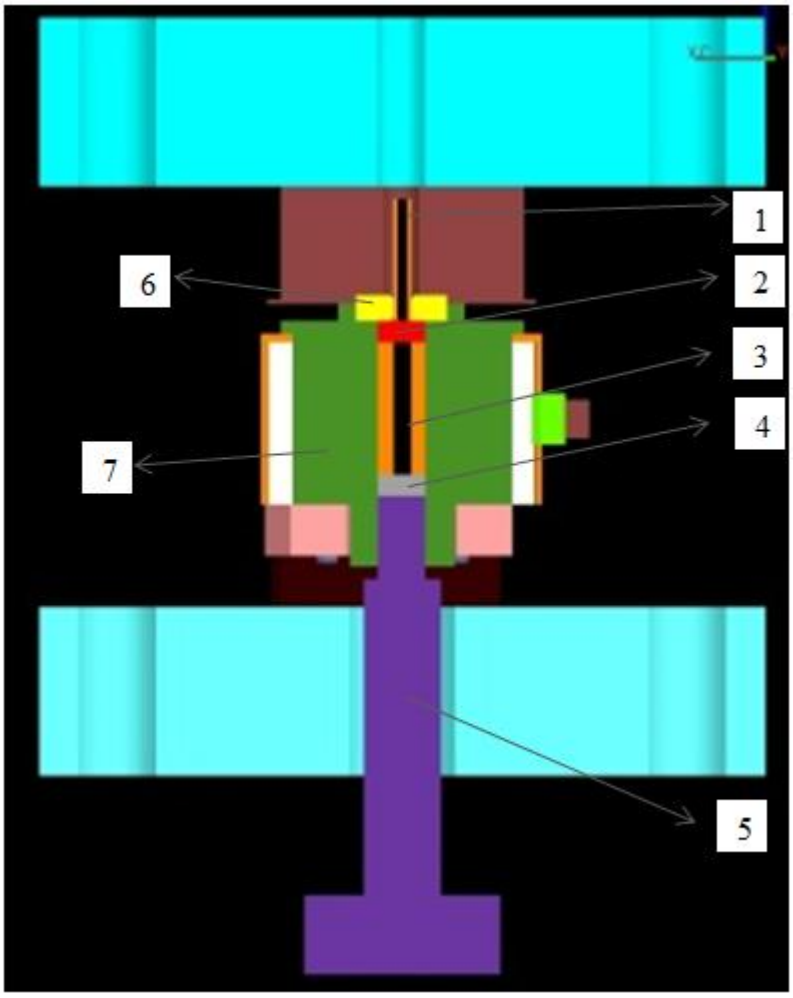


(a) (b)

Şekil 2.16. Düzeneğe Yerleştirilen a) İlave İzolasyon Malzemesi b) Kalıp desteği

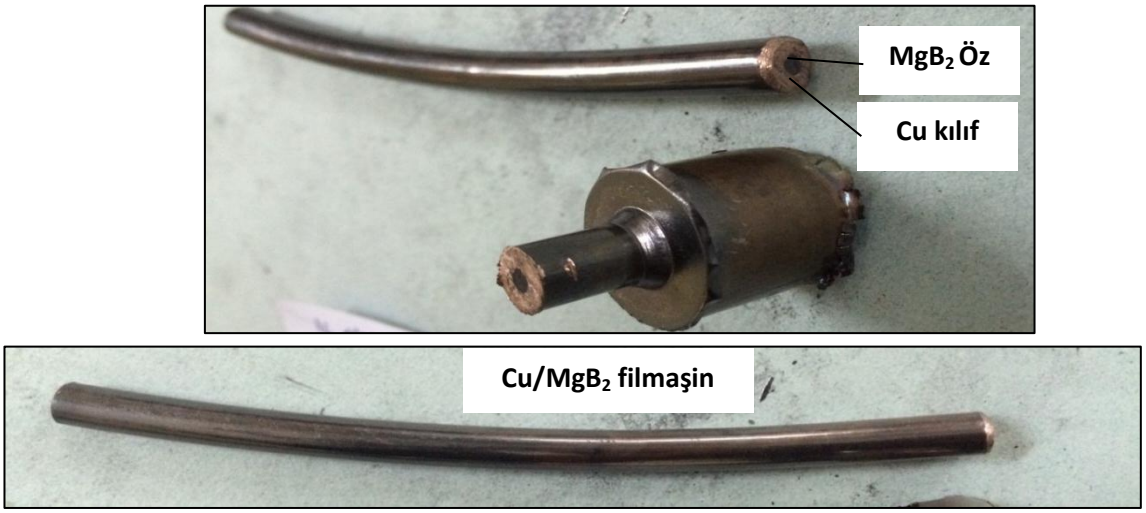
Isıtma işlemi esnasında izolasyon görevi görmesi amacıyla Şekil 2.16 (a) daki karbon battaniye arasına sarılan pamuk, ünitenin üzerini örtecek şekilde yerleştirilmiştir. Sıcaklık 450 ^{o}C 'ye ulaştıktan sonra 10 dk. süre ile beklenerek sıcaklığın homojen bir şekilde dağılması sağlanmıştır. Daha sonra izolasyon malzemesi ünitenin üzerinden

alınarak ekstrüzyon işlemi esnasında kalıbın presin tablasına sabitlenebilmesi için ilave olarak Şekil 2.16 (b) deki gibi bir apara kullanılarak düzenek pres yardımıyla tablaya sabitlenmiş ve ektrüzyon işlemine hazır hale getirilmiştir.

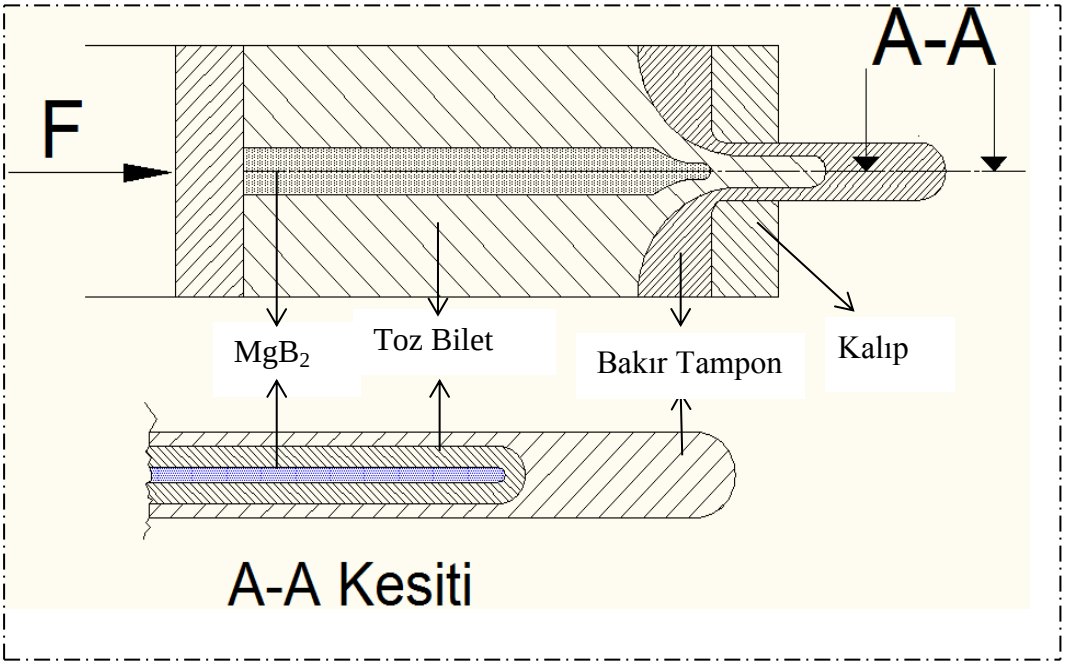


Şekil 2.17. Tasarımı yapılan ekstrüzyon ünitesi üzerinde filmaşin üretimi (1-Cu/MgB2 filmaşin, 2- Bakır tampon, 3-Cu/MgB_2 takoz,4-Baskı Pulu, 5-Zımba, 6-Kalıp,7-Kovan)

Ekstrüzyon işlemi için başlangıçta kovan içerisindeki bilet ve tampon olması amacıyla kullanılan bakır malzemenin kovan içerisini doldurarak kalıp ağzına gelebilmesi için basınç doğrusal olarak artırılmaktadır. Basınç maksimum değere ulaştığında yani P=26 ton olduğunda ekstrüzyon işlemi başlayarak tampon olarak kullandığımız bakır malzeme kalıptan geçerek Şekil 2.17 deki gibi akmaya başlar. Kovan içerisindeki bilet uzunluğu azaldıkça sürtünme kuvvetinin azalması sonucu ekstrüzyon basıncının, maksimum değerini (P=26 ton) aldıktan sonra düşmesine neden olmaktadır.



Şekil 2.18. Ekstrüzyon Sonucu Elde Edilen Filmaşin Yapı ve Arta Kalan Disk Malzemesi



Şekil 2.19. Cu /MgB_2 takozu ekstrüzyonu ve ürün kesit görünüşü

İşlemin sonuna doğru basınç yeniden artma eğilimine girmektedir, bunun nedeni de Şekil 2.18 de görülen ve kalıp içinde biletten arta kalan ince bir disk şeklindeki malzemenin itici tarafından filmaşine dahil edilmek istenmesidir. Sonuçta Şekil 2.18 deki gibi yüzeyinde çatlak bulunmayan ve temsili kesiti Şekil 2.19 da verilen filmaşin elde edilmiş olur.

3. BÖLÜM

DENEYSEL BULGULAR

3.1 Bilet ve Filmaşin Üretimi Esnasında Oluşturulan Ürünler ve Yaşanan Aksaklıklar

Kompozit takoz üretimi için özel olarak tasarlanan deney düzeneği kullanılarak farklı üretim şartlarında ilk yedi takoz üretilmiştir. İlk olarak ortasında maça bulunan kalıp içerisinde bakır toz üzerine 550 MPa basınç uygulanılarak soğuk preslenmiştir. Kompozit takoz kalıptan çıkarıldığında gerekli ham mukavemete ulaşmadığı ve parçalandığı görülmüştür (şekil 3.1)



Şekil 3.1. Birinci Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Parçalı takoz

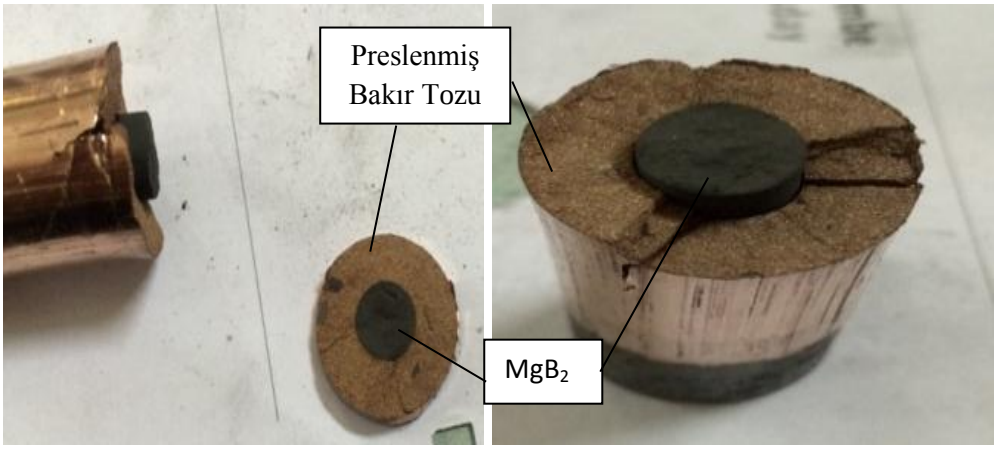
İkinci takoz üretim denemesinde ise birinciden farklı olarak kovan içerisine doldurulan bakır tozların ilk önce P=6.8 tonluk bir basınçla boşluğu alınmıştır, daha sonra etrafına seramik ısıtıcı bağlanan düzeneğin sıcaklığının T=400 ^{0}C' ye gelmesi beklenmiş ve bu sıcaklıkta presin altında P=20 ton basınca maruz bırakılmıştır.



Şekil 3.2. İkinci Takoz Üretim Denemesi Sırasında Oluşan Yapı

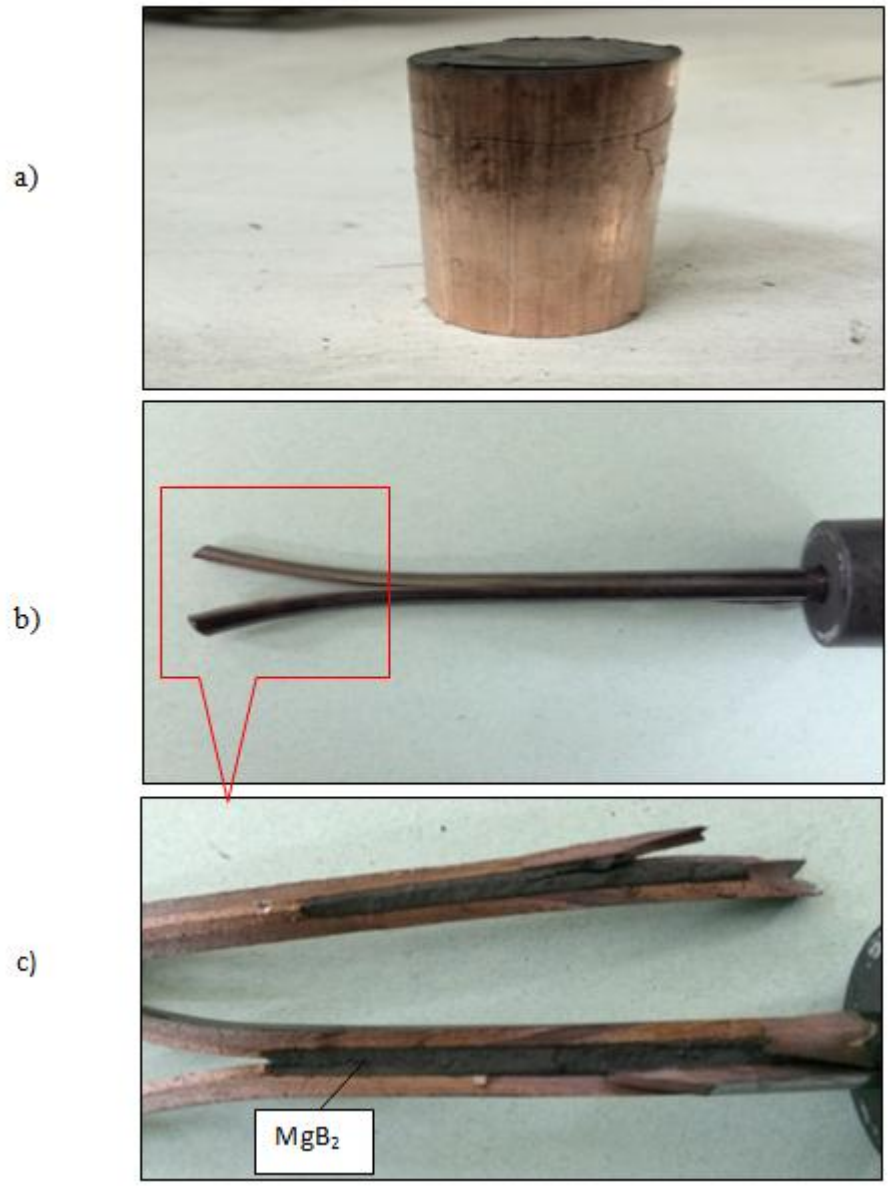
Basınç kaldırıldıktan sonra bilet içerisindeki maça çıkarılmaya çalışılmış fakat maça ile bilet arasındaki sürtünmenin fazla olması ve maça ile pul arasına bakır tozu girmesinden dolayı maçanın uç kısmı şişmiş ve bir bütün halinde (pul+maça+bilet+pul) şekil 3.2' deki gibi kovandan çıkarılmıştır.

Üçüncü takoz üretimi denemesinde ise bakır tozlarının maçaya yapışmaması için maça ve basma kalıplarının grafitleme işlemi düzgün bir şekilde yapılmış ve 15,6 tonluk soğuk presleme işleminden sonra, maça çıkarılarak bakır takoz içerisinde oluşan boşluğa MgB_2 tozu doldurulmuştur. Kovan içerisindeki ön preslenmiş bakır ve MgB_2 tozundan oluşan kompozit yapı 300 ^{o}C'ye ısıtılarak P=20 ton basınç altında preslenmiştir. Bu şekilde oluşturulan takozun kovandan çıkarılması esnasında takoz üzerindeki basınç değişimine ve kovan-takoz yüzey sürtünmelerine bağlı olarak takozun bazı kısımlarında çatlamaların oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.3).



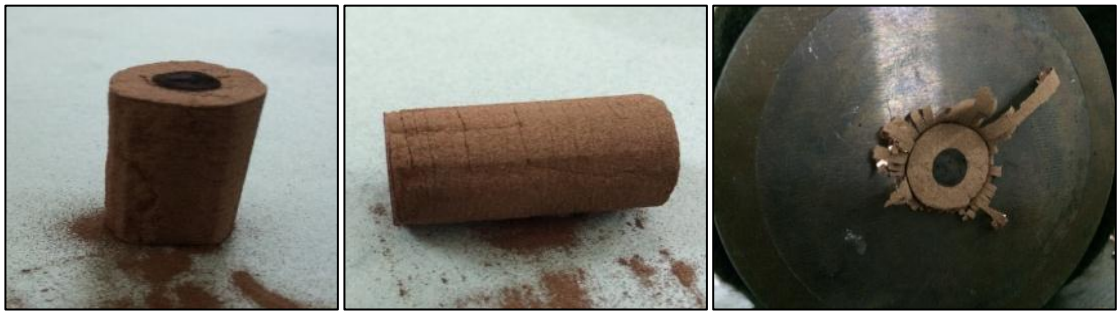
Şekil 3.3. Üçüncü Takoz Üretim Denemesi Sonucu Üretilen Bilet Yapısı

Dördüncü takoz üretim denemesinde bir önceki süreçten farklı olarak basınç ve sıcaklık değerleri arttırılmış, kovan içerisindeki kompozit yapı 375 ^{0}C ‘de ve P=22 ton basınç altında sıkıştırılmıştır. Bu süreçte elde edilen kompozit takoz yapısal olarak beklentileri karşılamakla birlikte yüzeyde önceki aşamalardakine benzer gerilme çatlaklarının oluştuğu gözlemlenmiştir (şekil 3.4 a). Bu şekilde elde edilen takoz 455^{0}C ektrüze edildiğinde ürünün iki parça halinde ayrılarak kalıptan çıktığı gözlenmiştir (Şekil 3.4 b,c)



Şekil 3.4. a) Dördüncü Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Kompozit Takoz, b)Ekstrüzyon Sonrası Filmaşin c) Filmaşin Üzerinde Ayrılan Bölgenin Detayı

Beşinci takoz üretim denemesinde ise diğer numunelerden farklı olarak merkezinde MgB_2 bulunan bilet tamamen soğuk bir şekilde P=30 ton ile preslenmiş ve presleme sonucu kovandan çıkarılan biletin yeterli ham mukavemete sahip olduğu ve istenilen formu aldığı ve radyal çatlaklar içerdiği gözlemlenmiştir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5. Beşinci Takoz Üretim Denemesi Sonucu Elde Edilen Takozun Görüntüsü.

Altıncı numune üretiminde ise beşinciden farklı olarak sıcaklık daha da fazla artırılarak T=400 ^{0}C'ulaşılmış ve basınç ise tam tersi, azaltılarak T=400 ^{0}C ye ulaşan bilete P=15 ton basınç uygulanmıştır. Sonuçta L=38,5 mm uzunluğunda yüzeyinde şekil 3.6' daki gibi 4 adet çatlak bulunan bilet elde edilmiştir.



Şekil 3.6. a) Altıncı Takoz Üretim Denemesi Sonucu Üretilen Takoz, b) Bu Takozun Ekstrüzyonundan Elde Edilen Ürünün Görüntüsü

Elde edilen bilet 25,9 ton basınç ile ekstrüzyon işlemine tabi tutulmuş ve sonuçta şekil 3.6' daki gibi dört parçaya ayrılmış filmaşin elde edilmiştir. Merkezde bulunması gereken MgB_2 ise filmaşinin dört parçaya ayrılmasından dolayı tamamen dökülmüştür. Biletin yüzeyinde kovan sürtünmesinden dolayı meydana gelen çatlaklar ekstrüzyon esnasında taneler arasında iletilerek filmaşinin tüm boyunu etkilemiş vefilmaşinin dört parçaya ayrılmasına sebep olmuştur.

Yedinci deneydede diğer deneylerdeki işlem basamakları tekrarlanarak L=37 mm uzunluğunda ve yüzeyinde ince çatlaklar olan bilet elde edilmiştir.



Şekil 3.7. Yedinci Deney Sonucu Üretilen Bilet ve Ağız Kısmı Açılmış Filmaşin

Ekstrüzyon işleminde ise kovan ürün sürtünmesinin sebep olduğu kayma gerilmeleri sonucu ortaya çıkan üründeki ayrılmaların engellenmesi için kompozit takoz önüne tampon sünek bakır tabakanın yerleştirilmesi düşünülmüştür. Bu amaçla 15 mm kalınlığında ve 20 mm çapında kütle bakır kalıpla kompozit takoz arasına yerleştirilerek gevrek kompozit ürünün sünek tampon hunisi içerisinden akarak kenar sürtünmelerinden etkilenmemesinin minimum seviyeye indirilmesi hedeflenmiştir. Ancak konik kalıpta ölü bölgenin oluşmaması nedeniyle tampon tarafından oluşturulması beklenilen akış hunisinin oluşmadığı, tampon ve kompozit takozun birbirinden bağımsız aktığı görülmüştür (Şekil 3.7)'.

Sekizinci deneyde ise diğerlerinden farklı olarak; Kompozit takoz doğrudan ekstrüzyon kovanı içerisinde üretilip takozun kalıptan çıkarılması sırasında yaşanılan problemlerin önlenmesi amaçlanmıştır. Bu deneyde de kompozit takozun önüne bakır tampon yerleştirilmiş ancak konik kalıp kullanılması nedeniyle ekstrüzyon esnasında tampon

kısmın kompozit kısımdan bağımsız olarak filmaşin haline geldiği, kompozit kısmın ise yine yüzey gerilmelerinin etkisiyle birden fazla parçaya ayrılarak şekil 3.8' deki gibi liflendiği görülmektedir



a) b)

Şekil 3.8. Sekizinci Deney Sonucu Üretilen Yapı, a) Kompozit Kısım, b) Bakır Tampon

Yapmış olduğumuz sekiz adet numune, istediğimiz özellikleri tam anlamıyla karşılamamaktadır, merkezdeki toz yayılımı oldukça iyi derecededir ancak filmaşinde meydana gelen çatlamalar ve yırtılmalar bu filmaşinlerden tel üretimi düşünüldüğünde kesinlikle istenmeyen bir durumdur.

Buraya kadar yapılan ekstrüzyon işleminde konik kalıp kullanılmıştır. Ancak konik kalıp kullanılması durumunda bakır tamponun ekstrüzyon esnasında akış hunisini oluşturamadığı bu nedenle de kompozit takoz kısmıyla bakır tamponun keskin bir ara yüzeyle birleştiği gözlemlenmiştir. Ekstrüzyon sırasında istenilen akış hunisinin oluşması durumunda gevrek kompozit takoz kısmı sünek tampon akış hunisinin içerisine girerek kalıp geçiş duvarıyla teması engellenecek ve kompozit filmaşinde yırtılmalara neden olan yüzey gerilmeleri ortadan kaldırılacaktır. Ayrıca bu süreç sonucunda toz formunda yarı mamulden elde edilen kompozit filmaşin sünek tampon bakırla kaplanmış olarak elde edilecektir (Şekil.2.19)

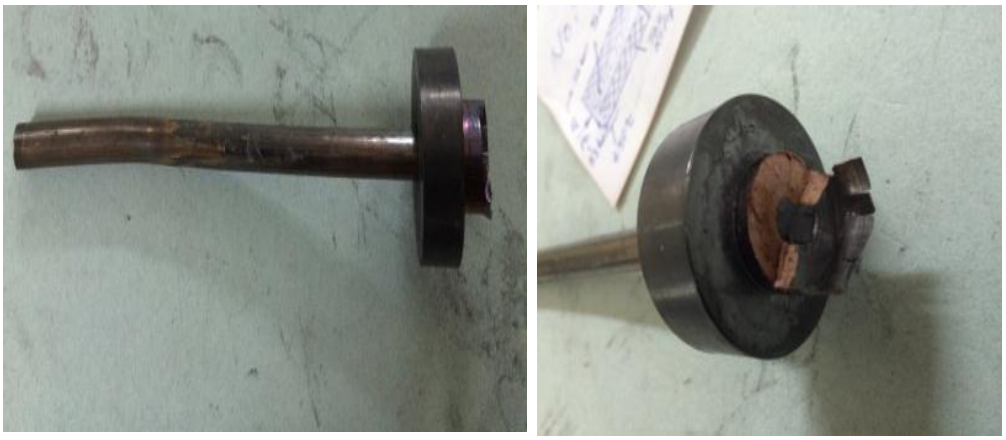
Onuncu deneyde ise diğerlerinden farklı olarak yukarıda açıklanılan nedenlerden dolayı konik kalıp yerine düz kalıp ile üretim gerçekleştirilmiştir. Ekstrüzyon sonucunda tampon bakırın ekstrüzyonunun tamamlanmasıyla oluşan huniye, arkadan gelen kompozit takoz bağlanmış ve yekpare şekilde tamponun kompozit yüzeyini sardığı katmanlı yapıya sahip bir filmaşin elde edilmiştir.

Düz kalıp kullanılması sonucunda kovan takoz arasındaki kayma gerilmeleri ve sürtünmeler sonucu biletin ön tarafında oluşan açılmaların gözlemlenmediği tespit edilmiştir. Ekstrüzyon kovanına doldurulan m=90 gr bakır tozunun üzerine tampon olması amacıyla 12 mm' lik hazır bakır bulk malzeme konulmuş ve kovan sıcaklığı T= 450 ^{0}C' ye ulaştıktan sonra P=26.4 tonluk bir ekstrüzyon basıncı ile bilet ekstrüze edilmiş ve şekil 3.9 deki gibi 150 mm'lik merkezindede bakır olan filmaşin elde edilmiştir.



Şekil 3.9. Onuncu Deney Sonucu Üretilen Tamamen Cu'dan Oluşan Filmaşin

Onbirinci numune üretimi esnasında yine 10 mm çapa sahip kalıp kullanılmış olup, biletin öz kısmına ise 2.8 gr MgB_2 tozu konulmuştur. Ekstrüzyon sonucunda; ortası MgB_2 olan istenilen özellikte şekil 3.10' daki gibi yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edilmiştir.



Şekil 3.10. Onbirinci Deney Sonucu Üretilen Merkezi B_4C olan Filmaşin

Onikinci numune üretimi esnasında m=60 gr bakır tozu ve merkezde de 2,1 gr MgB_2 tozu kullanılarak oluşturulan bilet P=15 ton basınçla soğuk olarak kompaktlanmış ve üzerine 15 mm'lik hazır bulk malzeme konulduktan sonra T=450 ^{0} C ye kadar ısıtılarak P=25,5 ton basınçla ekstrüze edilmiştir. Sonuçta tampon bakırın kompozit takozu kapladığı yekpare filmaşin elde edilmiştir (şekil 3.11).



Şekil 3.11. Onikinci Deney Sonucu Üretilen Merkezi MgB_2 olan Filmaşin

Onüç numaralı deneyde 8 mm'lik düz kalıp yerine 8 mm'lik konik kalıp kullanılmıştır ve ektrüzyon kovanı içerisinde bulunan kompozit takoz ve bu takozun önüne tampon olarak kullanılan bulk malzeme T=450 ^{0} C ye ısıtıldıktan sonra ekstrüzyon işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonucunda tampon bakır kısmı ekstrüze olarak filmaşin haline gelmiş ancak konik kalıp kullanmamızdan dolayı takozun kompozit kısmı benzer şekilde yukarıda açıklanılan nedenlerden dolayı çatlayarak ayrılmıştır (Şekil3.12).



Şekil 3.12. Onüçüncü Deney Sonucu Üretilen Filmaşin

Bu ön denemelerden sonra, kompozit takoz önünde bakır tampon kullanılması ve düz yüzeyli kalıpla ekstrüzyonun gerçekleştirilmesi durumunda bakır tamponun akış esnasında kompozit kısmı içine alarak, bir kılıf gibi kapladığı herhangi çatlak ve yırtılmaların oluşmadığı filmaşinler elde edilmiştir (Şekil 3.13) Kompozit takozların ve filmaşinlerin üretilmesinde yapılan deneyler ve deney şartları tablo 3.1 de toplu olarak verilmiştir.



Şekil 3.13. Tel haddelemeye hazır hale getirilmiş filmaşinler

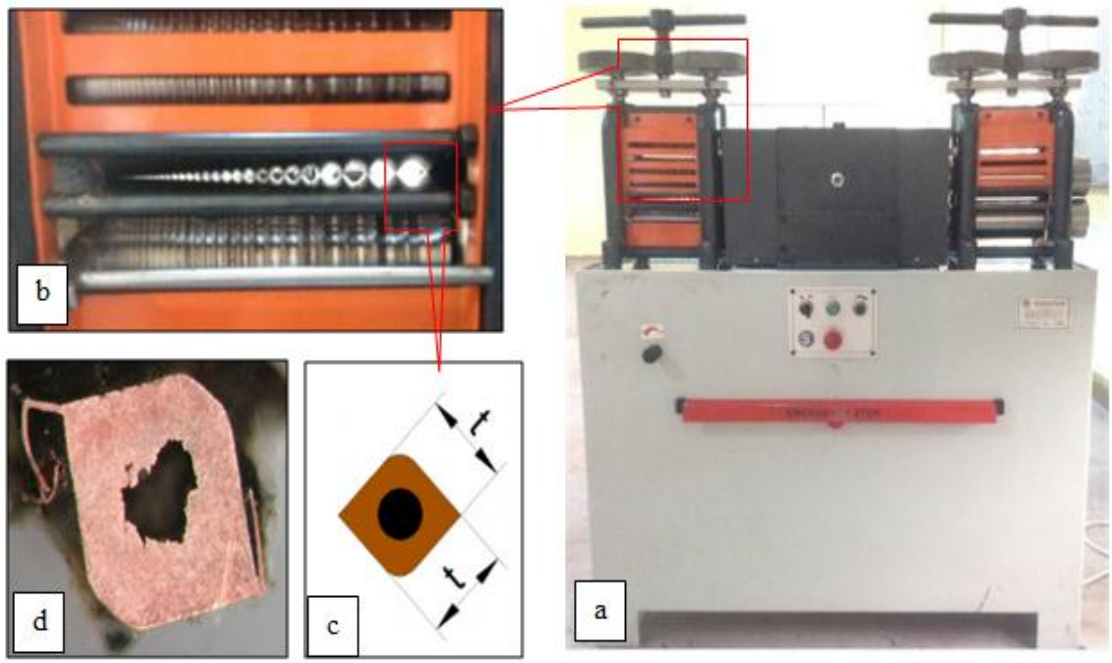
Tablo 3.1. Oluşturulan Numunelere uygulanan Parametreler

Numune No	**Düzenek No**	**$M_{Bakır}/M_{MgB2}$ (gr)**	**Maça Çapı (mm)**	**$P_{soğuk}$ (ton)**	**L_{Bilet} (mm)**	**Kalıp (Ø) (mm)**	**Sıcaklık (^{0}C)**	**$P_{sıcak}/P_{Ektrzn}$ (ton)**	**$T_{Ekstryn}$ (^{0}C)**
1	**1**	**113 / ---**	**8**	**---**	**---**	**---**	**208**	**17/---**	**---**
Açıklama: Kovan içerisindeki bilet; 208 ^{0}C'de ısıtıcının bozulması sebebiyle presleme 208 ^{0}C 'de yapılmış ve bilette tam kompaktlanma oluşmayarak 2-3 parçalı silindirik bir yapı (bilet) elde edilmiştir.									
2	**1**	**100/---**	**8**	**6,8**	**---**	**---**	**400**	**20/---**	**---**
Açıklama: Bilet içerisindeki maça grafitlenmediği için 20 ton basıldıktan sonra maça ile bilet arasındaki sürtünmenin fazla olması ve maça ile pul arasına toz girmesinden dolayı maça şişti ve bir bütün halinde (pul+maça+pul) kovandan çıkarıldı.									
3	**1**	**90**	**8**	**15,6**	**36**		**300**	**20 /---**	**---**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan ve dış yüzeyinde derin çatlakları bulunan bilet oluşturulmuştur.									
4	**1**	**90**	**8**	**20**	**40,5**		**375**	**22/26**	
Açıklama: Ortası MgB_2 olan ve dış yüzeyinde çatlakları olan bilet oluşturulmuştur, ekstrüzyon sonucu merkezinde B_4C yayılımı iyi olan ancak üç parçaya bölünmüş filmaşin elde edilmiştir.									
5	**1**	**90 / 2,2**	**8**	**30**	**38**		**Soğuk**	**---**	**---**
Açıklama: Merkezinde MgB_2 bulunan bilet soğuk bir şekilde preslendi ve kovandan çıkarılan biletin hacmini kaybetmeyecek şekilde kompaktlandığı görüldü.									
6	**1**	**90 / 2,1**	**8**	**15,1**	**38,5**	**8/Konik**	**400**	**15/25,9**	**500**

Açıklama: 38,5 mm uzunluğundaki biletin üst tarafında 4 adet çizgisel çatlak meydana geldi, biletin ekstrüze edilmesiyle 4 parçaya ayrılmış filmaşin elde edildi.									
7	**1**	**90**	**8**	**15,6**	**37**	**8/Konik**	**400**	**16,6/25,5**	**400**
Açıklama: Ön tarafa tampon olması için ilk defa konulan bulk bakır ile bilet, ekstrüzyon sonucu birbirine tutunamadı, bulk malzeme filmaşin haline gelirken, bilet malzemenin de uç kısmında bir miktar açılmalar meydana gelerek geri kalan kısmı filmaşin olarak elde edildi.									
8	**2**	**90 / 2,6**	**8**	**15**	**42**	**8/Konik**	**---**	**26,5**	**400**
Açıklama: Öne tampon olarak konulan bulk ekstrüze olarak filmaşin haline geldi fakat bilet kısmı 5-6 parçadan oluşan liflere ayrıldı.									
9	**2**	**90**	**8**						
10	**2**	**90**	**---**	**25**	**29**	**10/ Düz**	**---**	**26,4**	**450**
Açıklama: Tampon olarak konulan bulk malzeme ve bilet ekstrüze olarak bir bütün halinde filmaşin elde edildi. Merkez kısmına MgB_2 konulmayarak ekstrüze edilen bilet sadece bakır tozdan oluşmaktadır.									
11	**2**	**90 / 2,8**	**8**	**15**	**38**	**10/ Düz**	**---**	**26,8**	**450**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
12	**2**	**60 / 2,1**	**8**	**15**	**29**	**8/ Düz**	**---**	**25,5**	**450**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
13	**2**	**60 / 2,1**	**8**	**17**	**30**	**8/Konik**	**---**	**28-32**	**455**
Açıklama: Öne tampon olarak konulan bulk ekstrüze olarak filmaşin haline geldi fakat merkezinde B_4C (Borkarbür) bulunan bilet kısmının baş tarafı çiçek gibi açılarak, yapı kalıp içine kadar ayrılarak 2'ye bölündü.									
14	**2**	**60 / 2,1**	**8**	**16,6**	**27**	**8 / Düz**	**---**	**30-35**	**455**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi. Ancak hesap hatasından dolayı yaklaşık 180 mm' lik bilet malzeme kalıp arkasında ekstrüze edilmeden kaldı.									
15	**2**	**60 / 2,1**	**8**	**17**	**27**	**8 / Düz**	**---**	**25-34**	**460**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
16	2	40 / 2,5	10	17	20	8 / Düz	---	25-33	455
Açıklama: 180 mm boyunda ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) filmaşin elde edildi.									
17	**2**	**40 / 2,7**	**10**	**17,4**	**20**	**8 / Düz**	**---**	**27-40**	**455**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
18	**2**	**40 / 2,2**	**10**	**17,2**	**20**	**10/Düz**	**---**	**24-29**	**455**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte ancak boyu kısa bir filmaşin elde edildi, kalıbın çıkarılması esnasında bulk kısmı bilet kısmından koparak ayrıldı.									
19	**2**	**60 / 2,2**	**8**	**17**	**27**	**8 / Düz**	**---**	**26-32,7**	**455**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
20	2	60 / 4	10	17,4	30	8 / Düz	---	27-40	455
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
21	**2**	**50 / 3**	**10**	**17,5**	**23**	**8 / Düz**	**---**	**26-30**	**455**
Açıklama: Ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									
22	**2**	**60 / 2,5**	**8**	**18**	**--**	**10/Düz**	**---**	**25-32**	**465**
Açıklama: Ekstrüzyon düzeneğinin ısıtıcısı söküldü ve sonra bakır tozu soğuk olarak sıkıştırıldı, daha sonra üzerine bulk yerleştirilerek 5 ton soğuk olarak basınç uygulanarak bulkın bilete yapışması sağlandıktan sonra 850 ^{0}C' de 2 saat süreyle fırında bekletildi ve ekstrüzyon kovanında ekstrüze edildi, osonuçta ortası MgB_2 olan istenilen özellikte yekpare (bulk+bilet) bir filmaşin elde edildi.									

3.2 Filmaşinin Haddelenmesi

Ekstrüzyon işlemi ile filmaşin haline getirilen çubukların tel formuna dönüştürülmesinde Şekil 3.14' te görülen, Aksaray Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü Laboratuarında bulunan, haddeleme cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.14. a) Hadde ünitesi, b) Kalibreli merdaneler, c) Merdane kesiti, d) Haddelenmiş Cu/MgB_2 Kompozit tel kesiti

Haddeleme cihazının üzerinde bulunan hadde silindirleri Şekil 3.14 b, c' de görüleceği üzere eşkenar dörtgen şeklinde 30 adet kalibrelenmiş kanala sahiptir. Bu sayede en fazla 11 mm çapa sahip çubuk yaklaşık en az 0,55 mm çapa denk eşkenar dörtgen şeklindeki tellere dönüştürülebilmektedir. Hadde silindirleri aynı delikten tellerin en az iki kez geçirilmesi sureti ile minimum çapağın oluşması için eşkenar dörtgen şeklinde kalibrelenmiştir.

Silindirler üzerine açılan 30 adet kanal ölçüsü (t) Tablo 3.1' de verilmiştir. Aynı zamanda o kesite karşılık gelen tel çapı da hesaplanarak tabloda gösterilmiştir.

Tablo 3.2. Hadde Silindiri Kanal Ölçüleri

Kanal numarası	t (mm)	Tel çapı, d (mm)	Kanal numarası	t (mm)	Tel çapı, d (mm)
1	10	11,00	**16**	1,9	1,90
2	9	9,90	**17**	1,8	1,80
3	8	8,00	**18**	1,7	1,70
4	7	7,00	**19**	1,6	1,60
5	6	6,00	**20**	1,5	1,50
6	5	5,00	**21**	1,4	1,40
7	4,5	4,50	**22**	1,3	1,30
8	4	4,00	**23**	1,2	1,20
9	3,5	3,50	**24**	1,1	1,10
10	3,25	3,25	**25**	1	1,00
11	3	3,00	**26**	0,9	0,90
12	2,75	2,75	**27**	0,8	0,80
13	2,5	2,50	**28**	0,7	0,70
14	2,25	2,25	**29**	0,6	0,66
15	2	2,00	**30**	0,5	0,55

Haddeleme işleminde filmaşinin deformasyonu, merdanelerin uyguladığı radyal basma gerilmeleri ve haddelenen malzeme ile merdaneler arasında sürtünmeyle oluşan yüzey kayma gerilmeleri ile sağlanır. Sürtünme kuvvetlerinin bir diğer etkisi, malzemenin merdaneler arasında ilerlemesini sağlamasıdır. Merdaneden geçirilerek çap küçülmesi istenilen filmaşinlerde pekleşme olayı meydana gelerek malzemeler ortadan ikiye bölünmüştür. Pekleşme plastik deformasyondan dolayı mukavemetteki artıştır. Filmaşinler yük altında gerilmeye maruz kalmış ve dislokasyonlar meydana gelerek kalıcı şekil değiştirmeler sonucunda malzemeler ikiye ayrılmıştır.

Kullanmış olduğumuz merdanede bulunan Şekil 3.14 (b)'deki dört köşe miller, filmaşin üzerine eksenel hareket esnasında aşırı miktarda radyal kuvvet uygulaması sonucu malzemede istenmeyen kalıntı gerilmeler meydana getirerek malzemenin iç yapısını değiştirmekte ve pekleşmeye neden olarak malzemenin çekilebilirliğini minimum seviyeye indirmektedir. Kalıntı gerilmelerin giderilip malzemenin her bir hadde aralığında çapının küçülmesi için tavlama işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.15. Haddeleme Esnasında ikiye ayrılan Filmaşin

Ekstrüzyon ünitesi içerisinde bulunan 20 mm çaptaki tozlardan oluşturulan takoz ekstrüzyon sonucu çapı 8 mm' ye düşürülmüş ve haddeleme tezgahında bulunan merdane kanallarından geçirilerek Şekil 3.16'daki gibi kademeli olarak çap küçülmesi gerçekleştirilmiştir. Her çap kademesinde ayrı ayrı tavlama işlemi yapılması sonucunda malzeme içerisindeki kalıntı gerilmelerin olumsuz etkileri ortadan kaldırılmış ve malzemeye süneklik kazandırılarak, çekilebilirlik özelliği artırılmıştır.



Şekil 3.16. Çeşitli Üretim Kademelerinde Ürün Görünüşleri



θ= 1 mm tavlanmış bobin θ= 0.5 mm tavlanmış bobin

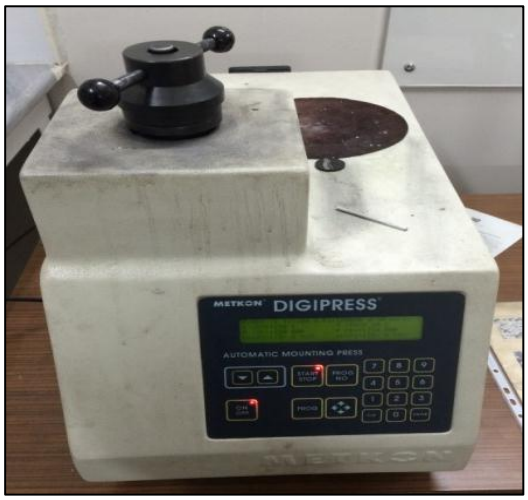
Şekil 3.17. İmal edilen θ=0.5 ve 1mm'lik teller ve ürün olarak oluşturulan bobinler

Merdane üzerinde bulunan farklı çaplardaki dörtgen kanallar sayesinde şekil 3.17' de verilen değişik çaplarda merkezinde MgB_2 bulunan bakır kılıflı teller ve bobinler üretilmiştir. Söz konusu üretilen bu malzemeler elektrik ve elektronik sanayinde, güçlü mıknatıs isteyen uygulamalarda (Manyetik rezonans, MRcihazı vb.) süper iletken malzeme olarak kullanım alanı bulmaktadır.

3.3. Kompozit Filmaşin ve Tellerin Mekanik ve Metallografik Muayenesi

Ekstrüzyon işlemi sırasında kompozit takozun akış karakteristiklerinin incelenmesi, filmaşinlerin ve tel formuna getirilmiş ürünlerin iç yapılarını gözlemleyebilmek ve bulk ile toz kısım arasındaki bağlantının nasıl gerçekleştiğini görebilmek için numunelerden uygun kesitler çıkarılarak bu kesitler bakalite yerleştirilmiş ve bu suretle zımparalama ve parlatma aşamalarına hazır hale getirilmiştir.

Atölyede bulunan ve resmi Şekil 3.18'de gösterilen "METKON DİJİ PRES" isimli makine ile filmaşinlerin bakalite alınması işlemi gerçekleştirilmiştir.

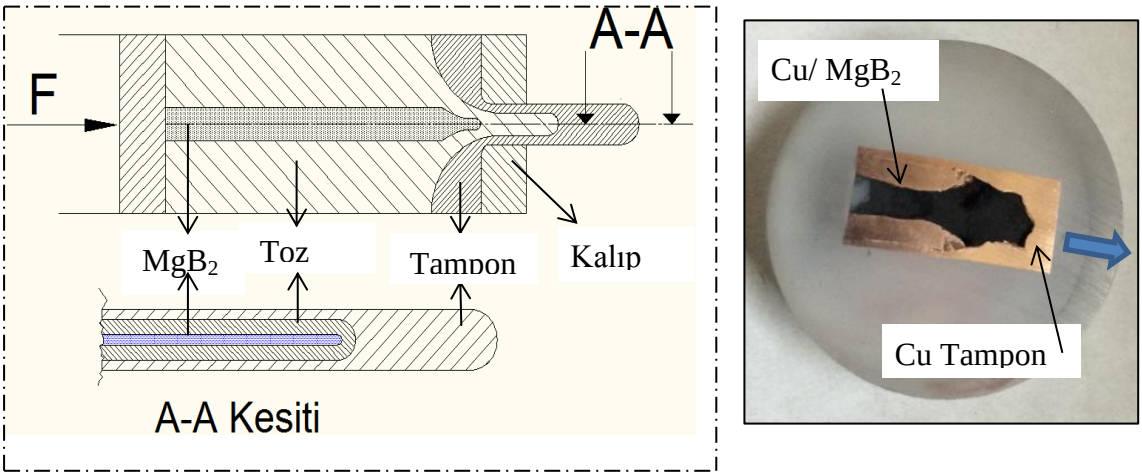


Şekil 3.18. Bakalit Presi

Filmaşinin incelenecek kısmı testere ile kesildikten sonra Şekil 3.18' deki makinenin içine yerleştirilip üzerine, malzeme gömülünceye kadar bakalit tozu ilave edilmektedir. Sonrasında sıcaklık T=200 ^{o}C ve basınç P= 300 bara ayarlandıktan sonra t=15 dk. süre ile bakalitin pişmesi beklenmektedir

3.4. Bulk ile Toz Kısmın Birbirine Bağlantısının İncelenmesi

Şekil 3.19' daki filmaşinin uç kısmında bulunan bakır (hazır) bulk ile toz halindeki biletin ekstrüzyon esnasında birbirlerine bağlantı şekli görülmektedir.

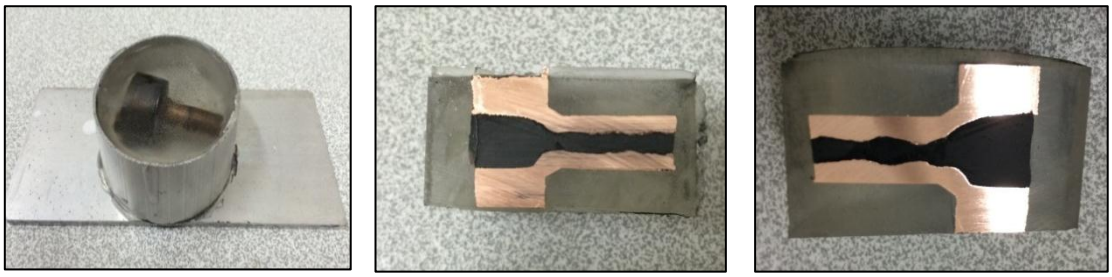


Şekil 3.19. Bulk ve Tozun Birbiri İçerisine Akışı

Çalışmamızda biletin ön tarafında hazır olarak bulk malzemesi kullanmamız sonucu ekstrüzyon esnasında bulk malzemenin arkasında bulunan biletin kalıp çıkışında çiçeksi

açılımı engellenmiş ve tampon vazifesi sağlamıştır. Şekil 3.19 dan da anlaşıldığı gibi geçiş noktasında toz biletin ağzı dışa doğru açılmıştır ancak ön tarafta bulunan bulk sayesinde açılma engellenmiş ve bulk kısma, bilet bağlanmıştır. Şekil 3.19'da ki gibi bulk malzeme ekstrüzyon esnasında toz malzemenin de üzerine akarak bir kılıf oluşturmuştur. Oluşan kılıf sayesinde bulk ile biletin birbirine tutunması kuvvetlenmiştir.

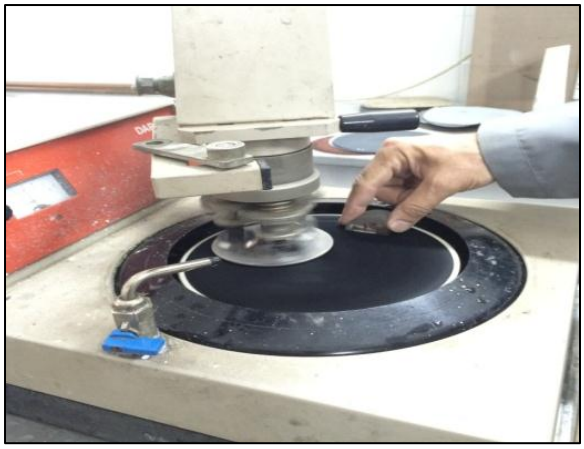
3.5. Kompozit takozların Akış Davranışlarının Metallografik İncelenmesi



(a) (b) (c)

Şekil 3.20. Filmaşinin Kalıba Alınması (a), Kalıp Sonrası Bölünmesi (b), Yüzeyinin Parlatılması (c)

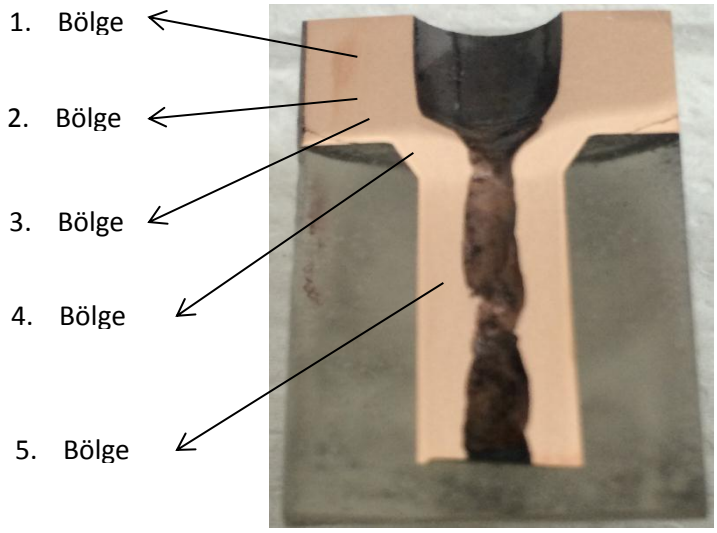
21 Numaralı deney sonucunda merkezinde 3 g MgB_2 bulunan filmaşinin bulk kısmı tam ekstrüze edilip geriye kalan bilet kısmından da bir miktar ekstrüze olacak şekilde ekstrüzyon işlemi, malzeme yapısının incelenmesi amacıyla yarıda bırakılmıştır.



Şekil 3.21. Yüzey Parlatma Makinası ve İşlemi

Ekstrüze olan bulk tarafın baş kısmından bir miktar kesilip geriye kalan az miktarda filmaşin ve bileti Şekil 3.20 (a) 'daki gibi soğuk kalıplama işlemi yapılarak kesme

işlemi için elverişli hale getirildi. Kalıptan çıkarılan malzeme Şekil 3.20 (b)' deki gibi testere makinası ile ortadan ikiye bölünmüştür. Şekil 3.20 (c)' de ise yüzey parlatma makinası ise mikroskop altında bakıldığında net görüntü elde edilebilmesi amacıyla malzemenin yüzeyi parlatılmıştır.

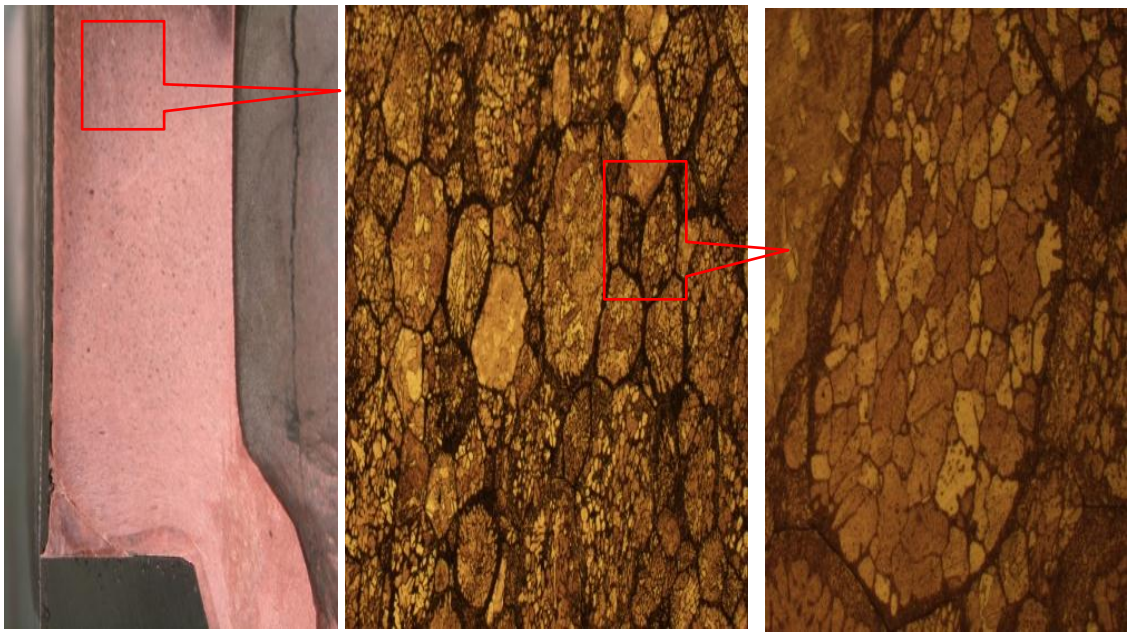


Şekil 3.22. Takoz Ürün Ara Kesiti

Metalurjik incelemenin anlaşılabilir olması için bakalit içerisinde bulunan filmaşin yüzeyine bakır dağlayıcısı damlatılmıştır. Dağlayıcı yüzeyde ince bir film tabakası oluşturmaktadır, aynı zamanda mikroskop yada makroskop altında malzeme incelendiğinde tane sınırlarının net bir şekilde görülmesini sağlayarak malzemenin mikro yapısı hakkında doğru yorum yapmamızı sağlamaktadır.

1'inci Bölge Detayı:

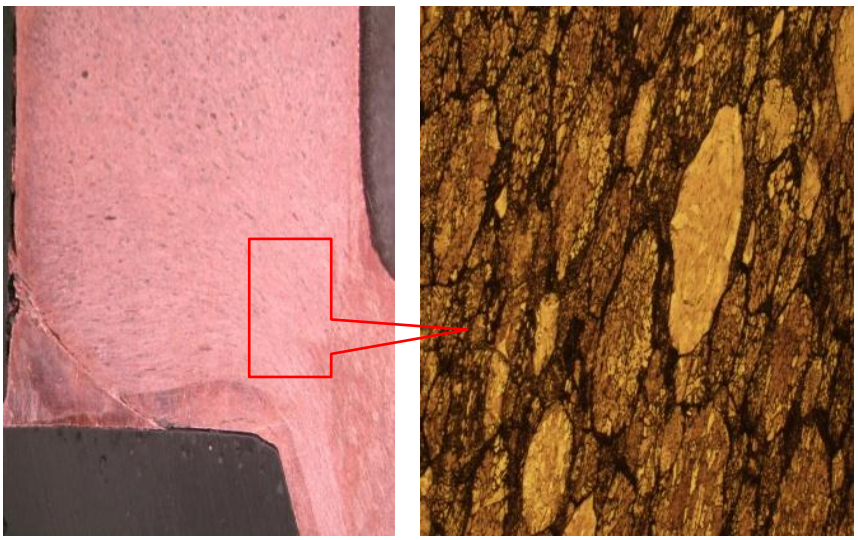
Birinci bölgede bulunan malzeme, kovan içerisinde bilet diye adlandırdığımız malzemedir, filmaşinin birinci bölge olarak adlandırdığımız bu kısmı ekstrüzyon işlemine henüz girmeyen tamamen toz tanelerinden oluşan kısmıdır, o yüzden toz tanelerinin şekli yuvarlak ve tane sınırları oldukça belirgindir, bu bölgede malzemenin şeklini değiştirecek kadar yani plastik deformasyona uğrayacak kadar bir basınç olmadığı için toz tanelerinin hemen hepsi yuvarlak kesitli ve ölçüsel olarakta birbirlerine oldukça yakın değerlerdedir.



Şekil 3.23. Birinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü

Şekil 3.23 ‘deki resimde tek bir toz tanesinin iç yapısı görülmektedir, biletin toz metalürjisi tekniği ile üretilmesinden dolayı , tek bir toz taneciği bile birden fazla mikro boyuttaki tozların bir araya sıkıştırılmasıyla oluşturulmuştur, oluşan bu yapıya tane içinde tane oluşumu diyebiliriz, görünen tane sınırları ise alt tane sınırı olarak nitelendirilebilir.

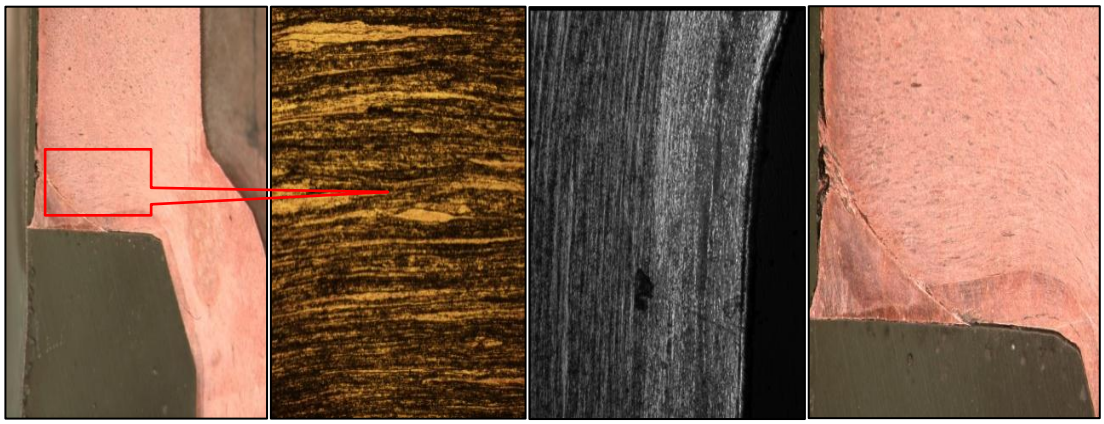
2’nci Bölge Detayı:



Şekil 3.24. İkinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü

Toz tanelerinin kovan içerisinde sıkıştırılarak kalıba doğru hareket ettirilmesi sonucu toz taneleri şekil değiştirmeye zorlanmaktadır, tozlar Şekil 3.24 ‘te görüldüğü gibi birbirleri arasından uzamaya çalışmaktadır, böylece taneler arasındaki temas artar ve boyun halinde büyür. Taneler arasında meydana gelen deformasyon bu bölgede ağırlıklı olarak elastik olmakla beraber plastik deformasyonu da içermektedir.

3’ünci Bölge Detayı:



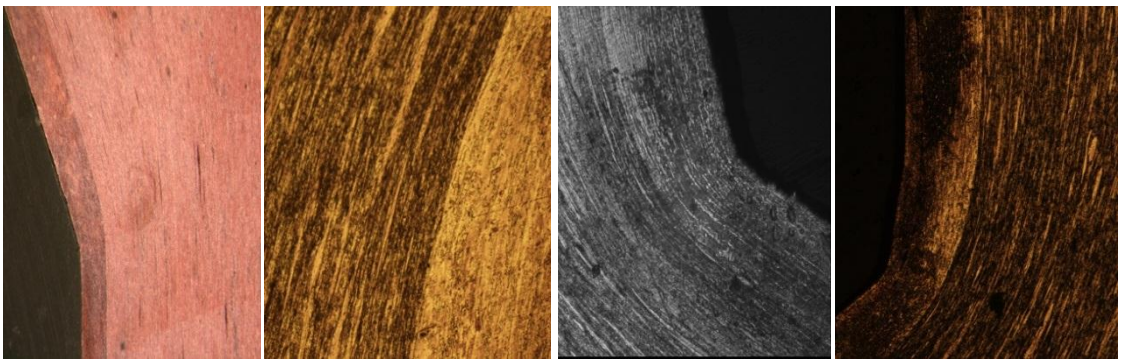
(a) (b) (c) (d)

Şekil 3.24. Üçüncü Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü (a), Mikroskop Görüntüsü (b), Mikro Sertlik Cihazından Alınan Görüntü (c), Makroskop Görüntüsü (d)

Üçüncü bölgede taneler basınçtan doğan akışın etkisiyle kalıp içerisine doğru hareket etmektedir, kenar tabaka sürtünmenin etkisiyle daha yavaş bir akış sergilemekte olup merkezdeki taneler Şekil.3.24 (b)’ deki gibi basıncın etkisiyle uzayarak hızlı bir akış sergilemektedir, ekstrüzyon işleminde kovanın köşelerinde bir miktar malzeme hareketsiz kalır

Şekil 3.24 (d)’ deki hareketsiz kalan bu bölgeye ölü bölge adı verilir. Aynı zamanda Şekil 3.24 (c)’ de görüldüğü üzere bakır takoz malzeme ile Cu/MgB_2 malzeme arasında bir sınır oluşur, bu sınır bulk malzemenin ekstrüzyon esnasında biletin etrafına geçirmiş olduğu kılıftır. Bu kılıf sayesinde kompozit biletin bulk malzemeye bağlanması kolaylaşmaktadır.

4’üncü Bölge Detayı:



(a) (b) (c) (d)

Şekil 3.25. Dördüncü Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü (a), Mikroskop Görüntüsü (b), Mikro Sertlik Cihazından Alınan Görüntü (c), Makroskop Görüntüsü (d)

Dördüncü bölgeden itibaren bulk malzeme tarafından ekstrüzyon esnasında oluşturulan kılıf rahat bir şekilde görülmektedir. Ekstrüzyon basıncının etkisiyle taneler tamamen doğrusal bir şekil almıştır. Uzun ince şeklindeki bu taneler yapının sünekliğini minimuma indirmektedir, o yüzden ekstrüzyon sonrası yapılacak ara tavlar malzemenin tane yapısının düzelmesine yardımcı olacaktır.

5’inci Bölge Detayı:

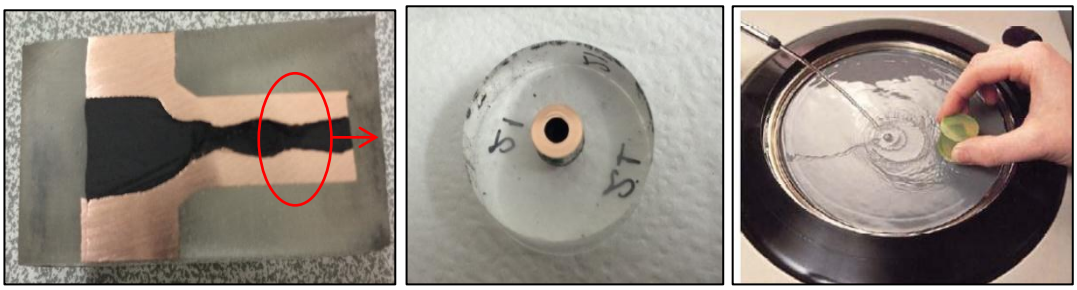


(a) (b) (c)

Şekil 3.26. Beşinci Bölgenin Mikro Yapısı, Makroskop Görüntüsü (a), Mikroskop Görüntüsü (b), Mikro Sertlik Cihazından Alınan Görüntü (c),

Beşinci bölgedeki taneler yüksek sıcaklık ve basıncın etkisiyle tamamen uzamış bir tane yapısına sahiptir. Bulk malzeme ile toz bakırın yapmış olduğu kılıf şekil 3.26 (a)' da görülmektedir.

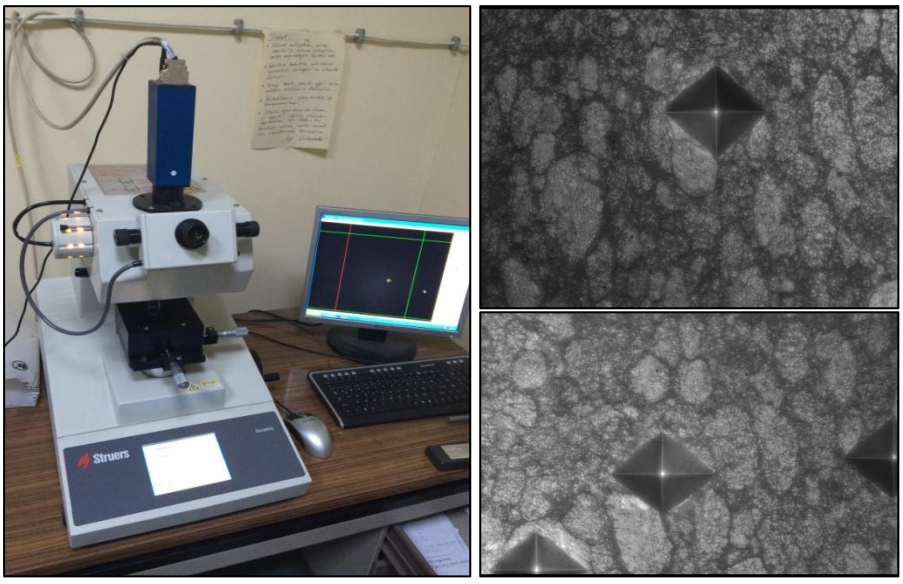
3.6. Filmaşinin Sertlik Ölçüm Değerlendirmesi



(a) (b) (c)

Şekil 3.27. Filmaşinin Kesilen Kısmı (a), Bakalite Alma (b), Yüzey Parlatma (c)

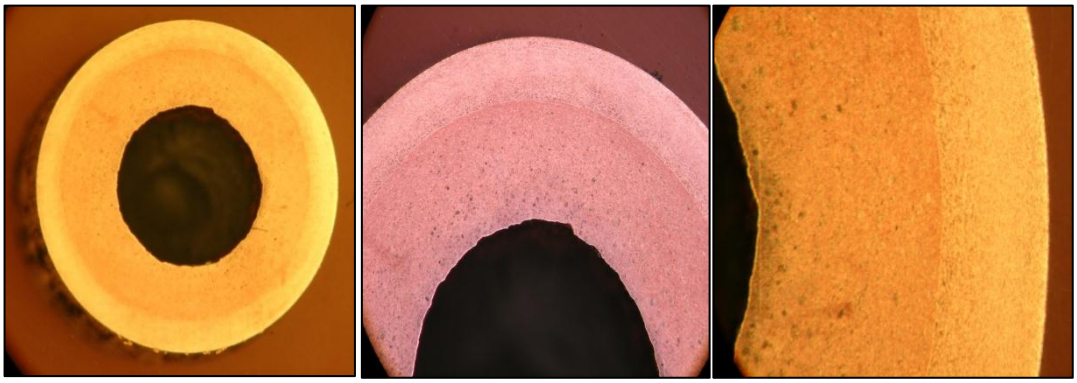
Filmaşin olarak ürettiğimiz malzemenin sertlik değerlerine bakabilmek için 21 numaralı deney sonucu ürettiğimiz malzemenin Şekil 3.27 (a)' daki gösterilen bölgesinden bir miktar malzemeyi keserek şekil 3.27 (b)'deki gibi bakalite alma işlemi uyguladık. Daha sonra makroskop altında inceleyebilmek için şekil 3.27 (c)' deki gibi yüzey parlatma işlemi uygulanmıştır.



(a) (b)

Şekil 3.28. Mikrosertlik Cihazı (a), Sertlik Ölçüm İzi (b)

Sertlik ölçümü yapabilmek için Mak.Müh. laboratuvarında bulunan Şekil 3.28 (a)' daki mikrosertlik cihazı kullanılmıştır. Cihaz ile sertliği ölçülmek istenen bölgeye m=100 gr. ağırlık t=5 sn süreyle uygulanmış ve 40x büyütmeli mercekle, Şekil 3.28 (b)'de oluşan piramit şeklindeki görüntüden malzemenin sertliği tespit edilmiştir.



Şekil 3.29. Serlik Alınan Filmaşinin Kesit Görüntüsü

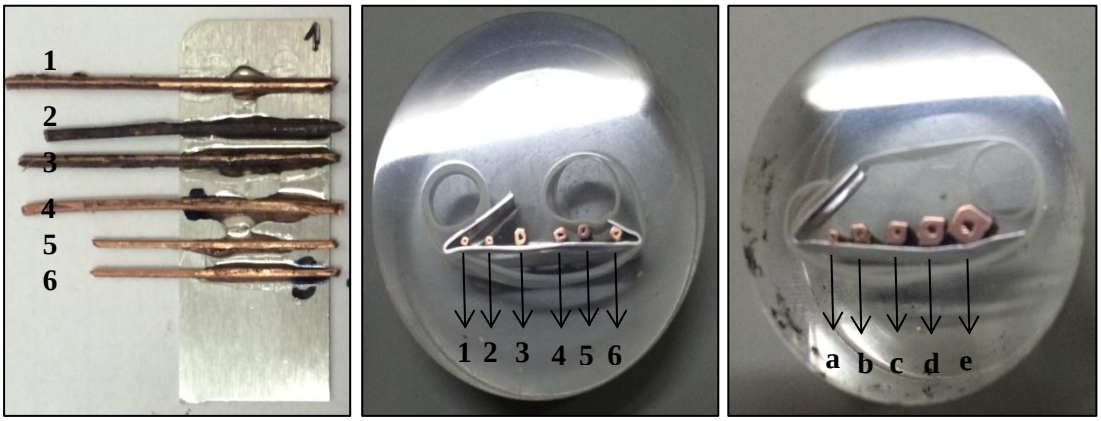
Şekil 3.29'daki numunenin açık renkli görünen kılıf (bulk) kısmından ve koyu renkli toz (bilet) kısmından 5 farklı sertlik ölçümü yapılmış ve ölçüm değerleri Tablo 3.1'de verilmiştir. Ayrıca bulk kısmın et kalınlığı 680 µm olarak ölçülmüştür.

Tablo 3.3. Filmaşinin Sertlik Değerleri

	Sertlik 1 ($HV_{0.1}$)	**Sertlik 2 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 3 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 4 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 5 ($HV_{0.1}$)**
Bulk	127	131	121	125	133
Toz Bilet	149	145	168	165	154

Tozlar kovan içerisinde ekstrüzyon öncesinde gevşek halde bulunmaktadır, ekstrüzyon edilmeden önce yaklaşık T=500 ^{0} C 'ye kadar ısıtılarak tozların kısmen sinterlenmesi sağlanmış olur, sinterlenen toz taneleri ekstrüzyon esnasında P=60 bar gibi bir basınca maruz kalırlar, sinterleme ve basınç etkisiyle toz taneleri arasındaki boşluklar azalarak noktasal temaslar yerini yüzeysel temasa bırakarak boyun halinde büyür ve tane sınırları oluşur. Böylelikle malzemenin dayanımı ve sertliği bulk (hazır bakır) malzemeye göre daha fazla artış gösterir. Tablo 3.1 den de toz biletin sertliğinin bulk kısımdan fazla olduğu görülmektedir.

3.7. Tellerin Ara Kademeleri ve Sertlik Değerleri



(a) (b) (c)

Şekil 3.30. 0.5 ve 1 mm'lik Tellerin hazırlanması ve Bakalite Alınması (a,b), Ara Kademe Tellerin Bakalite Alınması (c)

1) θ = 1 mm tavsız
2) θ = 1 mm tavlı
3) θ = 1 mm tavlı
4) θ =1 mm tavsız
5) θ =0.5 mm tavsız
6) θ =0.5 mm tavsız

3.7.1. Tellerin Sertlik Değerleri ve Mikro Yapı

Tablo 3.4. 0.5 ve 1 mm'lik Tellerin Sertlik Değerleri

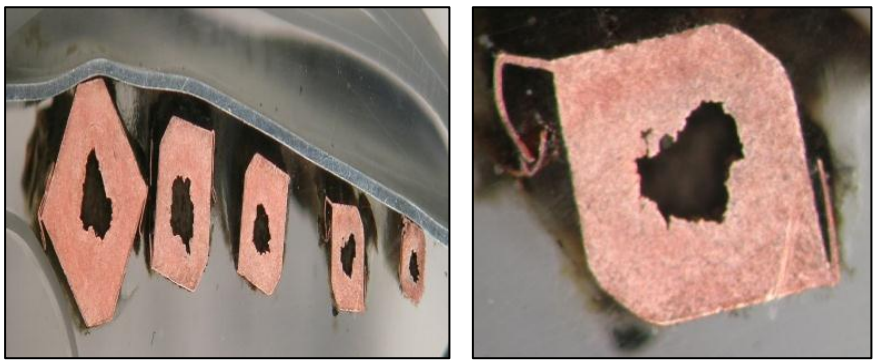
	Sertlik 1 ($HV_{0.1}$)	**Sertlik 2 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 3 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 4 ($HV_{0.1}$)**
θ =1 mm tavsız	152	156	145	150
θ =1 mm tavlı	128	141	138	150
θ =0.5 mm tavsız	95	100	102	104

Şekil 3.30 (b)'de bulunan 1, 2 ve 5 numaralı tellerin sertlik değerleri mikrosertlik cihazında ölçülmüş ve değerler Tablo 3.2' de gösterilmiştir. 1 mm çapındaki tavsız telin sertlik değerleri tavlı olana göre yüksek çıkmıştır, tavlama sayesinde tablodan da sertlik değerinin rahatlıkla düştüğü görülmektedir. 0.5 mm çapındaki telin tavsız olmasına rağmen sertlik değerleri tavlı olanlara göre düşüktür. Bunun sebebi ise 1 mm çaptan 0.5 mm çapa düşürebilmek için malzemeye uygulanan ara tav işlemidir. Bu işlem sayesinde sertlik Tablo 3.2 den de görüldüğü gibi azalmış ve tel 0.5 mm çapa çekilebilmiştir, ara tav yapılmadığı takdirde 0.5 mm'lik çapa inilmez ve tel kopardı.

Tablo 3.5. Ara Kademe Tellerin Sertlik Değerleri

	Sertlik 1 ($HV_{0.1}$)	**Sertlik 2 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 3 ($HV_{0.1}$)**	**Sertlik 4 ($HV_{0.1}$)**
a teli	172	178	174	175
b teli	132	164	161	160
c teli	143	147	146	140
d teli	96	98	103	100
e teli	117	121	126	123

Şekil 3.30 (c)' de bulunan tellerin kademe çaplarına uygulanan mikrosertlik ölçüm değerleri Tablo 3.3' te verilmiştir. Tabloyu incelediğimizde çap küçüldükçe malzemenin sertliğinin arttığını görebiliriz. Tellerin bir küçük çapa çekilebilmesi için ara tavlar uygulanmıştır ancak uygulanan ara tavlar ile malzemenin sertlik değerinde çok fazla bir düşüş görülmemiştir.



(a) (b)

Şekil 3.31. Ara Kademe Tel Kesitleri (a), Kılıf Atması Olayı (b)

Çap küçültme esnasında kullanılan merdane üzerinde bulunan dörtköşe geometrili merdane kanalları, filmaşin üzerine eksenel hareket esnasında aşırı miktarda radyal kuvvet uygulamaktadır, her bir kademeden geçen teller radyal kuvvetin etkisiyle Şekil 3.31 (a)' daki gibi çapları küçülmektedir. Ancak merdane üzerinde bulunan miller dört köşe geometrik şekle sahip olduklarından dolayı merdanelerin uyguladığı radyal basma gerilmeleri ve haddelenen malzeme ile merdaneler arasında sürtünmeyle oluşan yüzey kayma gerilmeleri sonucu ve hadde mili içerisinde malzeme sürekli eksenel hareket yaptığından dolayı malzemenin yüzeyinde bulunan bulk kılıf malzemesi Şekil 3.31 (b)'deki gibi malzemenin köşelerinde toplanmakta ve talaş olarak atılmaktadır. Uygulanan sürtünme kuvveti ve radyal kuvvet ile istenmeyen kalıntı gerilmeler meydana gelerek malzemenin iç yapısı değişmekte ve pekleşme olayı meydana

gelmektedir. Tablo 3.3 ‘deki her kademe çap düşüşünde malzemenin sertlik değerinin artmasının sebebi de pekleşme olayıdır. Her kademede yapılan tavlama ile malzeme kopmadan bir küçük çapa çekilebilmektedir.

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

1. Etrafı bakır ile çevrilmiş ve içerisinde MgB2 tozu bulunan bakır bilet 450-500 ^{0} C sıcaklığa ısıtılıp 33-34 bar basınç altında tutulduktan sonra kovanın soğuması beklenerek biletin dışarı çıkarılması sağlanmaktadır ancak bu işlem esnasında meydana gelen kovan sürtünmesi malzemenin dış yüzeyinde çatlaklar meydana getirmekte ve bu çatlaklar yüzey kalitesini önemli ölçüde azaltmakta ve ekstrüzyon esnasında yırtılmalara sebep olmaktadır, bunun yerine ekstrüzyon ünitesinde biletin oluşturulması ve yine aynı düzenek içerisinde belli bir sıcaklık aralığında ekstrüzyon işlemi gerçekleştirerek filmaşin elde edilmesi daha uygun bir yöntemdir.

2. Ekstrüzyon kovanı içerisinde bulunan takozun ön tarafına tampon olması amacıyla yerleştirilen tampon bakır; ekstrüzyon işlemi esnasında ilk olarak ekstrüze olup filmaşinin ön tarafını oluşturduktan sonra arkada bir akış hunisi oluşturmakta ve arkadan gelen biletin ekstrüzyon esnasında açılmaması ve parçalı bir yapı oluşmaması amacıyla, kompozit biletin kalıpla sürtünmesini önleyerek yüzey gerilmelerini azaltan bir kılıf tabakası oluşturmaktadır. Tampon yapı kullanılmadığı takdirde oluşan filmaşinin uçtan 15-20 mm'lik kısımlarında çiçeksi açılmalar görülmektedir. Filmaşinin uç kısmının açılmaması ve oluşan yapıya süneklik kazandırabilmek için tampon malzemesi kullanmak uygun olacaktır.

3. Konik kalıplar ile üretilen filmaşinlerin ağız kısmında, tampon bulk kullanılsa dahi istenmeyen açılmalar meydana gelmektedir. Ancak konik yerine düz kalıp kullanıldığı takdirde açılmayan yekpare filmaşinler elde edilmektedir.

4. Filmaşinin geçiş bölgesindeki kesiti incelendiğinde toz tanelerinden oluşan bölgenin yüzey sertliğinin, bulk kısımdaki bölgenin yüzey sertliğinden yaklaşık % 25 oranında daha sert olduğu görülmüştür.

5. Ekstrüzyon esnasında bakır biletin kovan iç yüzeyi ile oluşturduğu sürtünme kuvvetinden dolayı biletin dış kısmını oluşturan bakır, merkezde bulunan MgB_2 ' e göre daha yavaş ekstrüze olmaktadır. Dolayısıyla MgB_2 kovan sürtünmesine maruz kalmayarak hızlı bir şekilde ekstrüze olduğundan, tampon olarak konulan bulk yapı ile toz biletin geçiş noktasındaki birbirlerine bağlandığı noktalarda, merkezdeki tozun hızlı akışı nedeniyle huni şekline benzer bir akış gözlemlenmektedir.

6. Bilet oluşumu esnasında maça olarak kullanılan mil grafitlenmediği takdirde yüksek basınç altında toz taneleri maça ile basma pulu arasına sızarak kaynak etkisi yaratmakta ve grafitin sağladığı yağlayıcılık özelliği oluşmadığından maça çıkarılamayarak şişmektedir.

7. Hadde tezgahındaki merdaneler üzerine açılmış olan eşkenar dörtgen geometrili kanalın dairesel kanallara dönüştürülmesi takdirinde elde edilen ürün dairesel kesitte oluşturulur ve ürünün iç yapısındaki gerilim dağılımları homojen bir şekilde elde edilmiş olur.

8. Haddeleme ile tel oluşturma işlemi esnasında, her bir çap kademesine teller sokulmadan önce tavlama işlemi uygulanmalı, uygulanmadığı takdirde hadde içerisine verilen tel ikiye ayrılmaktadır.

9. Bu çalışmam sırasında toz içinde toz tekniği kullanılarak hedeflenen 1mm ve 0,5 mm'lik kompozit yapılı teller ekstürüzyon tekniği kullanılarak üretilmiştir, elde edilen kompozit teller bakır bir boru içerisine çok sayıda yerleştirilerek ekstrüze edilmesi ve sürekli üretim teknikleri geliştirilmesi takdirinde metrelerce çok özlü bakır esaslı kompozit tel, şerit yada kabloların oluşturulması gibi çeşitli konularla genişletilebileceği değerlendirilmektedir.

KAYNAKLAR

1. Ozmetin, E., Rathnayaka, K. D. D., Naugle, D. G., Lyuksyutov, I. F., 2009. Strong increase of critical field and current in magnet-superconductor hybrids. **Journal of Applied Physics, 105** (7): 07E324-07E324-3.

2. Lyuksyutov, I. F., Pokrovsky, V. L., 2005. Ferromagnet-superconductor hybrids. **Advenced Physic, 54** (67).

3. Lyuksyutov, F., Naugle, D. G., Ozmetin, A. E., Yapici, M. K., Zou, J., 2010. Vortex Pinning by an Inhomogeneous Magnetic Field. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, **23** (6): 1079.

4. Clinton, T. W., Broussard, P. R., Johnson, M., 2002. Advances in the development of the magnetoquenched superconducting valve: Integrated control lines and a Nb-based deviceJ. **Applied Physics Letters, 91** (1371):

5. Eom J., Johnson, M., 2003. Stray-Field-Driven Switchable Superconducting Devices Jpn. **Journal Applied Physics Letters**, **42** (1): 5030.

6. Bayazit, E., 2005. Co ve Mo Katkılı MgB_2 Süper iletken Sistemin PIT (Powder-In-Tube) Metodu Kullanılarak Şerit Formunda Hazırlanması ve Genel Karakterizasyonu. İnönü Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Malatya, 77s.

7. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutumi, M., Asano, T., 1988. A New High-T_c Oxide Superconductor without a Rare Earth Element. Jpn. **Journal Applied Physics, 27** (2): 209–210.

8. Bednorz, J. G., Müller, K. A., 1986. Possible high T_c superconductivity in the Ba−La−Cu−O system. **Zeitschrift für Physik, B64** (1): 189–193.

9. M. Yavuz, P. McIntyre, A. E. Ozmetin, R. Soika, T. Hartwig, D. Naugle, A. Clearfield. *Solid solubility limit of Bi-Pb-Sr-Ca-Mn-O in Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconductors* ASC, Applied Superconductivity (2000), Virginia Beach, Virginia USA.

10. Gencer, A., 2012. Süper İletkenlik Hakkında. (Web sayfası: **http://cesur.ankara.edu.tr/superiletkenlik-hakkinda/**), (Erişim tarihi: Aralık 2014)

11. Shikov, A., Pantsyrnyi, V., Nikulin, A., Vorobieva, A., Silaev, A., Soudiev, S., and Beliakov., N., 2000. Superconducting properties of internal-tin Nb_3Sn wire with enhanced current capacity. **IEEE Transactions Applications Supercondictivity, 10** (996):

12. Bae, D. K., Yoon, Y. S., Cho, H., Kim, D. S., Oh, Y. C., Ahn, M. C., and Ko, T. K., 2007. Characteristics of persistent-current mode of HTS coil on superconducting electromagnet. **IEEE Transactions Applications Supercondictivity, 17** (2099):

13. Lauterbur, P.C., 1973. ImageFormation by Induced Local Interactions: Examples of Employing Nuclear Magnetic Resonance. Nature**, 242** (5394): 190–191.

14. Rose-Innes, A.C., ve Rhoderick, E.H., 1980. Introduction to Superconductivity, second edition. Pergamon Press Ltd., England.

15. Bayazıt, T., 2011. SiC Katkılı MgB_2 Süperiletkeninin Yapısal ve Manyetik Özellikleri. Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Trabzon, 40 s.

16. Omar, M. A., 1975. Elementary Solid State Physics: Principles and Applications, Addison- Wesley, London, England.

17. P. Poole Jr., C., Datta, T. ve Farach H., 1988. Copper Oxide Superconductors. **Wiley-Interscience**, 0471623423.

18. Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., and Akimitsu, J., 2001. Superconductivity at 39K in magnesium diboride. **Nature, 410** (63).

19. Canfield, P. C., Finnemore, D. K., Bud'ko, S. L., Ostenson, J. E., Lapertot, G., Cunningham, C. E., and Petrovic, C., 2001. Superconductivity in dense MgB_2 Wire. Physical Review Letters, 86 (2423).

20. Eisterer, M., 2007. Magnetic properties and critical currentsof MgB_2. **Superconductor Science and Technology, 20** (47–73).

21. Scanlan, R.M., Malozemoff, A. P., and Larbalestier, D. C., 2004. Superconducting materials for large scale applications**. Proceedings of the IEEE, 92** (1639).

22. Hinks, D.G., Claus, H., Jorgensen, J.D., 2001. The origin of the anomalous superconducting properties of MgB2 . Nature, 411.

23. Safran, S., 2010. MgB2 Süperiletken Tellerde Alternatif Akım Kaybı ve Akı Perçinleme Mekanizmaları. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 126s.

24. Firdevs., 2012. Borun Özellikleri Ve Tekstil Endüstrisinde Kullanımıyla Sağladığı Avantajlar. (Web sayfası: **http://www.boren.gov.tr/icerik.php?id=26**), (Erişim tarihi: Kasım 2014).

25. Akimov, *et al.*, 2004. Multifilamentary composite MgB2 wires: preparation and testing. **IEEE Transactions Applications Supercondictivity, 14** (2): 1035–1038.

26. Giunchi, G., *et al.*, 2003. High performance new MgB superconducting hollow wires. **Superconductor Science and Technology,16** (2): 285–291.

27. Musenich, R., Fabbricatore, P., Farinon, S., Ferdeghini, C., Grasso, G., Greco, M., Malagoli, A., Marabotto, R., Modica, M., Nardelli, D., Siri, A. S., Tassisto, M., and Tumino. A., 2005. Behavior of MgB_2 react and wind coils above 10 K. **IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 15** (2):

28. Goldacker, W., Schlachter, S. I., Obst, B., and Eisterer, M., 2004. In situ round wires with improved properties. **Superconductor Science and Technology**, **17:** 490–495.

29. Yavaş, M., 2005. Fabrıcatıon And Characterızatıon of MgB_2 Powders And Cu-Clad MgB_2 Wıres. İzmir Teknoloji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir, 56 s.

30. Suenaga, M., and Clark, A.F., 1980. Filamentary A15 Superconductors. Plenum Press, New York.

31. Husek, I., Kovac, P., and Pachla, W., 1995. Microhardness profiles in BSCCO/Ag composites made by various technological steps. **Superconductor Science and Technology, 8** (617).

32. Husek, P., Kovac, C.R., Grovenor, M., and Goodrich, L., 2004. Microhardness as a tool for the filament density and metal sheath analysis in MgB_2/Fe/(Cu) wires. **Superconductor Science and Technology, 17 (971).**

33. Tomsic, M., Doll, D., 2014. Hyper Tec's İnnovative Superconducting Technology. (Web page: **http://www.hypertechresearch.com/index.htm**), (Date accessed: Ocak 2015).

34. Columbus Superconductors, 2003. Superconductivity and MgB2, (Web page: **http://www.columbussuperconductors.com/mgb2.asp**), (Date accessed: January 2015).

35. Sumption, M. D., Bhatia, M., Wu, X., Rindfleisch, M., Tomsic, M., and Collings, E. W., 2005. Multifilamentary, in situ route, Cu-stabilized MgB2 strands. Superconductor Science and Technology, 18: 730–734.

36. Suo, H. L., et al., Transport critical current densities and n factors in mono- and multifilamentary MgB2 Fe tapes and wires using fine powders. 2003. **IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 13** (2): 3265–3268.

37. Akimov I. I., et al., 2004. Multifilamentary composite MgB_2 wires: preparation and testing. **IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 14** (2): 1035–1038.

38. Horzum, N., 2008. Synthesis And Characterization Of MgB_2 Superconducting Wıres. İzmir Teknoloji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir, s 68.

39. Hack, G.A.S., 1983, Proc. Conf. On Frontiers of High Temperature Materials 2, Inco Alloy International, London, May, vol. 22-25, 3.

40. Schaffer, G.B., McCormick, P.G., 1992, Mechanical alloying. **Materials Forum, 16**: 91-97.

41. Benjamin, J.S., 1970, Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying, Metall. Trans., 1, 2943-2951.

42. Davis, R.M., Koch, C.C., 1987. Mechanical alloying of brittle components: sılıcon and germanium **Scripta Metallurgica 21**: 305.

43. Suryanarayana, C., Ivanov, E., Boldyrev, V.V., 2001. The science and thecnology of mechanical alloying, Materials. Science and Engineering, **A304-306**: 151-158.

44. Jung, C.U., Park, M.S., Kang, W.N., Kim, M.S., Lee, S.Y. and Lee, S.I, 2001. Temperature and magnetic field dependent resistivity of MgB_2 sintered at high temperature and high pressure condition. ***Physica C*** **353**:162-166.

45. Zhao, Y., Feng, Y., Cheng, Y., Zhou, L., Wu, Y., Machi, T., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. and Murakami, M., 2001. High critical current density of MgB_2 bulk superconductor doped with Ti and sintered at ambient pressure. ***Applied Physics Letters*** **79**:1514.

46. Pachla, W., Moravski, A., Kováč, P., Hušek, I., Mazur, A., Lada, T., Diduszko, R., Melišek, T. and Štrbík,V., 2006. Properties of hydrostatically extruded *in situ* MgB2 wires doped with SiC. ***Superconductor Science and Technology*** **19**: 1-8.

47. Okur, S., Kalkanci, M., Yavas, M., Egilmez, M. and Ozyuzer, L., 2005. Microstructural and electronic characterization of Ti and Mg doped copper-clad MgB2 Superconducting Wires. **Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7**: 411- 415.

48. Fu B.Q., Feng Y., Yan G., Liu C.F., Zhou L., Cao L.Z., Ruan K.Q. and Li X.G., 2003. High transport critical current in MgB2/Fe wire by *in situ* Powder-in-Tube process. **Physica C 392:** 1035.

49. Murtezaoğlu, A.A., 1995. Çeliğin Düşey Ekstrüzyonunun İncelenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 65 s.

50. P.K.Saha, Aluminum Extrusion Technology, ASM International, Materials Park, Ohio

51. Galanty, M., Kazanowski, P., Kansuwan, P., Misiolek, W. Z., 2002. Consolidation of metal powders during the extrusion process. **Journal of Materials Processing Technology**, 125-126: 491-496.

52. Nakane, T., Takahashi, K., Kitaguchi, H., Kumakura, H., 2009. Fabrication of Cu-sheathed MgB_2 wire with high Jc–B performance using a mixture of in situ and ex situ PIT techniques. **Physica C: 469:** 1531–1535.

53. Sönmez H., 1989. Metal Ekstrüzyonu, Egitim yayınları A.Ş., İstanbul, …s

54. Kuzulu, N., 2012. İki Bileşenli Takoz Sistemlerinin Hidrostatik Ekstrüzyonda Ürün-Takoz İlişkisinin Fiziksel Benzeşim Yöntemiyle İncelenmesi. Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kayseri, 114 s.

55. Kazakov, S. M., Angst, M., Karpinski, J., Fita I. M. and Puzniak, R., 2001. Substitution effect of Zn and Cu in MgB_2 on Tc and structure. **Solid State Communications, 119** (1): 1-5.

56. Tampieri, A., Celotti, G., Sprio, S., Rinaldi, D., Barucca,G. and Cacuuffo, R., 2002. Effects of copper doping in MgB_2 superconductor. **Solid State Communications, 121** (9-10): 497-500.

57. Kuhberger, M. and Gritzner, G., 2002. Effects of Sn, Co and Fe on MgB_2. **Physica C:Superconductivity, 370** (1): 39-43.

58. Aksan, M. A., Yakıncı, M. E. ve Guldeste, A., 2006. Co-addition into MgB_2: The structuraland electronic properties of (MgB2)2−xCox. **Journal of Alloys and Compounds, 424 (**1-2): 33-40.

59. Rui, X. F., Chen, J., Chen, X., Guo, W. and Zhang, H., 2005. Doping effect of nano-alumina on MgB_2. **Physica C: Superconductivity, 412-414** (1): 312-315.

60. Xu, H.L., Feng, Y., Zhao, Y., Yan, G., Pu, M.H., Lu, H.X., Zhang R. and Xu, Z., 2006. Investigation on MgB_2 superconductor doped by nano-Al powder. **Physica C: Superconductivity, 449** (1): 53-56.

61. Zhao, Y., Zhang, X. P., Qiao, P. T., Zhang, H. T., Jia, S. L., Cao, B. S., Zhu, M. H., Han, Z. H., Wang, X. L. and Gu, B. L., 2001. Effect of Li doping on structure and superconducting transition temperature of Mg1−xLixB2. **Physica C: Superconductivity, 361** (2): 91-94.

62. Li, H. L., Ruan, K. Q., Li, S. Y., Yu, Y., Wang, C. Y. and Cao, L. Z., 2003. Upper critical field and the effect of Li doping on the activation energy in MgB_2. **Physica C: Superconductivity, 386**: 560-564.

63. Wang, X. L., Zhou, S. H., Qin, M. J., Munroe, P. R., Soltanian, S., Liu, H. K. and Dou, S. X., 2003. Significant enhancement of flux pinning in MgB_2 superconductor through nano-Si addition. **Physica C: Superconductivity, 385** (4): 461-465.

64. Wang, X. L., Soltanian, S., James, M., Qin, M. J., Horvat, J., Yao, Q. W., Liu H. K. and Dou, S. X., 2004. Significant enhancement of critical current density and flux pinning in MgB_2 with nano-SiC, Si, and C doping. **Physica C: Superconductivity, 408-410**: 63- 67.

65. Shcherbakova, O.V., Pan, A.V., Soltanian, S. and Dou, S.X., 2007. Cooling rate effect on microstructure and superconducting properties of pure and SiC doped MgB_2 superconductors. **Physica C: Superconductivity and its Applications, 460-462** (1): 579-580.

66. Ping, Z. X., Yanwei, M. and Shun, G. Z., 2007. **Chinese Science Bulletin, 52 (18):** 2477-2480.

67. Cheng, C. H., Zhao, Y., Wang, L. and Zhang, H., 2002. Preparation, structure and superconductivity of Mg1−xAgxB2. **Physica C: Superconductivity, 378-381** (1): 244- 248.

68. Guo, J.D., Xu, X.L., Wang, Y.Z., Shi, L. and Liu, D.Y., 2004. Preparation of Ag-doped Mg1−xAgxB2 superconductors. **Materials Letters, 58** (29): 3707-3709.

69. Prikhna, T. A., Gawalek, W., Surzhenko, A. B., Moshchil, V. E., Sergienko, N. V., Savchuk, M., Melnikov, V. S., Nagorny, P. A., Habisreuther, T. and Dub, S. N., 2002. Highpressure synthesis of MgB_2 with and without tantalum additions. **Physica C: Superconductivity, 372-376** (3): 1543-1545.

70. Zhao, Y., Feng, Y., Huang, D. X., Machi, T., Cheng, C. H., Nakao, K., Chikumoto, N., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. and Murakami, M., 2002. Doping effect of Zr and Ti on the critical current density of MgB_2 bulk superconductors prepared under ambient pressure**. Physica C: Superconductivity, 378-381** (1): 122-126.

71. Awana, V. P. S., Mudgel, M., Kishan, H. and Bhalla, G. L., 2008. Significant improvement of flux pinning and irreversibility field in nano-carbon-doped MgB_2 superconductor, **146**: 330-334.

72. Wilke, R.H.T., Bud'ko, S.L., Canfield, P.C. , Kramer, M.J., Wu, Y.Q., Finnemore, D.K., Suplinskas, R.J., Marzik J.V. and Hannahs S.T., 2005. Superconductivity in MgB_2 doped with Ti and C. **Physica C: Superconductivity, 418** (3-4): 160-167.

73. **www.materialspec.com**

74. Zhang, H., Zhao, J. and Shi, L., 2005. The charge transfer induced by Cr doping in MgB_2. **Physica C: Superconductivity, 424** (1-2): 79-84.

75. Sekkina, M. M. A., and Elsabawy, K. M., 2003. Narrow range of iridium-substitution on Mg1−xIrxB2 superconductor. **Physica C: Superconductivity, 391** (3): 217-222.

76. Zhao, Y., Feng, Y., Huang, D. X., Machi, T., Cheng, C. H., Nakao, K., Chikumoto, N., Fudamoto, Y., Koshizuka, N. and Murakami, M., 2002. Doping effect of Zr and Ti on the critical current density of MgB_2 bulk superconductors prepared under ambient pressure**. Physica C: Superconductivity, 378-381** (1): 122-126.

77. Goto, D., Machi, T., Zhao, Y., Koshizuka, N., Murakami, M. and Arai, S., 2003. Improvement of critical current density in MgB_2 by Ti, Zr and Hf doping. **Physica C: Superconductivity, 392-396:** 272-275.

78. Gu, D. W., Cai, Y. M., Yau, J. K. F., Cui, Y. G., Wu, T., Yuan, G. Q., Shen, L. J. and Jin, X., 2003. Effect of Pb substitution in bulk superconducting MgB_2. **Physica C: Superconductivity, 386:** 643-647.

79. Elsabawy, K. M. and Kandyel, E. E., 2007. Lead substitutions for promoted critical current density Jc and mechanical properties of Mg1−xPbxB2 regime. **Materials Research Bulletin, 42** (6): 1051-1060.

80. Suemitsu, N., Masui, T., Lee, S. and Tajima, S., 2006. Mn substitution effect on superconducting properties of MgB2 single crystals. **Physica C: Superconductivity, 445-448:** 39-41.

81. Günebakmaz, S., 2007. Toz Metalurjisi Yöntemi İle İnconel 718 Süperalaşımının Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 93s.

82. Dikicioglu, A., 2015. Toz Metalurjisi. (Web sayfası: **web.itu.edu.tr/~dikicioglu/Toz%20 metalurjisi.pdf)**, (Erişim tarihi: Mart 2015)

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Emre CİMİNLİ

Uyruğu: Türkiye (TC)

Doğum Tarihi ve Yeri: 1 Ekim 1984, Erzincan

Medeni Durumu: Bekâr

Tel: +90 507 227 57 28

E–mail: emreciminli@hotmail.com

Yazışma Adresi: 2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi Komutanlığı Teknik Yönetim Başkanlığı Esenyurt/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Lisans	Selçuk Üniversitesi Makine Müh. KONYA	2008
Lise	Karatay Anadolu Lisesi, Konya	2003

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2009- Halen	2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi Komutanlığı (HVKK)	Etüt Arş.K.A.

YABANCI DİL

İngilizce