

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİYOBYUM KATODİK ARK PLAZMASI KULLANILARAK
TİTANYUMUN ALAŞIMLANMASI İLE NİYOBYUM-TİTANYUM
YAPILARININ ÜRETİMİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Semih OTMAN**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Malzeme Mühendisliği

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN

OCAK 2011

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİYOBYUM KATODİK ARK PLAZMASI KULLANILARAK
TİTANYUMUN ALAŞIMLANMASI İLE NİYOBYUM-TİTANYUM
YAPILARININ ÜRETİMİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Semih OTMAN
(506081418)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 20 Aralık 2010

Tezin Savunulduğu Tarih : 26 Ocak 2011

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Doç. Dr. Kürşat KAZMANLI (İTÜ)
Prof. Dr. Mehmet KOZ (MÜ)**

OCAK 2011

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışmam süresince laboratuvar imkanları sağlayan deneyimlerini bilgisini paylaşmaktan çekinmeyen saygıdeğer hocam Prof.Dr.Mustafa ÜRGEN'e,

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi, tecrübe ve yardımlarından faydalandığım sayın hocam Doç.Dr. Kürşat KAZMANLI'ya,

Tez çalışmam süresince laboratuvarımda bana yardımcı olan kaplama sistemlerindeki bilgilerini benimle paylaşan Semih ÖNCEL ve Zafer KAHRAMAN'a,

Elektron mikroskopu ve X-ışını analizlerinde tecrübelerinden faydalandığım Erdem ARPAT'a, analizlerim esnasında yardımcı olan Sevgin TÜRKEİ'ye,

Metalografik numune ve çözelti hazırlamada yardımcı olan Ayşe AYPAR'a, Güldem KARTAL'a ve Seyhan ATİK'e,

Lisans eğitimimden bu yana bana samimi ve iyi bir yol arkadaşı olan Serkan OKTAY'a,

Yüksek lisans eğitimim boyunca bana iyi birer arkadaş olan Sabri ÇAKIR'a, Sinan AKKAYA'ya Neslihan ALPAY'a, Oğuz YILDIZ'a, Seda ERBAŞ'a, Alperen Sezgin'e, Sinem ERASLAN'a, Nagihan SEZGİN'e, Özgen AYDOĞAN'a, Münevver UZUN'a, Nilüfer ORHON'a, Semanur Baylan'a

teşekkürü bir borç bilirim.

Beni büyüten ve maddi manevi her zaman yanımda olan ailemi sevgiyle kucaklıyorum.

OCAK 2011

Semih OTMAN

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER	v
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
SEMBOL LİSTESİ	xvii
ÖZET.....	xix
SUMMARY	xxi
1. GİRİŞ.....	1
2. SÜPERİLETKENLİK.....	3
2.1. Tarihçe.....	3
2.2. Süperiletkenliğin Oluşumu.....	3
3. KATODİK ARK FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME YÖNTEMİ.....	7
3.1. Tarihçe ve Çalışma Prensipleri.....	7
3.1.1. Makro Partiküller	9
3.2. Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemiyle Yayındırma.....	9
4. NİYOBYUM-TİTANYUM ALAŞIM SİSTEMİ	13
4.1. Nb-Ti Fiziksel Özellikleri	13
4.2. Nb-Ti Faz Diyagramı	14
4.3. β -NbTi Fazı Difüzyon Mekanizması.....	15
4.3.1. Yeralan Atomların Difüzyonu.....	15
4.3.2. Yüzey ve Arayüzey Difüzyonu	16
4.3.3. B2 Strukturbericht İntermetaliklerde Difüzyon	17
4.4. Süperiletken Nb-Ti Üretimi.....	18
4.4.1. Giriş.....	18
4.4.2. Geleneksel Nb-Ti Tel Üretimi	19

4.4.3. Yapay Çivileme Merkezi – Difüzyon Yöntemi ile Nb-Ti Süperiletken Tel Üretimi.....	20
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	25
5.1. Nb-Ti Folyo ve Tellerin Üretimi	26
5.2. Nb-Ti Folyo ve Tellerin Isıl İşlemi.....	28
5.3. Nb-Ti Folyoların Karakterizasyonu.....	28
5.3.1. Nb-Ti Fazların Tayini.....	28
5.3.2. Nb-Ti Mikroyapı İncelemesi.....	28
5.3.3. Nb-Ti Difüzyon Bölgesi Elementel Analiz.....	29
6. DENEYSEL SONUÇLAR.....	31
6.1. Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Titanyum Folyolar.....	31
6.1.1. Sabit 60 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Folyo.....	31
6.1.2. Sabit 120 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Folyo.....	33
6.2. Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar	35
6.2.1. 250 Volt 60sn Kaplama, 750 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo.....	35
6.2.2. 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo.....	37
6.2.3. 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo.....	39
6.2.4. 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo.....	41
6.3. Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Her İki Taraftan Yayındırma Yapılan Titanyum Folyolar	43
6.3.1. 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo	43
6.3.2. 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo	45
6.4. Sabit Bias Voltajında İşlem Gören Titanyum Teller	47
6.4.1. Sabit 20 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel.....	48
6.4.2. Sabit 150 Volt'da işlem Gören titanyum tel.....	48
6.4.3. Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel.....	49
6.5. Isıl İşlem Sonuçları	50

6.5.1.	Sabit 60 Volt Titanyum Folyo.....	50
6.5.2.	Sabit 150 Volt Titanyum Tel.....	51
7.	GENEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER.....	53
KAYNAKLAR		55
ÖZGEÇMİŞ		59

KISALTMALAR

FBB	:Fiziksel Buahr Biriktirme
XRD	:X-Işınları Difraktometresi
SEM	:Taramalı Elektron Mikroskobu
HMK	:Hacim Merkezli Kübik
SPH	:Sıkı Paket Hekzagonal
EDS	:Enerji Saçılım Spektrometresi
Sccm	:Dakikada Standart Santimetreküp
ağ%	:Ağırlıkça Yüzde

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 2-1 : Çeşitli Süperiletkenlerin Kritik Değerleri [3]	5
Çizelge 4-1: Nb-Ti kristolografik veri	15
Çizelge 5-1: Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Titanyum Folyolar	26
Çizelge 5-2: Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar	27
Çizelge 5-3: Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Her İki Yüzeyden Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar	27
Çizelge 5-4: Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Teller	27
Çizelge 5-5: Isıl İşlem Uygulanan Numuneler ve Isıl İşlem Süreleri	28

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 : Farklı elementlerin sıcaklığa bağlı elektrik dirençleri [3]	3
Şekil 2.2 : Manyetik Alana bağlı manyetizasyon (a) Tip-II süperiletkenler (b)Tip-II süperiletkenler [3]	4
Şekil 2.3 : Manyetik alan – sıcaklık diagramı (a) Tip-1 süperiletkenler için (b) Tip-II süperiletkenler için [3]	4
Şekil 3.1 : Katodik Ark FBB şematik görüntüsü	7
Şekil 3.2 : Manyetik filtreli ark sistemi [5] [6]	9
Şekil 3.3 : Katodik Ark FBB'ye adapte edilen yayındırma sistemi	10
Şekil 3.4: İyon-Yüzey Etkileşimleri [7]	10
Şekil 3.5 : İTÜ Yüzey Teknolojileri Lab. Katodik Ark FBB Sistemi	11
Şekil 4.1: Ağırlıkça Titanyum alaşımına göre Kritik sıcaklık, 4.2K'deki üst kritik alan ve de 293K'deki elektrik direnç grafiği [1]	13
Şekil 4.2 : Nb-Ti Faz Diyagramı [1] [9]	14
Şekil 4.3: Nb-Ti faz diyagramı, solda kararsız fazlar ve sağda spinodal ayrışma.....	14
Şekil 4.4: Kirkendall Hareketi [12]	16
Şekil 4.5: Tane Sınırı Difüzyonu [13] [14]	16
Şekil 4.6: B2 yapısında altı zıplama difüzyonu	17
Şekil 4.7: B2 yapısında üçlü hata difüzyonu	18
Şekil 4.8: Yapı dışı köprü mekanizması	18
Şekil 4.9: Girdap oluşumunun şematik gösterimi [2] [11]	19
Şekil 4.10: Geleneksel Nb-Ti Üretimi ve Mikroyapısı [8]	20
Şekil 4.11: Geleneksel yöntemle üretilmiş NbTi alaşımı ve Fazların Dağılımı [8] [6]	20
Şekil 4.12: Nb-Ti Katı katı difüzyonu	21
Şekil 4.13: Bormio-Nunes ve grubunun 1073K'de 222saat ısıtıl işlem uygulanmış Nb-Ti kompoziti a)öncesi b)sonrası[19]	22
Şekil 4.14: Double-glow plazma yüzey alaşımlandırma vakum sistemi	22
Şekil 4.15: Wang ve arkadaşlarının yaptığı çalışma derinliğe bağlı Nb değişimi [25]	23
Şekil 4.16 : Wong ve grubunun ürettiği Nb-Ti süperiletken tel a)şematik gösterim b)mikroyapı elektron mikroskobu görüntüsü [26]	23

Şekil 4.17: Bormio-Nunes ve grubunun yaptığı Nb-Ti-Ta difüzyon çalışması difüzyon bölgesi [19].....	24
Şekil 6.1: Sabit 60 Volt bias voltajı altında yayındırma yapılmış numune sıcaklık değişimi	31
Şekil 6.2: Sabit 60 Volt işlem gören titanyumun x-ışını faz analizi	32
Şekil 6.3: Sabit 60 Volt işlem gören titanyum folyonun a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü	32
Şekil 6.4: Sabit 60 Volt işlem gören titanyum folyonun çizgisel elementel analizi..	33
Şekil 6.5: Sabit 120 Volt bias yayındırma yapılmış numune sıcaklık değişimi	33
Şekil 6.6: Sabit 120 Volt işlem gören titanyumun x-ışını faz analizi	34
Şekil 6.7: Sabit 120 Volt işlem gören titanyum folyonun a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü	34
Şekil 6.8: Sabit 120 Volt işlem gören titanyum folyonun çizgisel elementel analizi	35
Şekil 6.9: 250 Volt 60 sn Kaplama, 750 Volt 15 sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo.....	35
Şekil 6.10: 250 Volt 60 sn. kaplama 750 Volt 15 sn. yayındırma yapılmış titanyum folyo a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf	36
Şekil 6.11: 250 Volt 60 sn Kaplama, 750 Volt 15 sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü..	37
Şekil 6.12: 250 Volt 60 sn. Kaplama 750 Volt 15 sn Titanyum Folyonun Çizgisel Elementel Analizi	37
Şekil 6.13: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafîği	38
Şekil 6.14: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf.....	38
Şekil 6.15: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskopu Görüntüsü a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü.....	39
Şekil 6.16: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi.....	39
Şekil 6.17: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo İşlem Sıcaklığı.....	40
Şekil 6.18: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf.....	40
Şekil 6.19: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskopu Görüntüsü a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü.....	41
Şekil 6.20: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi.....	41

Şekil 6.21: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği.....	42
Şekil 6.22: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-Işını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf.....	42
Şekil 6.23: 6.2.4. 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskobu Görüntüsü.....	43
Şekil 6.24: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi	43
Şekil 6.25: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği	44
Şekil 6.26: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-Işını Analizi	44
Şekil 6.27: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüsü.....	45
Şekil 6.28: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elementel Çizgi Analizi	45
Şekil 6.29: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği.....	45
Şekil 6.30: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi	46
Şekil 6.31: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri Birinci bölge	46
Şekil 6.32: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri İkinci Bölge	47
Şekil 6.33: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi a) Birinci bölge b)İkinci Bölge.....	47
Şekil 6.34: Sabit 20 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel Elektron Mikroskobu Görüntüsü a)ikincil elektron görüntüsü b)Geri saçılan elektron görüntüsü	48
Şekil 6.35: Sabit 150 Volt Bias Değeriyle Niyobyum Yayındırılmış Tel a)İkincil Elektron Görüntüsü b)Geri saçılan Elektron Görüntüsü.....	48
Şekil 6.36: Sabit 150 Volt Bias Değeriyle Niyobyum Yayındırılmış Telin Çizgisel Elementel Analizi	49
Şekil 6.37: Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel a)İkincil Elektron Görüntüsü b)Geri Saçılan Elektron Görüntüsü	49

Şekil 6.38: Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Telin Çizgisel Elementel Analizi	50
Şekil 6.39: a) Sabit 60Volt İşlem Gören Titanyum Folyo(ısıl işlem yok) b)15dk 900°C ısıl işlemden sonra c)240dk 900°C ısıl işlemden sonra.....	50
Şekil 6.40: 240 dk 900°C'de Isıl İşlem Uygulanmış Sabit 60 Volt Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi.....	51
Şekil 6.41: a) Sabit 150Volt İşlem Gören Titanyum Tel(ısıl işlem yok) b) 240dk 900°C ısıl işlemden sonra	51
Şekil 6.42: 240 dk 900°C'de Isıl İşlem Uygulanmış Sabit 150 Volt Titanyum Tel Çizgisel Element Analizi.....	52

SEMBOL LİSTESİ

V	:Volt
A	:Amper
T	:Tesla
nm	:nanometre
K	:Kelvin

NİYOBYUM KATODİK-ARK PLAZMASI KULLANILARAK TİTANYUMUN ALAŞIMLANMASI İLE NİYOBYUM-TİTANYUM YAPILARININ ÜRETİMİ

ÖZET

Bu çalışma, katodik ark fiziksel buhar plazma işlemi yöntemi ile süper iletken özellik gösteren Nb-Ti alaşımlarının üretilmesine yöneliktir. Kullanılan yaklaşım, grubumuzda geliştirilmiş olan, katodik ark plazmasının taban malzeme üzerinde yarattığı ısı ve iyon karışımı etkileri ile yayınmayı hızlandırma yöntemine dayanmaktadır. Taban malzeme olarak kullanılan titanyum (Ti) metalinin, niyobyum (Nb) katodik ark plazması etkisine tabi tutularak hem niyobyum kaplanmış hem de kaplanan niyobyum, titanyum içerisine yayındırılmıştır. Niyobyum kaplanması sürecinde düşük bias voltajları, yayındırma (ısıtma) sürecinde ise yüksek bias voltajları kullanılmıştır. Nb-Ti ikili denge diyagramına göre 882°C üzerinde niyobyum ve titanyum birbiri içerisinde tam çözünürlük göstermektedir. Bu nedenle özellikle yayındırma süreçlerinde taban malzemenin sıcaklığının 882°C'nin üzerinde olmasını sağlayacak koşullar belirlenmiştir.

Çalışma sırasında 40 mikron kalınlığında titanyum folyolar ve 100 mikron çapında titanyum teller kullanılmıştır. Kaplama ve yayındırma süreçleri optimize edilerek süper iletkenlik özelliği gösteren Nb-47%Ti (ağırlık) katı eriyiğinin yapı içerisinde oluşma koşulları belirlenmiştir. Folyo veya tellerin süperiletkenlik gösterebilmesi için tüm yapının kompozisyonunun aynı olmasına gerek yoktur. Yapıda belirli bir kalınlığa sahip Nb-47%Ti (ağırlık) alaşımının varlığı yeterli olmaktadır. Yapılan çalışma sonucunda hem tellerde hem de folyolarda niyobyumun titanyum içerisine yayınması sağlanmış ve işlem koşullarına bağlı olarak yapı içerisinde değişik kalınlıklarda Nb-47Ti (ağırlık) bileşimine sahip bölgeler oluşturulabilmiştir.

Numunelerin üretilmesi için katodik ark fiziksel biriktirme cihazı kullanılmış, kaplama ve yayındırma süreçlerindeki sıcaklık kızıl ötesi pirometre ile sürekli ölçülüp kayıt edilmiştir. Üretilen numuneler, faz analizleri için x-ışınları difraktometresi, mikro yapı incelemesi için taramalı elektron mikroskopu ve element analizi için enerji saçılım spektrometresi kullanılmıştır. Grubumuzda geliştirilen ve daha önce Fe-Cr, Al-Cu, Cu-Al ve Ti-Al sistemlerinde başarı ile kullanılan katodik ark buhar plazma işlemi Nb-Ti sisteminde de beklenen sonuçları vermiştir. Kullanılan yöntem halihazırda kullanılan süper iletken Nb-Ti tel üretim yöntemlerinden farklıdır ve özgündür. Yöntem süperiletken Nb-Ti alaşımlarının üretiminde yeni bir alternatif olabilme potansiyeline sahiptir.

PRODUCTION OF NIOBIUM-TITANIUM STRUCTURES BY ALLOYING OF TITANIUM WITH NIOBIUM USING NIOBIUM CATHODIC-ARC PLASMA

SUMMARY

This study aims to produce superconducting Nb-Ti alloys via cathodic-arc physical vapor plasma treatment (CAPT). The principle of this method, which was developed in our group, relies on the diffusion accelerator processes (ion mixing and heating) created during CAPT. Titanium substrates are treated with niobium cathodic arc plasma in such a manner that will allow both coating and diffusion of Nb. During coating stages of niobium, lower bias voltages were applied. Higher bias voltages were applied during heating (diffusion) stages. Above 882°C, titanium shows full solubility in niobium according to Nb-Ti binary diagram. Therefore conditions were selected to keep the substrate temperature above 882°C, especially during diffusion stages.

As substrates, 40 microns titanium foils and 100 microns diameter titanium wires were used. Conditions for producing superconducting Nb-47%Ti (wt%) solid solution were optimized by tuning of the coating and the diffusion stages. It is not necessary for the bulk material to consist fully of Nb-47%Ti (wt%) in order to show superconducting properties. For the creation of superconducting effect the formation of a thin zone with a composition of Nb-47%Ti (wt%) is enough. In our study diffusion of Nb into both titanium wires and foils were successfully achieved. Different Nb-47%Ti (wt%) zones thickness were obtained with different process parameters.

Cathodic arc physical vapor deposition system was used to produce the samples. IR pyrometer was used to measure temperature of samples during processes. Samples were analyzed with x-ray diffractometer for phase analysis, scanning electron microscopy to observe microstructure, energy-dispersive x-ray spectroscopy for element analysis. Expected results were obtained for Nb-Ti system as for Fe-Cr, Al-Cu, Cu-Al, Ti-Al systems which previously studied by our research group. This method is different and unique than other Nb-Ti superconducting materials production methods, hence it may have potential to become a new alternative production method for Nb-Ti superconducting alloys.

1. GİRİŞ

Niobyum-titanyum alaşımları 1960lı yılların başında birçok süperiletken uygulamalarında kullanılmıştır. Diğer süperiletken alaşımlara göre yüksek mukavemet, süneklik ve yüksek akım taşıma kapasitesi Nb-Ti alaşımlarının en yaygın kullanılan süperiletken malzeme haline getirmiştir. 2-8 Tesla manyetik alan üreten süperiletken malzemelere baktığımızda Nb-Ti süperiletken alaşımları, ucuz hammadde ve düşük üretim maliyeti sayesinde avantaj sağlamaktadır. Bundan dolayı manyetik rezonans görüntüleme cihazlarındaki mıknatıslar için kullanımı yılda 1000 tonu geçmektedir. [1]. Nb-Ti alaşımlarının süperiletken olarak kullanım yerleri; tıpta manyetik rezonans görüntüleme (MRG) cihazları, bilimsel araştırmalarda nükleer manyetik rezonans (NMR) cihazları, laboratuvar gereçleri, parçacık hızlandırıcıları, elektrik iletimi, mayın arama, maden ayırma, maglev trenleri ve de süperiletken manyetik enerji saklama (SMES) olarak sayılabilir [1,2].

Literatüre baktığımızda Nb-Ti süperiletkenlerin iki farklı üretim yöntemi kullanılarak üretildiği görülmektedir:

1-Geleneksel Alaşım Ergitme Yöntemi: Alaşım olarak ağırlıkça %47 Titanyum içeren Nb-Ti alaşımlı billet kullanılmaktadır. Belli sıcaklıklarda bu billet termomekanik işlem uygulanır. Çapı küçültülerek mikron mertebesinde tel elde edilir. Termomekanik işlemle aynı zamanda ısıtım işlemde uygulandığından, süperiletkenlik için istenilen faz yapısı da elde edilmiş olur.

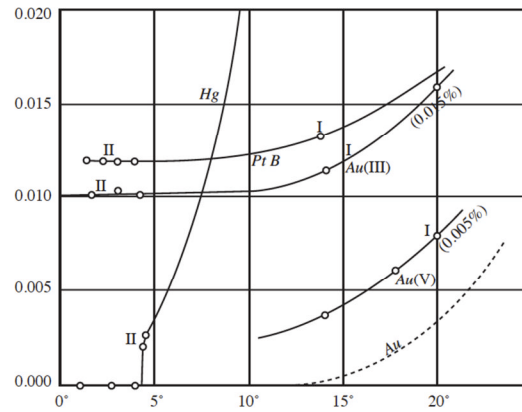
2- Yapay çivileme merkezi (Artificial pinning center): Bu üretim yönteminde de saf titanyum ve saf niyobyum kullanılmaktadır. Saf titanyum silindir (çap 20mm) içi boş saf niyobyum silindir (iç çap 20mm dış çap 30mm) içerisine konur. Sonrasında bu kompozit silindir ekstrüzyon ile 3mm çapa çekilir Ardından 1000°C ile 1300°C derece arasında herhangi sıcaklıkta ısıtım işlemi tabi tutulur. Bu esnada niyobyum, titanyum içerisine yayılır. Yayınma sonucu bu yayınma bölgesinin belli yerinde ve belli kalınlıkta istenilen alaşım oranı %46-50 Titanyum elde edilir. Saf titanyum ve niyobyum yapıda süperiletken akıyı iğneselleştirme görevi görür.

Bu çalışmada yukarıda bahsedilen iki üretim yönteminden farklı, kaplama ve yayındırma prensibine dayalı, yeni bir üretim tekniğinin geliştirilmesine çalışılmıştır. Grubumuzda geliştirilen, katodik-ark plazma esaslı yüzey işlem tekniği Al-Cu, Fe-Cu, Cu-Al ve Fe-Cr sistemlerinde alaşımlandırma, yarı kararlı fazların ve metallerearası bileşiklerin üretilmesi amacı ile kullanılmış ve çok başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Yöntemin prensibi, katodik ark plazmasının taban malzeme üzerine uygulanan bias voltajına bağlı olarak yarattığı etkilere dayanmaktadır. Katodik ark fiziksel buhar biriktirme sistemlerinde düşük bias voltajları altında kaplamanın gerçekleştiği, yüksek bias voltajlarında ise hızlanan iyonların yarattığı etkiler ile ısınma ve sıçratmanın sağlandığı bilinmektedir. Her iki işlemin (kaplama ve ısıtma) yerinde çevrimsel uygulanması ile kaplama ve yayındırma işlemlerinin bir arada gerçekleştirilmesi ve dolayısı ile taban malzemenin katodik ark etkisi ile buharlaştırılan metalle alaşımlanması sağlanabilmektedir. Aynı yöntemin Nb-Ti sisteminde kullanılarak süper iletkenlik gösteren Nb-47%Ti (ağırlık%) alaşımlarının üretilmesi, çalışmanın öncelikli amacıdır. Yöntemin başarılı olması halinde halihazırda var olan üretim tekniklerindeki termomekanik işlemlere ve uzun sürelerle gerek kalmadan Nb-Ti alaşımlarının tel veya folyo halinde üretimi mümkün olabilecektir.

2. SÜPERİLETKENLİK

2.1. Tarihçe

Metallerin ve alaşımların çoğu yeterli düşük sıcaklığa soğutulduğunda (kritik sıcaklık) elektrik direnci sıfıra iner [2]. Bu olaya *süperiletkenlik* denir. Süperiletkenlik ilk defa 1911 yılında Hollandalı fizikçi Kamerlingh Onnes tarafından bulunmuştur [3]. Helyumu sıvılaştırdıktan üç yıl sonra civa elementi ile çalışmalarında 4.2 K’de civanın sıfıra yakın elektrik direnci gösterdiğini bulmuştur [1]. Şekil 2.1’de Kammerlingh Onnes’un 1911 yılındaki ilk Solvay Konferansında sunduğu grafik görülmektedir[3].



Şekil 2.1 : Farklı elementlerin sıcaklığa bağlı elektrik dirençleri [3]

Altın ve platin düşük sıcaklığa kadar soğutulduğunda halen belli bir direnci vardır. Ancak 4 K’de civanın elektrik direnci nerdeyse sıfıra düşmektedir [1]

2.2. Süperiletkenliğin Oluşumu

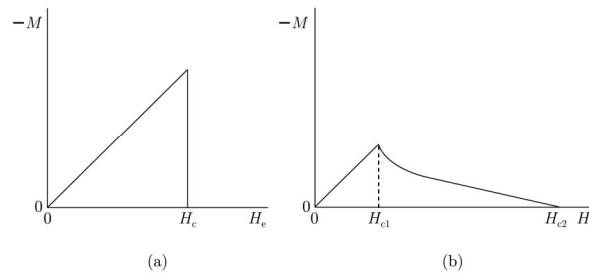
Süperiletkenlik bir malzemenin belli sıcaklığa (geçiş sıcaklığı veya kritik sıcaklık) soğutulduğunda elektrik direncinin sıfıra çok yaklaşması olarak tanımlanabilir. Ancak sonraları malzemenin elektrik direncinin sıfıra yaklaşması iyi bir iletken olduğu anlamına gelmediği anlaşılmıştır. Çünkü belli bir manyetik alan etkisinde malzeme süperiletken özelliğini yitirmektedir. Bu manyetik alana *kritik manyetik*

alan (H_c) denilmektedir. Sonraları malzemenin aslında süperiletkenlikten çok iyi bir diamanyetiklik gösterdiği anlaşılmıştır [3]. Bu diamanyetiklik olaya “*Meissner Etkisi*” denilmektedir. Bunun yanında yüksek manyetik alan etkisinde dahi yüksek akım taşıyabilen süperiletken malzemeler bulunmuştur. Bu özellikten yola çıkılarak süperiletkenler ikiye ayrılırlar:

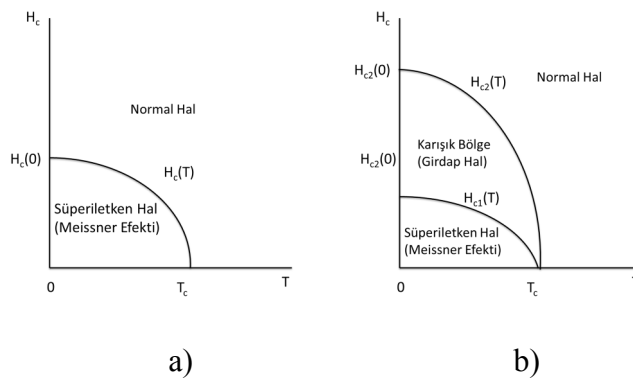
- 1- Tip-I süperiletkenler
- 2- Tip-II süperiletkenler

Yukarıda anlattığımız diamanyetiklik olayına uyan süperiletkenler Tip-I süperiletkenlerdir. Tip-II süperiletkenler yüksek manyetik alanda da süperiletken özelliklerini kaybetmediklerinden, yüksek akım taşımada tip-II süperiletkenler kullanılmaktadır [1-3]

Tip-I ve Tip-II süperiletkenler için kritik sıcaklık manyetik alana bağlı manyetizasyon grafikleri Şekil 2.2’de gösterilmiştir.



Şekil 2.2 : Manyetik Alana bağlı manyetizasyon (a) Tip-I süperiletkenler (b)Tip-II süperiletkenler [3]



Şekil 2.3 : Manyetik alan – sıcaklık diagramı (a) Tip-I süperiletkenler için (b) Tip-II süperiletkenler için [3]

Şekil 2.3 (a) ’de tip-I süperiletkenlerin $H_c(0)$ değerinin altında Meissner durumunda olduğu görülmektedir. Bu bölgede malzeme çok iyi bir diamanyetiklik gösterir.

Tip-II süperiletkenlere baktığımızda $H_{c1}(0)$ 'den sonra da süperiletkenlik bozulmamaktadır. $H_{c1}(0)$ ve $H_{c2}(0)$ arasında da malzeme süperiletkendir ki bu bölgeye *karışık bölge (girdap bölge)* denilmektedir. Ancak bu bölgede diamanyetiklik özellik yoktur, Meissner etkisi görülmemektedir. Yüksek akım taşımada tip-II süperiletkenler kullanılır. En çok kullanılan ve üretilen tip-II süperiletkenler arasında NbTi ve Nb₃Sn alaşımları vardır [1,2].

Çizelge 2-1 : Çeşitli Süperiletkenlerin Kritik Değerleri [3]

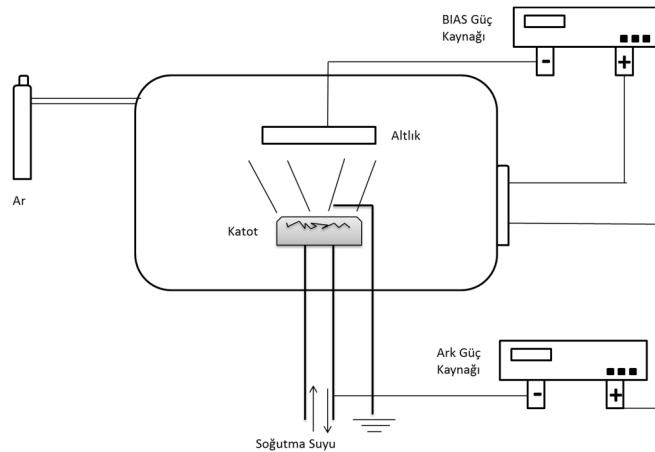
Superiletken malzeme		T_c (K)	$\mu_0 H_c(0)$ (mT)	$\mu_0 H_c(0)$ (mT)	$\mu_0 H_c(0)$ (mT)
Tip-I	Hg(α)	4.15	41	-	-
	In	3.41	28	-	-
	Pb	7.20	80	-	-
	Ta	4.47	83	-	-
Tip-II	Nb	9.25	199	174	0.404
	Nb ₃₇ Ti ₆₃	9.08	253		15
	Nb ₃ Sn	18.3	530		29
	Nb ₃ Al	18.6			33
	Nb ₃ Ge	23.2			38
	V ₃ Ga	16.5	630		27
	V ₃ Si	16.9	610		25
	PbMo ₆ S ₈	15.3			60
	MgB ₂	39	660		
	YBa ₂ Cu ₃ O ₇	93	1270		
	(Bi,Pb) ₂ SrCaCuO	110			
	Tl ₂ Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	127			
	HgBa ₂ CaCu ₂ O _x	128	700		
	HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₂ O _x	138	820		

3. KATODİK ARK FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME YÖNTEMİ

3.1. Tarihçe ve Çalışma Prensibi

Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yöntemi (Ark-FBB) fiziksel bir buhar biriktirme yöntemi olup buharlaştırma hedef malzemeden ark yardımıyla olur. Bu yöntem ilk olarak S.S.C.B’de L. P. Sablev tarafından 1970’lerde bulunmuştur. Buharlaşan malzeme altlık malzemeye inci film şeklinde birikir. Bu yöntemle çok geniş bir malzeme aralığında, seramik, metalik, kompozit buharlaştırma yapılabilmektedir [4,5]

Çalışma prensibi olarak *katoda (hedef malzeme)* düşük voltaj yüksek akım uygulanır. Uygulanan bu akım katot yüzeyinden anlık tetikleme ile topraklanır. Bu anlık oluşan ark tetik kalktıktan sonra anota (vakum odası) doğru devam eder. Bu esnada ark katot yüzeyinde dolaşmaya başlar. Arkın katot yüzeyinde devamlı dolaşması için dışarıdan bir elektrik alan uygulanır. Arkın etkisiyle buharlaşan ve iyonize olan hedef malzeme, *altlığa uygulanan negatif voltaj (bias)* yardımıyla hızlandırılır. Şekil 3.1’de Ark-fiziksel buhar biriktirme sistemi şematik olarak gösterilmiştir [4,5]



Şekil 3.1 : Katodik Ark FBB şematik görüntüsü

Arkın sürekli devam etmesi için minimum bir akım değeri vardır. Düşük ergime sıcaklığına sahip elementlerde (titanyum, bakır gibi) bu değer 50-100A, refrakter elementlerde 300-400A kadar çıkabilmektedir. Ark voltajı elektronların katottan

anota gitmesine göre değişir. Bu katodik ark sisteminin tasarımına bağlıdır. Genelde 15-100V arasında bir değerdir. Katotta oluşan arkın enerjisi aşağıdaki şekilde dağılım gösterir:

Isı	%34
Elektron çıkışı	%21
Buharlaşıma (atom ve makro partikül)	%3
İyonlara giden enerji	%23
Elektronlara giden enerji	%10

Katodik ark fiziksel buhar biriktirmenin zorluklarından birisi de arkın sürekli olması ve hareket karakteristiğidir. Bu zorluklar kaplama esnasında hedef malzemedен ergiyik ve sıvı partiküllerin çıkışını beraberinde getirir [4,5]

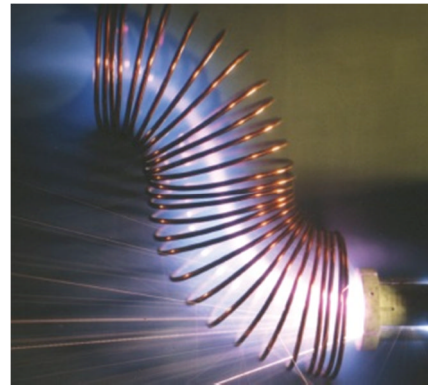
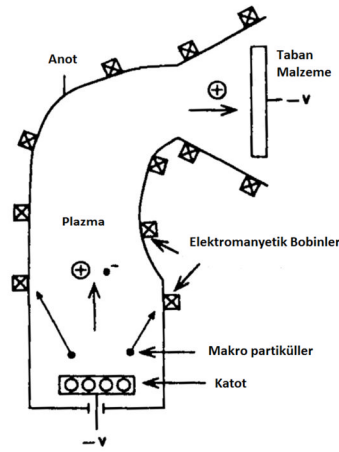
Ark, katot yüzeyinde düzensiz şekilde dolaşarak malzeme buharlaştırılıyorsa buna *düzensiz ark* denir. Ancak ark düzenli şekilde katot yüzeyinde dolaştırılıyorsa buna *düzenli ark* denir. Düzenli ark manyetik alan veya elektrik alanlar oluşturularak sağlanabilmektedir. Düzenli ark da, düzensiz arka göre daha az makro partikül oluşması sağlanır [4,5]

Arkın yüzeyindeki yüksek elektron yoğunluğundaki akım katot yüzeyinde ark spotu oluşturur. Spottaki elektronların akımı 30-300A, akım yoğunluğu 10^4A/cm^2 arasındadır. Eğer akım yoğunluğu çok yüksekse ark iki veya daha fazla spota ayrılır. Arkın hareketi esnasında katot spotu bir çukura, yüksekliğe veya elektronların biriktiği yerlere (oksitler, kalıntılar vb.) takılabilir. Bu takılma, oksiti veya kalıntıyı buharlaştıran kadar devam eder [4,5]

Katot yüzeyindeki arkın hareketi ortamdaki gaz, gazın bileşimine, basınca, katot malzemesine, katot malzemesinin bileşimine ve manyetik alana bağlıdır. Manyetik alan olmadığında ark tamamen düzensiz şekilde dolaşır. Eğer katot (hedef malzeme) geometrik olarak disk şeklinde olursa, ark çoğunlukla merkezde dolaşmaya başlayacak ve erozyon diskin ortalarında olacaktır. Düşük bir manyetik alan uygulandığında ark katot yüzeyinde dairesel fakat serbest halde bir yörünge izleyecektir. Ancak bu manyetik alan çok güçlü olursa ark hareketi manyetik alan açısına göre olur [4,5].

3.1.1. Makro Partiküller

Makro partiküller katot hedef malzemenin ergime, buharlaşma sıcaklıklarına ve arkın hareket rejimine bağlıdır. Düşük ergime sıcaklığı ve yavaş ark hareketi makro partiküllerin çıkmasına sebep olur. Partiküllerin önüne geçmek için manyetik filtrelenmiş ark sistemleri kullanılabilir. Belli bir açıyla yerleştirilen katottan gelen iyonlar manyetik alan etkisiyle altığa ulaşırken makro partiküller duvarlarda kalır [4]



Şekil 3.2 : Manyetik filtreli ark sistemi [5,6]

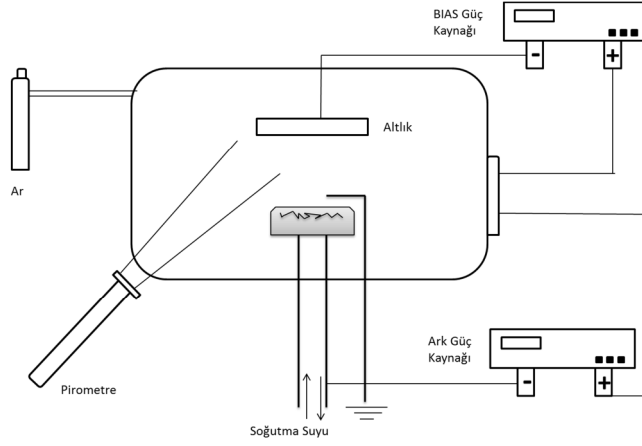
Makro partiküllerin önüne geçmenin diğer bir yöntemi ortamda inert gaz ile plazma oluşturmaktır. Hedef malzemeden çıkan makro partiküller yoğun plazma içerisine girdikleri anda tekrardan buharlaşacaklardır. Bu sayede sanki termal spreyci edilmiş olacaklardır.

3.2. Katodik Ark Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemiyle Yayındırma

Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yönteminde yayındırma yüksek bias voltajına dayanmaktadır. Belli sıcaklıkta farklı iki veya daha fazla metal termodinamik olarak faz diyagramına göre intermetalik veya katı eriyik yapabildiği bilinmektedir.

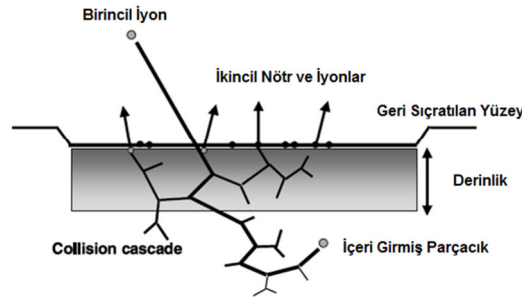
Katodik ark yönteminde kaplama malzemesi; arkın, katot (hedef malzeme) yüzeyinde dolaşmasıyla üretilmektedir. Bu yüksek enerjili ark, hedef malzemeyi buharlaştırmanın yanında aynı zamanda buharlaşan hedef malzemenin atom yörüngelerinden elektron kopararak artı yüklü katyona dönüşmelerini sağlamaktadır. Bias voltajının önemi burada devreye girmektedir. Artı yüklü iyonlar, negatif bias

geriliminin etkisiyle altlığa doğru hızlandırılmaktadırlar. Daha negatif bias voltajı, iyonların altlık malzemeye daha hızlı gitmesi demektir.



Şekil 3.3 : Katodik Ark FBB'ye adapte edilen yayındırma sistemi

Hedef malzemenin altlık malzemeye birikmesi sonrasında ısı iyon karışımı etkileri ile hedef malzeme altlık malzemeye yayılır. Difüzyonu etkileyen başlıca parametreler sıcaklık ve de iyon bombardımanıdır. İyon bombardımanı ile altlık malzemedeki oluşturulan kusurlar (dislokasyon gibi) difüzyona yardımcı olmaktadır(Şekil 3.4).



Şekil 3.4 İyon-Yüzey Etkileşimleri [7]

Yüksek biasda (500-1000V) altlık malzeme, hedef malzeme iyonlarının çarpmasıyla çok ısınır, buharlaşan malzemeler altlıkta serbest enerjilerini düşürecek soğuk bir yüzey bulamayacağından kaplanmadan yüzeyi terk edeceklerdir. Bunun yanında yüksek biasla sürekli gelen iyonlar bir önceki kaplanan tabakayı geri sıçratabilirler, hatta altlık malzemenin malzeme de sıçratabilirler. Bu olay altlık malzemenin öz ısına, kalınlığına, hedef malzemenin iyon yarıçapına, katot akımına bağlı olarak değişmektedir. Genel olarak baktığımızda iki farklı rejim vardır; kaplama rejimi ve geri sıçratma rejimi.



Şekil 3.5 : İTÜ Yüzey Teknolojileri Lab. Katodik Ark FBB Sistemi

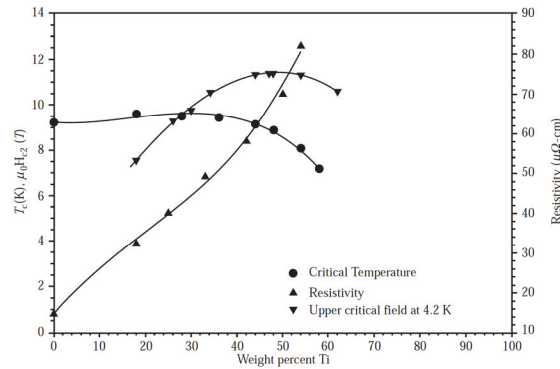
Ark-FBB sisteminde doğru akım, bias voltajı, bias süresi ve kaplama süresi uygulandığında ince kalınlıktaki ($<100\mu\text{m}$) altlıklarda alaşımlama yapılabilir. Şekil 3.3’de şematik olarak yayındırma sistemi gösterilmiştir.

Tüm yayındırma süresince altlık malzeme sıcaklığı kuarz cam arkasında pirometre ile ölçülür. Bunun yanında eğer gerekli ise sistemi inert gaz verilir. İntert gaz verilmesi yayınmaya dezavantajı vardır. Çünkü ortamdaki buharlaşan malzemelerin ortalama kat edeceği yolu azaltacağından yayınma verimi düşecektir. Ancak katot yüzeyinde sürekli bir ark rejimi oluşturamazsa inert gaz verilebilir.

4. NİYOBYUM-TİTANYUM ALAŞIM SİSTEMİ

4.1. Nb-Ti Fiziksel Özellikleri

Nb-Ti alaşımları geçiş metalleri ailesinin birer üyesidir; bunlar grup 4 (Ti, Zr, Hf), grup 5 (V, Nb, Ta) ve grup 6 (Cr, Mo, W). Grup 4 elementlerinin önemli özelliklerinden birisi yüksek sıcaklıklarda sıkı paket hekzagonal (sph) yapıda hacim merkezli kübik (hmk) kristal yapısına allotropik dönüşüm göstermesidir. Titanyum 882°C’de sph’den hmk kristal yapısına dönüşmektedir. Grup 5 ve Grup 6 metalleri hmk yapıda olduklarından yüksek sıcaklıklarda grup 4 elementleriyle β faz oluşturup oda sıcaklığında kararlı halde kalabilmektedirler. Birçok β alaşımı saf element haldeki süperiletkenlere göre (V, Nb, Ta) daha iyi süperiletkenlerdir. Ancak Nb-Ti ikili faz diyagramında niyobyumun titanyum içinde düşük çözünürlük bölgesi vardır. Bu faz sph yapıdaki α -Ti’dir ve atomik %2,5Nb ihtiva eder [1-3]



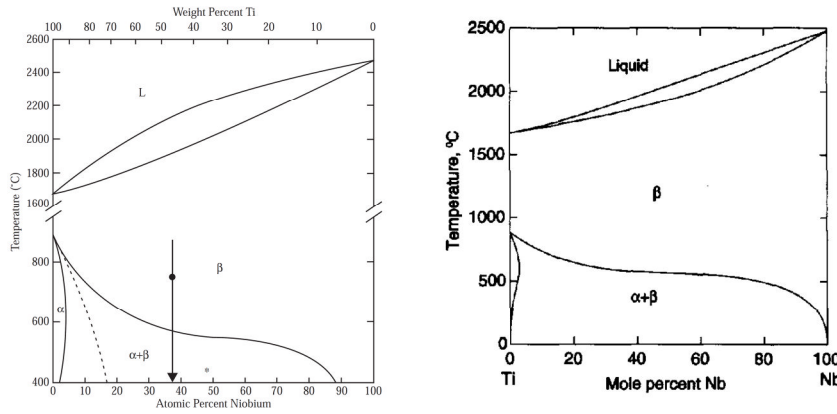
Şekil 4.1: Ağırlıkça Titanyum alaşımına göre Kritik sıcaklık, 4.2K’deki üst kritik alan ve de 293K’deki elektrik direnç grafiği [1]

Nb-Ti alaşımında, β fazı latis parametresi %2’den az bir oranla değişim gösterir. Bu değişim özellikle hmk yapıya bağlı fiziksel özelliklerin değişmesine yol açar; öz ısı, paramanyetiklik, kritik sıcaklık, termal uzama gibi. Titanyum miktarı arttıkça bu özellikler değişmektedir. Nb-Ti’nin öz ısı γ 1000 Jm⁻³K⁻², debye sıcaklığı 250 ile 300 K arasındadır. Ti kompozisyonuna göre Tc, ρ , ve Hc2 (üst kritik alan) değerlerinin değişimi Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Kritik sıcaklık değişimine

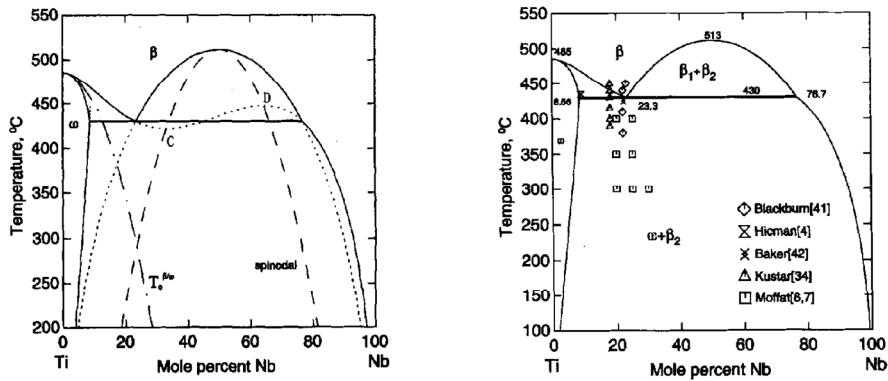
baktığımızda saf Nb (9.23K) ile Nb50Ti (8.5K) arasında yumuşak bir değişim görmekteyiz. Bu değişim Nb30Ti’de yükselmektedir (9.8K).

4.2. Nb-Ti Faz Diyagramı

Süperiletken Nb-Ti alaşımı üretiminde asıl amaçlanan homojen ve tek fazlı yapıyı bozup yerine çift fazlı yapı elde etmektir [7,8]. Faz diyagramına baktığımızda $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ dönüşümü ergime sıcaklığının çok altında meydana gelmektedir (Şekil 4.2). Bu difüzyonun çok yavaş olduğunu gösterir ki normal soğutma hızlarında $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ reaksiyonu oluşmayabilir [10].



Şekil 4.2 : Nb-Ti Faz Diyagramı [1,11]



Şekil 4.3: Nb-Ti faz diyagramı, solda kararsız fazlar ve sağda spinodal ayrışma[11]

Soğutma esnasında yarıkaraklı bir faz olan martenzit α' fazı çökebilir [12]. Aynı zamanda 100 ila 500 derece de yapılan tavlamalarda hekzagonal fazıda ω oluşabilir. Bunun yanında α'' fazı α' ile β arasında olan geçiş fazıdır [11]. Şekil 4.2’de Nb-Ti ikili faz diyagramları gösterilmiştir. Nb-Ti sistemi aynı zamanda spinodal ayrışma

gösterir. Şekil 4.3’de kararsız fazların çökme sıcaklıkları ve de spinodal ayrışma faz diyagramı verilmiştir.

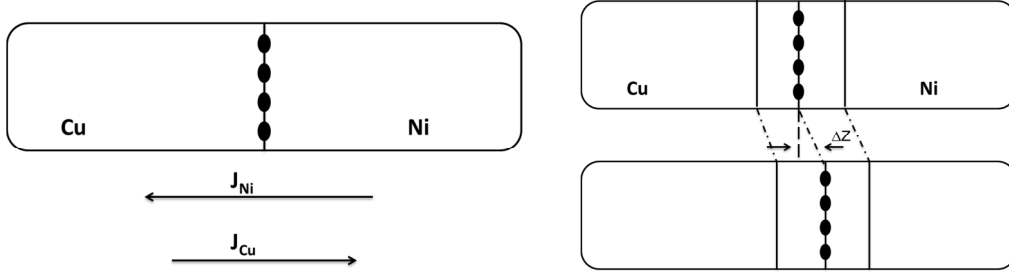
Çizelge 4-1: Nb-Ti kristolografik veri [11]

Faz	Kompozisyon (ağ% Nb)	Pearson Sembolü	Uzay grubu
β NbTi	0-100	cI2	Im3m
α Ti	0-4.7	hP2	P6 ₃ /mmc
Kararsız Fazlar			
α' Ti	0-9	hp2	P6 ₃ /mmc
α'' Ti	14-43	oC4	Cmcm
ω	16-45	hp3	P6/mmc
τ	26-41	bct	...

4.3. β -NbTi Fazı Difüzyon Mekanizması

4.3.1. Yeralan Atomların Difüzyonu

Yeralan atomların difüzyonunda atom çiftinin atomları yaklaşık aynı büyüklükte olması beklenir. Örnek olarak Cu ve Ni çiftini ele alalım. Cu ve Ni atomlarının büyüklükleri yaklaşık olarak aynı büyüklüktedir ve birbirlerini yeralan katı eriyik oluşturacak halde tamamen çözebilirler. Bu sebeple bu atomların hareketliliğinin birbirlerine benze olması beklenmektedir. Şekil 4.4’de gösterilen difüzyon çiftinde Cu atomlarının hareketi sağa Ni atomlarının hareketi sola doğru olacaktır. Genellikle yeralan atomların ters yöndeki karşılıklı hareketleri aynı hızlarda gerçekleşmez. Bu durum için Ni atomlarının sola daha hızlı hareket ettikleri düşünülmüştür. Bu durumda belirli bir süre sonra karşılıklı atom difüzyonu sonucu Ni atomlarını daha hızlı yayınmasından ötürü araya bırakılan difüzyon bariyerlerinin sağında soluna madde transferi olacaktır. Bariyerlerin sol tarafındaki latis genişlerken sağ tarafındaki latis daralacaktır. Bu yüzden difüzyon bariyeri sağa doğru kayacaktır. Bu tür atomların farklı hızlarda difüzyonu ile bir latisin diğeri pahasına genişlemesi olayına “*Kirkendall Etkisi*” adı verilir (Şekil 4.4) [7,14].

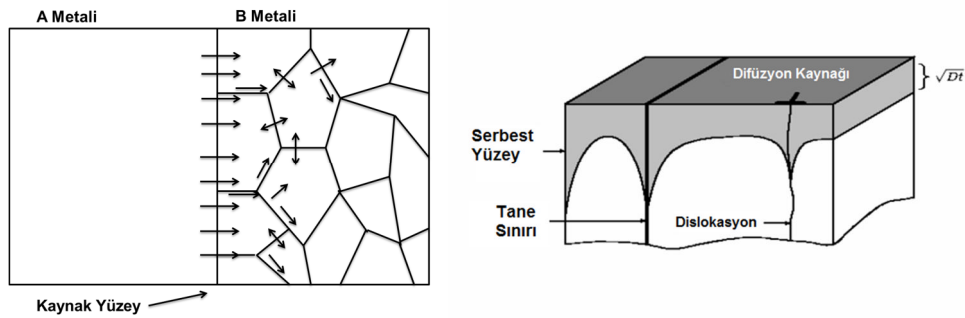


Şekil 4.4: Kirkendall Hareketi [14]

4.3.2. Yüzey ve Arayüzey Difüzyonu

Çok kristalli malzemeler içinde atom hareketi sadece tane içi difüzyonu ile sınır değildir. Atom hareketi tane içi difüzyonunun yanında yüzeylerde ve tane sınırları boyunca da olabilir. Serbest yüzeyler ve tane sınırları nispeten daha kararsız bölgeler olduğundan atom hareketleri daha kolay olabilmektedir. Bu sebeple difüzyon katsayısı yüzey ve tane sınırlarında tane içi difüzyona oranla daha yüksektir. Özellikle malzemelerin tane yapısı küçük ise tane sınırları alanı yüksek olacağından tane sınırları difüzyonu toplam difüzyona önemli ölçüde katkıda bulunur. Sürünme dayanımının da küçük taneli yapılarda düşük olmasının nedeni budur.

Serbest yüzeylerdeki atomların çok yüksek hızlardaki hareketlerinden dolayı birçok metalurjik olayda yüzey difüzyonu çok önemli bir yer işgal eder. Tane sınırlarındaki difüzyon kristal içindeki difüzyondan çok daha yüksek hızlarda olmaya meyledir. Ancak bir diğer gerçek ise tane sınırlarından kristal içine doğru sürekli bir atom hareketinin söz konusu olmasıdır [7,14].



Şekil 4.5: Tane Sınırı Difüzyonu [14,15]

Şekil 4.5’de A ve B metallerinin çok kristalli malzemeler olduğu düşünülmüştür. Tane sınırına paralel olan oklar tane sınırları boyunca olan difüzyonu, tane sınırlarını kesen oklar ise tane sınırlarından kristal içine yayılan atomların yönünü temsil etmektedir.

4.3.3. B2 Strukturbericht İntermetaliklerde Difüzyon

β -NbTi fazı, *strukturbericht*'i B2 olan bir intermetaliktir. B2 yapıları örnek olarak CuZn (β -pirinç) ve de yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılan NiAl intermetalikleri verilebilir [7].

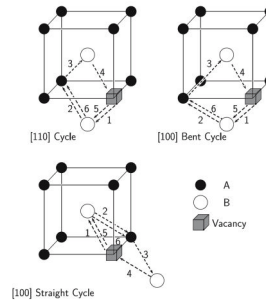
B2 fazında difüzyon boşluk hataları ile olmaktadır. B2 yapısı iki pirimitiv alt kafese sahiptir. Stokiyometrik olarak kusursuz bir B2 yapısında A atomları bir alt kafese, B atomları diğer alt kafese yerleşirler. Böylece her A atomunun etrafında sekiz B atomu, aynı şekilde her B atomunun etrafında sekiz A atomu yer almış olur. B2 intermetaliklerde difüzyonun birkaç yaklaşımı vardır:

- **Altılı-Zıplama Döngüsü:** Bu mekanizmada iki elementin difüzyon katsayısına bağlıdır. Bu katsayı $q=2.304$ 'dür. Şekil 4.6'da şematik olarak gösterilmiştir.

-

- < - <

Denklem 4.1

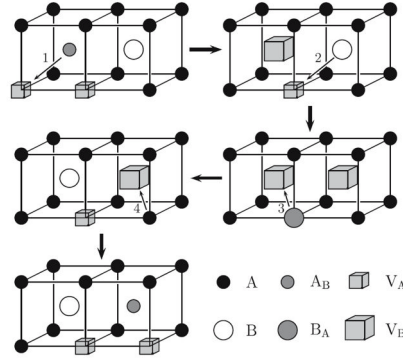


Şekil 4.6: B2 yapısında altı zıplama difüzyonu [7]

- **Üçlü hata mekanizması:** Burada mekanizma latislerdeki boşluklara bağlıdır. V_A A latisindeki boşluk V_B B latisindeki boşluk demektir. Üçlü hata uyumsuzluğu kompozisyonu değiştirmez. Şekil 4.7'de şematik olarak gösterilmiştir.

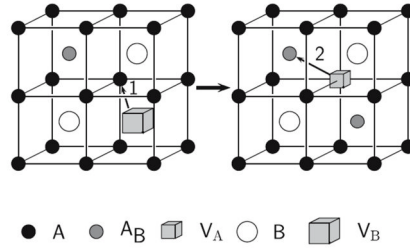
+ = 2 +

Denklem 4.2



Şekil 4.7 B2 yapısında üçlü hata difüzyonu [7]

- **Yapı dışı köprü mekanizması:** Bu difüzyon mekanizmasında boşluklarla antisite atomlar yer değiştirmektedir. B2 fazlarda anti site hataları köprü oluşturmaktadır. Şekil 4.8’de bu mekanizma şematik olarak gösterilmiştir.

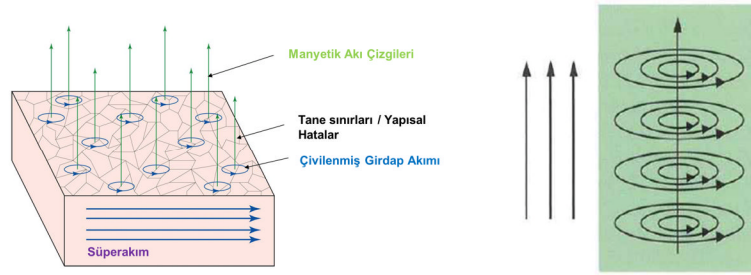


Şekil 4.8 Yapı dışı köprü mekanizması [7]

4.4. Süperiletken Nb-Ti Üretimi

4.4.1. Giriş

NbTi süperiletken alaşımı tip-II süperiletken malzemesidir. Tip-II süperiletkenler genellikle alaşım veya bileşik haldedirler [3]. Tip-I süperiletkenlere göre mekanik özellikleri daha iyidir. Tip-II süperiletkenler, özellikle NbTi, yüksek manyetik alana ihtiyaç duyulan yerlerde kullanılmaktadırlar. Kullanım esnasında girdap fazında (karışık bölge) bulunurlar[2,3].



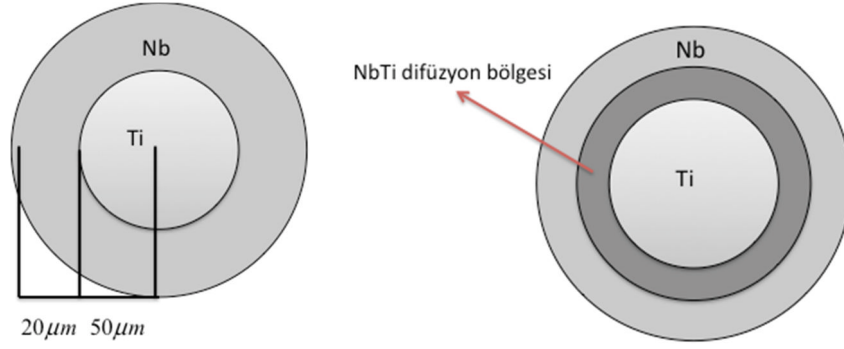
Şekil 4.9: Girdap oluşumunun şematik gösterimi [2] [11]

Şekil 4.9’da girdap fazını açıklayan şematik bir resim gösterilmektedir. Tane sınırları ve de süperiletken olmayan fazlar girdap oluşturmaktadır. Girdap gelen akıyı çivilemektedir. APC yöntemiyle üretilen süperiletkenlerin isimi de buradan gelmektedir [2,16]. Deneysel olarak Tip-II süperiletkenlerdeki girdap fazı 1957 yılında Rus fizikçi Alexei Alexeyevich Abrikosov tarafından keşfedilmiştir [1,2]. Bunlara aynı zamanda Abrikosov vortex lattice’de denilmektedir. Bu keşifle Abrikosov 2003’de fizik dalında Nobel ödülü almıştır.

Bu sayede Tip-II süperiletkenler yüksek manyetik alan etkisinde yüksek akım taşımada ve güçlü mıknatıs olarak kullanılabilirler. Nb-Ti alaşımına baktığımızda süperiletkenliği etkileyen parametreler, Nb-Ti alaşım oranı ve de ikinci fazın, geleneksel üretim yönteminde α -Ti, difüzyon yönteminde saf Nb ve saf Ti, boyutu ve dağılımıdır [17].

4.4.2. Geleneksel Nb-Ti Tel Üretimi

Geleneksel üretimde başlangıç malzemesi olarak Nb-47Ti bileti kullanılır. Bu biletin çapı 200mm ile 500mm arasında değişmektedir. Biletin çapı sıcak ekstrüzyon ile 150mm ye kadar indirilir. Bu ekstrüzyon 870°C’de 2 saat sürer; Nb47Ti alaşımının tamamı β fazına alınır. Bundan sonra belli adımlarla (belli genleme değerleri) alaşımın çapı küçültülür. Her adımda malzeme yavaşça soğutulur. α -Ti’ler tane sınırlarından çökmeye başlarlar. Hızlı soğuma yarı kararlı ω ve de martenzitik α -Ti fazların çökmesine neden olur ki bu fazlar süperiletkenliği olumsuz yönde etkiler [18]



Şekil 4.12: Nb-Ti Katı katı difüzyonu

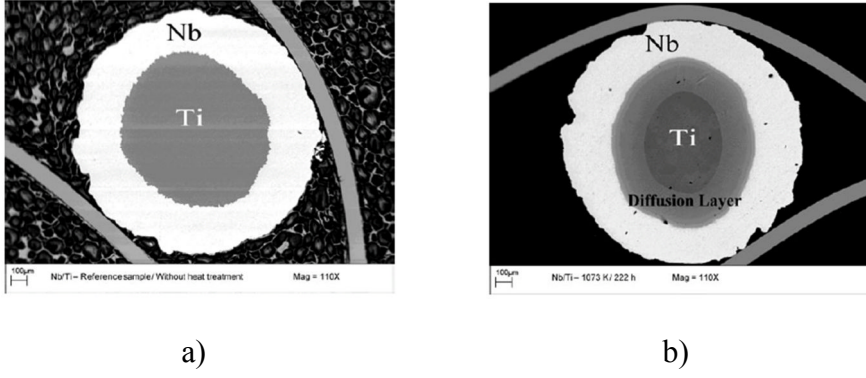
Kompozit mantığındaki üretimde saf niyobyum boru ile saf titanyum çubuk kullanılmaktadır. Şekil 4.12’de kesitten görüldüğü üzere saf titanyum silindir (çap 20mm) içi boş saf Niyobyum silindirin içerisine konur. Sonrasında bu kompozit silindir ekstrüzyon ile çekilir [20-23]. Sonrasında 900°C ile 1300°C derece arasındaki herhangi sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulur. Bu esnada Niyobyum Titanyum içerisine yayınır. Difüzyon sonucu bu difüzyon bölgesinin belli yerinde belli kalınlıkta istenilen alaşım oranı %46-50 Titanyum elde edilir [24]. Difüzyon yöntemi geleneksel üretim metoduna göre daha ucuzdur. Çünkü alaşım oluşturmak için gerekli ergitme prosesleri yoktur. Bunun yanında pinning oluşturmak için yapılan ısıl işlem adımlarına da gerek yoktur [25].

Literatürde sıcaklık 1173-1973 K sıcaklıklar arasında farklı sürelerde yayındırma yapılarak üretilen süperiletken Nb-Ti alaşımları vardır. Nb-Ti difüzyonunda Nb, Ti’nin içine yayınmaktadır. Ayrıca 1073K’de 1025K’e göre 9 kat daha hızlı bir difüzyon vardır [26,27].

4.4.3.1. Literatürdeki Artifical Pinning Center – Difüzyon Yöntemi ile Üretilen Nb-Ti Süperiletkenler

Çalışmada APC-Difüzyon yöntemine alternatif getirilmek istediğinden literatür araştırmaları bu konu üzerinde yoğunlaştırılmıştır.

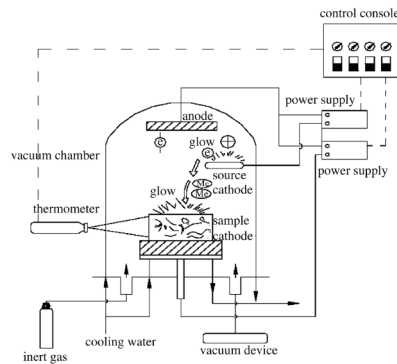
Şekil 4.13’de Cristina Bormio-Nunes’un çalışması görülmektedir. Çalışmalarında başlangıç malzemesi olarak 20mm çapında saf titanyum (Grade 2) billet ve dış çapı 30mm niyobyum (%99,98 saflıkta) tüp kullanmışlardır. Birbiri içerisine geçirilen Nb-Ti kompoziti 5mm çapa çekildikten sonra etrafı bakır ile sarılmıştır. Sonraki aşamada 2.8mm’ye çekilmiştir. Bakır çıkarıldıktan sonra Nb-Ti kompozit 1.3mm çapa inmiştir.



Şekil 4.13: Bormio-Nunes ve grubunun 1073K’de 222saat ısıtıl işlem uygulanmış Nb-Ti kompoziti a)öncesi b)sonrası [19]

Yayındırma çalışması için 10mm uzunluğunda numuneler alınmıştır. Bu numunelere 1023K ve 1073 K’de sıcaklıklarında 16 saat ile 256 saat arasında farklı sürelerde yayındırma yapılmıştır. Süperiletkenlik ölçümü için 1023K sıcaklıkta 150 saat ısıtıl işleme gören ve de 0,610mm çapa çekilen numune seçilmiştir. Bu numunede kritik sıcaklık 10K üst kritik alan 6T olarak ölçülmüştür [23,27]

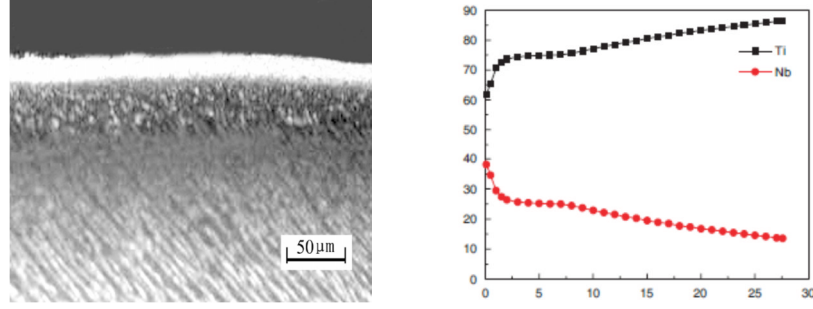
Wang ve arkadaşlarının çalışmasında patentlerini aldıkları double-glow plazma yüzey alaşımlandırma teknolojisi kullanılmıştır (Şekil 4.14). Saf niyobyum hedef malzeme kullanılarak, argon gazı ile sıçratılmıştır. Aynı zamandan altlık malzemeye de negatif voltaj uygulanmıştır. Altlık malzeme 3mm kalınlığında 12mm çapında saf titanyum olarak seçilmiştir. İşlem parametreleri; hedef malzemeye 650-1000V, altlık malzemeye 360-500V gerilim uygulanmıştır. İşlem sıcaklığı kızıl ötesi pirometre ile ölçülmüş 900°C ile 1100°C derece arasında değişmiştir. Sonrasında yüzeyi niyobyum ile modifiye edilen titanyuma 900°C’de 100 saat oksidasyon testi uygulanmıştır [28].



Şekil 4.14: Double-glow plazma yüzey alaşımlandırma vakum sistemi

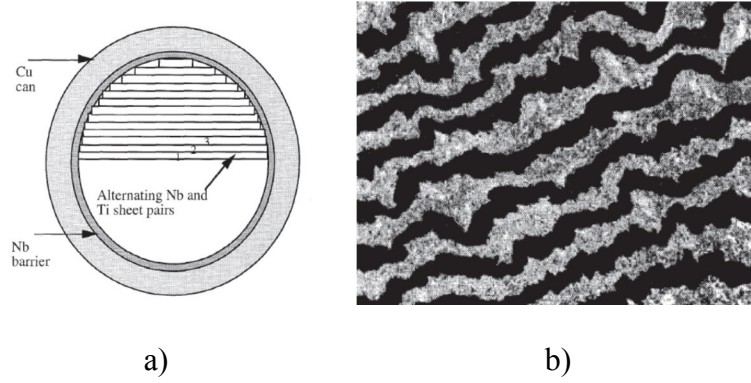
Şekil 4.15’de niyobyum modifiye edilmiş titanyum yüzeyi ve de yüzeyden içeriye doğru niyobyum konsantrasyonu verilmiştir. EDS analizlerinde yüzeyde ağırlıkça

%40 Nb olduğu analiz edilmiştir. Ayrıca XRD analizleriyle titanyumun niyobyum ile katı eriyik yaptığı görülmüştür.



Şekil 4.15: Wang ve arkadaşlarının yaptığı çalışma derinliğe bağlı Nb değişimi [28]

Wong ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 0.381mm kalınlığındaki niyobyum ve 0.528-0.879mm aralığında değişen titanyum levhalar 57mm çapındaki silindirik bakır tüpe yerleştirilmiştir (Şekil 4.16) [29].

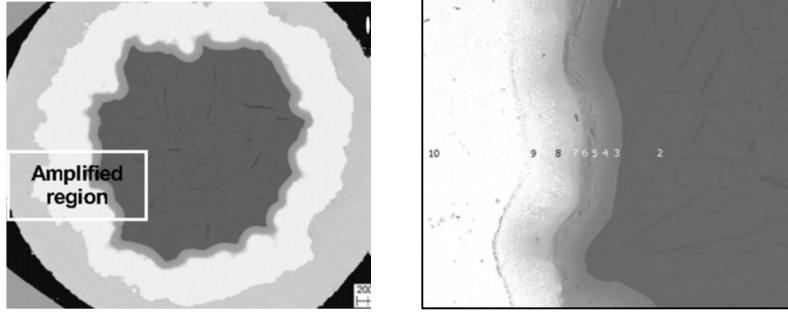


Şekil 4.16 : Wong ve grubunun ürettiği Nb-Ti süperiletken tel a)şematik gösterim b)mikroyapı elektron mikroskobu görüntüsü [29]

Tüp içerisindeki ve levhalar arasındaki boşlukları gidermek için ekstrüzyondan önce bakır tüp 448.9 MPa basınçla soğuk izostatik preslenmiştir. Preslemeden sonra yapı 2 saat difüzyon sıcaklığında beklenilmiş sonrasında çap 12.5mm'ye çekilmiştir. Makalede sıcaklıkla ilgili herhangi değer vermemişlerdir [29,30].

Bormio-Nunes'in diğer bir çalışmasında Nb-12Ta at.% Ta ile titanyum difüzyonu çalışılmıştır. Amaçlanan tantulyumun akı çivilemesine etki edip üst kritik alanı yukarı çekmektir. Deneysel çalışmada Nb-12Ta at.% Ta ve titanyum kompoziti hazırlanmıştır. Bu kompozit 0.64mm çapa çekilmiştir. Isıl işlem parametreleri sıcaklıklar 700°C 750°C ve 850°C ve süre 120 saat olarak belirlenmiştir. Yayınma bölgesi elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Yayınan bölgenin elementel analizi

EDS ile yapılmıştır. Şekil 4.17’de difüzyon bölgesi görülmektedir; siyah bölge titanyumca zengin beyaz bölge Nb-12Ta’ca zengin bölgedir [22].



Şekil 4.17: Bormio-Nunes ve grubunun yaptığı Nb-Ti-Ta difüzyon çalışması difüzyon bölgesi [22]

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Niyobyum-Titanyum ikilisi yayındırma konusu olarak grubumuzda ilk defa çalışılan malzeme çiftidir. Bundan önceki çalışmalar (Fe-Cr, Al-Cu) yüzeyi modifiye amaçlı olmuştur. Ancak bu çalışma 40µm kalınlıkta folyo ve 100 µm çapında titanyum teller kullanılarak tüm yapıyı alaşımlandırma ve alaşımlama kontrolü üzerinedir. Deneysel sonuçlarda anlatılan çalışmalar yaklaşık yüze yakın denemenin sonucudur.

Deneysel çalışmalarda katodik ark fiziksel buhar biriktirme sistemi kullanılarak %99.9 saflıktaki titanyum 40±5µm kalınlıktaki folyo ve 100µm çapındaki tellere niyobyum kaplanmış ve yayındırılmıştır. Bazı numunelere 900°C’de farklı sürelerde vakum ortamında ısıtma işlemi uygulanmıştır. Folyo ve tellerin kaplamaları ve Nb-Ti difüzyon bölgeleri detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Altlık malzeme olarak titanyum seçilmiştir. Bunun sebebi maliyeti düşük olan malzemeyi altlık olarak seçmek, maliyeti yüksek olan malzemeyi hedef malzeme olarak seçmek daha mantıklıdır. Bunun yanında niyobyum metali titanyumun içerisine daha hızlı bir yayınma kinetiğine sahip olduğundan hedef malzeme niyobyum, altlık malzeme titanyum olarak seçilmiştir.

Katodik ark FBB’de yayındırma, önceki bölümlerde anlattığımız gibi numuneye çevrimli olarak uygulanan düşük ve yüksek bias ile olmaktadır. Öncelikle düşük bias değerlerinde altlık üzerine hedef malzemenin birikmesini sağlar. Sonrasında uygulanan yüksek bias ile düşük biasda biriktirilen kaplama altlık malzemeye yayınması sağlar. Bu çevrimsel olarak devamlı uygulanır. Yayınma, yüksek bias’ın getirdiği iyon bombardımanı ve de altlık malzemenin sıcaklığını artırması etkilerine dayanmaktadır. Bunun yanında ince kalınlıktaki titanyum malzemelerle çalıştığımızdan sabit bias voltajı ile işlem gören altlıklarımızda da yayınma olduğu görülmüştür.

5.1. Nb-Ti Folyo ve Tellerin Üretimi

Yayındırma işleminden önce titanyum folyolar ve teller ön temizlik olarak 30 dk ultrasonik titreşimli ortamda asetonda temizlenmiştir. Ardından temizlenen altlıklar titanyum tutucuya yerleştirilip vakum odasına konulmuştur. Vakum odası 5×10^{-5} torr basınç değerine kadar vakuma alınmıştır. Sonrasında altlık malzemenin yüzeyindeki oksitlerin ve kirlilikleri giderilmesi için argon plazmasında -1000V bias uygulanarak temizlenmiştir.

Titanyum folyolar ve teller farklı toplam sürelerde çevrimli olarak farklı kaplama voltajı ve yayındırma voltajı değerlerinde işlem görmüştür. Değişken kaplama ve yayındırma voltajı uygulanan numunelerimizde kaplama voltajı -250 Volt'dan aşağı seçilmemiştir. Çünkü titanyumun sıkı paket heksagonal kristal yapısından hacim merkezli kübik kristal yapıya geçiş sıcaklığı 882°C 'dir. Bu sebeple altlık sıcaklığını 882°C 'de tutmak için en az -250V bias ile çalışılması gerekmiştir. Yayındırma biasları 650V, 750 V ve 850 V seçilmiştir.

Yayındırma işleminin mantığına dönecek olursak, örnek olarak “250 Volt 60sn Kaplama, 750 Volt 15sn. Yayındırma” dediğimiz zaman anlaşılması gereken şudur: 60sn. boyunca -250 Volt bias değerinde niyobyum kaplanıyor, 60sn.'nin sonunda bias voltajı -750 Volt değerine çıkarılıyor ve -750 Volt değerinde 15sn bekleniyor. Bu esnada (15sn boyunca) önceki 60sn. süresince kaplanan Nb tabakası -750 Volt'un getirdiği sıcaklık artışı ve iyon bombardımanı etkisiyle altlık malzemeye yayınıyor. 15 sn.'nin sonunda bias voltajı tekrar -250 Volt değerine indiriliyor ve tekrar 60sn. malzeme kaplanıyor, 60sn.'nin sonunda tekrar -750 Volt değerine çıkılıp yayındırma işlemi yapılıyor. Bu çevrim 60 dk. boyunca devam ettiriliyor.

Çizelge 5-1: Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Titanyum Folyolar

Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Titanyum Folyolar	
Negetif Bias Voltaj Değerleri	Süre
-60 VOLT	60 dk
-120 VOLT	60 dk

Çizelge 5-2: Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar

Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Tek Yüzeyden Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar			
Kaplama Voltajı / Süre	Yayındırma Voltajı / Süre	Çevrim Süresi	Toplam Süre
250 VOLT / 60 sn	750 VOLT 15 sn	75 sn	60 dk
250 VOLT / 60 sn	850 VOLT 15 sn	75 sn	60 dk
250 VOLT / 30 sn	850 VOLT 15 sn	45 sn	60 dk
250 VOLT / 15 sn	850 VOLT 15 sn	30 sn	60 dk

Çizelge 5-3 Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Her İki Yüzeyden Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar

Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Her İki Yüzeyden Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar				
Kaplama Voltajı / Süre	Yayındırma Voltajı / Süre	Çevrim Süresi	Numune Çevirme	Toplam Süre
250 VOLT / 60 sn	850 VOLT 15 sn	75 sn	60dk süreyle bir yüzey, 60 dk süreyle bir yüzey	120 dk
250 VOLT / 30 sn	850 VOLT 15 sn	45 sn	10 dk'da bir 180° döndürme	90 dk

Çizelge 5-4 Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Teller

Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Teller	
Negetif Bias Voltajı Değerleri	Süre
-20 VOLT	60 dk
-150 VOLT	30 dk
-350 VOLT	30dk

Fiziksel buhar biriktirme parametrelerine baktığımızda; katot akımı sabit 120 Amper olarak seçilmiştir. Bias voltajı doğru akım rejiminde uygulanmıştır. Kaplama esnasında arkın katot yüzeyinde sürekli olabilmesi için ortama 25 sccm Argon gazı verilmiştir. Kaplama ve yayındırma işlemi esnasında vakum odası basıncı 5×10^{-4} torr basınç değerinde olmuştur. İşlem süresince numunelerin sıcaklıkları kızılötesi pirometre ile ölçülmüş ve bilgisayar ortamında kaydedilmiştir.

5.2. Nb-Ti Folyo ve Tellerin Isıl İşlemi

Üretilen bazı folyo ve tellere 900°C’de farklı sürelerde vakum ortamında ısıtıl işlem uygulanmıştır. 900°C sıcaklık, titanyumun hacim merkezli kübik faza geçiş sıcaklığının biraz üzeri sıcaklık olduğu için seçilmiştir.

Isıl işlemler vakum fırınında 3×10^{-5} torr basınçta yapılmıştır. Bu vakum seviyesinden sonra 10°C/dk hızla 900°C’ye ısıtılmış farklı sürelerde (15dk, 240dk) beklenilmiştir. Soğuma esnasında 10°C/dk hız ile oda sıcaklığına inilmiştir.

Çizelge 5-5: Isıl İşlem Uygulanan Numuneler ve Isıl İşlem Süreleri

900°C’de Isıl İşlem Yapılan Numuneler ve Süreler	
Numune	Süreler
Sabit 60 Volt Bias’da İşlem Gören Titanyum Folyo	15 dk
	240dk
Sabit 150 Volt Bias’da İşlem Gören Titanyum Tel	240 dk

5.3. Nb-Ti Folyoların Karakterizasyonu

Nb-Ti folyoların difüzyon bölgelerinin incelenmesi için kesitten elektron mikroskobu ile inceleme yapılmıştır. Ayrıca elementel analiz için kesitten EDS analizleri yapılmıştır. Oluşan fazların belirlenmesi için x-ışını difraktometresinden faydalanılmıştır..

5.3.1. Nb-Ti Fazların Tayini

Nb-Ti katı eriyik fazının ve de niyobyumun titanyum difüzyon bölgesinde oluşan fazları tayin etmek için Philips PW-3710 model XRD cihazı kullanılmıştır. İşlem voltaj ve akım değerleri sırasıyla 40kV ve 40mA olarak belirlenmiştir. X-ışını radyosyunu olarak Cu K α kullanılmıştır. Kaplama kalınlığı ve difüzyon bölgesi 10 μ m’den fazla olduğu için difraksiyonlar gonio tarama tipiyle alınmıştır. Elde edilen difraksiyonlar “Uluslararası Kırınım Veri Merkezi” 2003 yılı PDF-2 verileriyle karşılaştırılmıştır.

5.3.2. Nb-Ti Mikroyapı İncelemesi

Nb-Ti folyoların difüzyon bölgesinin incelenmesi için kesitten epoksi reçineye alınmıştır. 320 grid SiC zımparadan başlayarak sırasıyla 600, 800, 1000, 1200, 2500,

4000 gridlik zımparalarla zımparalanmıştır. Sonrasında 9µm elmas pastadan başlayarak sırasıyla 6 µm 3 µm en son 1 µm elmas pastalar ile parlatılmıştır. Parlatma işleminden sonra Nb-Ti alaşımı için olan HF, HNO₃, H₂O dağlama çözeltisinde 1dk dağlanmıştır. Numunelerin yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu incelemesi için 45sn FBB ile altın kaplanmıştır Difüzyon bölgesi ve mikroyapılar Jeol JSM-5410 marka elektron mikroskobunda ikincil elektron ve geri saçılan elektron görüntü modlarında incelenmiştir. Elektron mikroskobu çalışma parametreleri; hızlandırma voltajı 15kV, filaman akımı 60µA, çalışma mesafesi 20mm olarak belirlenmiştir.

5.3.3. Nb-Ti Difüzyon Bölgesi Elementel Analiz

Elementel analizler için JEOL JSM-5410 marka elektron mikroskobuna adapte edilmiş Noran Instruments Freedom marka EDS cihazı kullanılmıştır. EDS çalışmaları esnasında elektron mikroskobu parametreler 15kV hızlandırma voltajı, 20mm çalışma mesafesi, 60µA filaman akımı olarak seçilmiştir.

6. DENEYSEL SONUÇLAR

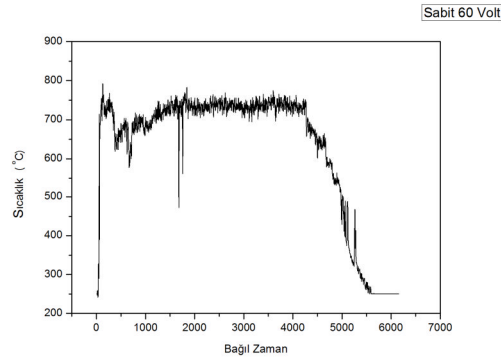
Deneysel sonuçlarda Niyobyum Titanyum difüzyon bölgeleri ve faz yapıları farklı BIAS voltajlarına ve sıcaklıklara bağlı olarak incelenmiştir. Bu farklı koşulların Nb-Ti difüzyonuna nasıl etki ettiğinin anlaşılması temel amaçtır.

6.1. Sabit Bias Voltajında Niyobyum Yayındırılan Titanyum Folyolar

Bu deney serisinde sabit bias voltajlarıyla çalışılmıştır. Seçilen bias voltajları -60 Volt ve -120 Volt'tur.

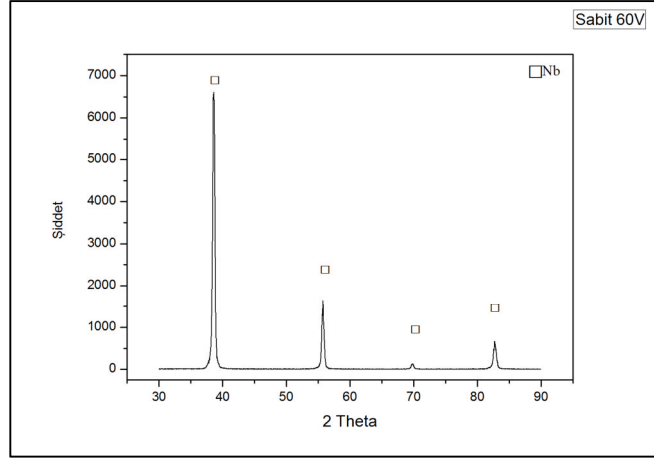
6.1.1. Sabit 60 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Folyo

Deneyde yayındırma ve kaplama voltajlarını değiştirmeden sabit 60 Volt bias ile titanyum folyo işlem görmüştür. İşleme başlanıldığı anda bias voltajı 0 Volt'dur. 15 dk.'da bias voltajı adım adım arttırılarak 60 Volt değerine çıkartılmıştır. Sonrasında bu değer 60 dk süreyle beklenmiştir. 60 dk.'nın sonunda yine bias 15 dk sürede 0 Volt değerine indirilmiştir. 60 dk'lık işlem süresince numune sıcaklığı 750-850°C dolaylarındadır (Şekil 6.1).



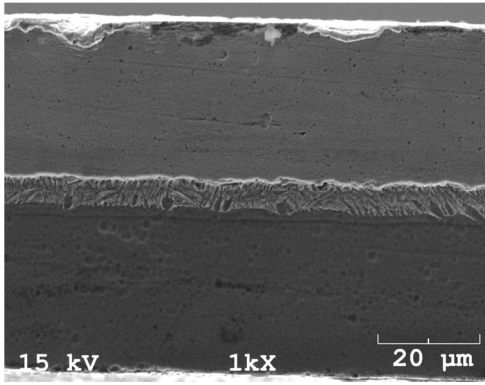
Şekil 6.1: Sabit 60 Volt bias voltajı altında yayındırma yapılmış numune sıcaklık değişimi

0 Volt değerine 15 dk'da inildiği için düşük bias değerlerinde niyobyum kaplanmıştır. X-ışını çalışmalarında kaplama kalın olduğu için x-ışını Nb-Ti difüzyon tabakasına inememekte ve elde edilen pikler niyobyum kaplamaya ait olmaktadır (Şekil 6.2).

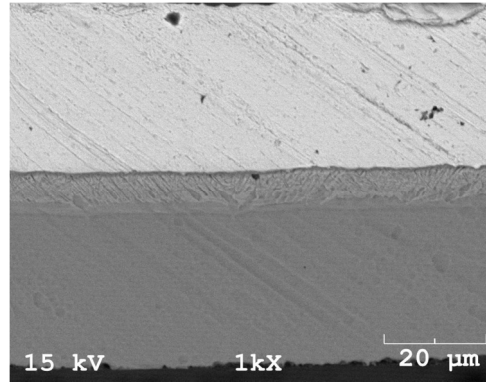


Şekil 6.2: Sabit 60 Volt işlem gören titanyumun x-ışını faz analizi

Kesitten elektron mikroskobu görüntülerine baktığımızda niyobyum ve titanyum arasında çok ince bir difüzyon bölgesi görülmektedir (Şekil 6.3). Geri saçılan elektron görüntüsünde niyobyumun titanyuma yayındığı görülmektedir.



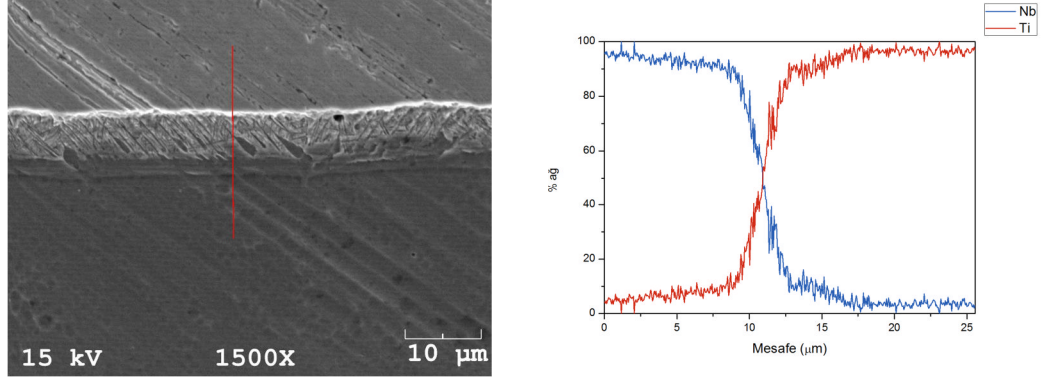
a)



b)

Şekil 6.3: Sabit 60 Volt işlem gören titanyum folyonun a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü

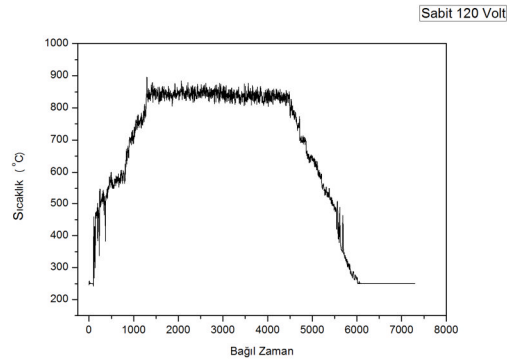
Şekil 6.4’de görüldüğü üzere niyobyum titanyum ara geçiş bölgesinde belli bir niyobyum konsantrasyonu vardır. Difüzyon bölgesinin kalınlığı 8µm civarındadır. Mikroyapıya baktığımızda difüzyon bölgesi iğnesel bir yapıdadır.



Şekil 6.4: Sabit 60 Volt işlem gören titanyum folyonun çizgisel elementel analizi

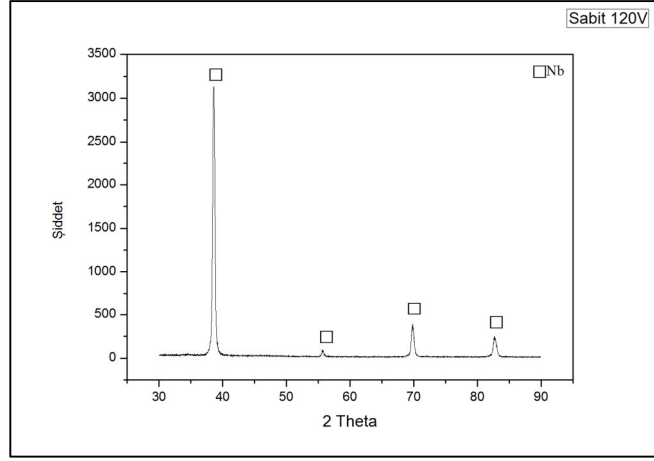
6.1.2. Sabit 120 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Folyo

Deneyde sabit 120 Volt bias değerinde titanyum folyo işlem görmüştür. 120 Volt değerine adım adım 15 dk. sürede çıkılmış ve bu voltajda 60 dk beklenmiştir. 60 dk.'nın sonunda 15 dk. sürede adım adım bias voltajı düşürülerek numune soğutulmuştur. İşlem süresince numune sıcaklığı 850°C dolaylarındadır (Şekil 6.5)



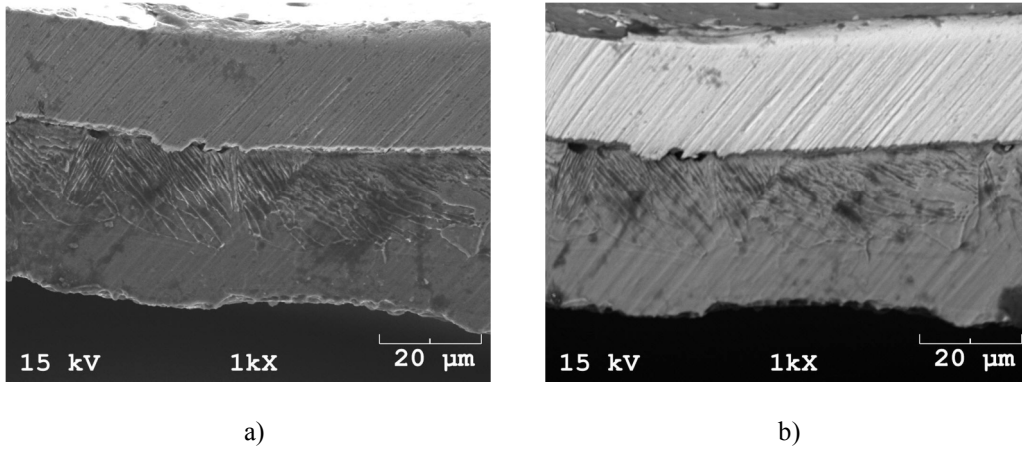
Şekil 6.5: Sabit 120 Volt bias yayındırma yapılmış numune sıcaklık değişimi

Sabit 120 Volt değerinde işlem gören numunede de 15 dk.'da ısıtma ve soğutma olduğu için düşük bias voltajlarında niyobyum kaplanmış olmaktadır. X-ışını analizlerinde elde edilen pikler niyobyuma aittir (Şekil 6.6).



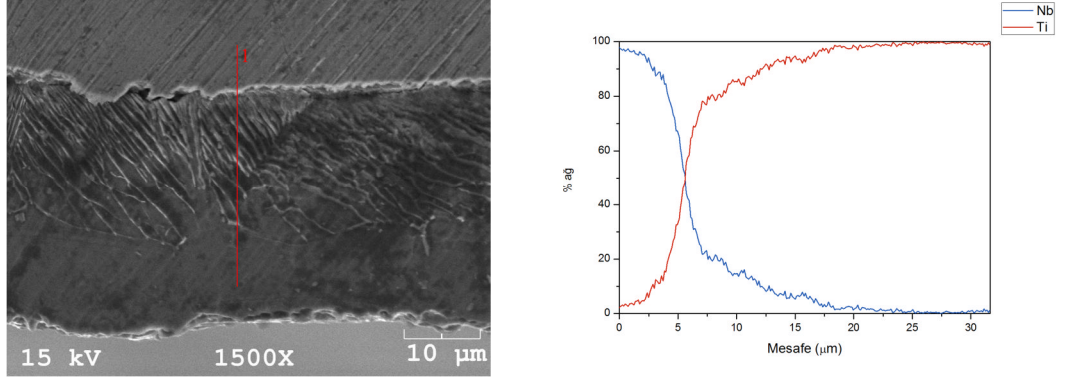
Şekil 6.6: Sabit 120 Volt işlem gören titanyumun x-ışını faz analizi

Nb-Ti difüzyon bölgesine baktığımızda niyobyum, tane sınırlarında titanyum içerisine iğnesel yapıda yayılmıştır. Sabit 60 Volt'da yapılan işleme göre difüzyon daha hızlı olmuştur (Şekil 6.7).



Şekil 6.7: Sabit 120 Volt işlem gören titanyum folyonun a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü

Şekil 6.8'de sabit 120 Volt bias ile işlem görmüş titanyum folyonun difüzyon bölgesinin elementel analizi verilmiştir. Niyobyum ağırlıkça %20'ye kadar keskin bir düşüş göstermiştir; %20'den sonra eğim düşmüştür. Difüzyon bölgesinin kalınlığı 20µm civarındadır.



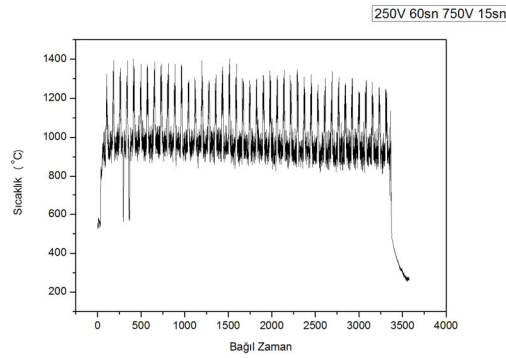
Şekil 6.8: Sabit 120 Volt işlem gören titanyum folyonun çizgisel elementel analizi

6.2. Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyolar

Bu deney serisinde işlem öncesi ve sonrası herhangi ısıtma soğutma yapılmamıştır. Bu deney serisinde kaplama ve yayındırma farklı bias voltajlarıyla yapılmıştır.

6.2.1. 250 Volt 60sn Kaplama, 750 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

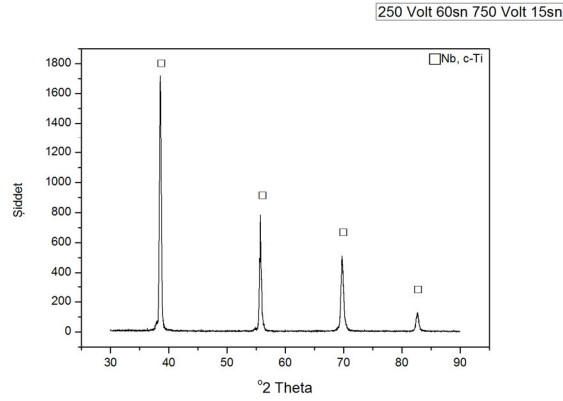
Bu deneyde bias değerleri sürekli olarak değiştirilmiştir. İşlem değerleri 60sn. 250 Volt kaplama, 15sn. 750 Volt yayındırma olacak şekilde (çevrim süresi 75 sn) titanyum folyo işlem görmüştür. İşlem süresince sıcaklık değerleri bias değişiminin etkisiyle belli aralıklarda (900-1300°C) değişmiştir (Şekil 6.9).



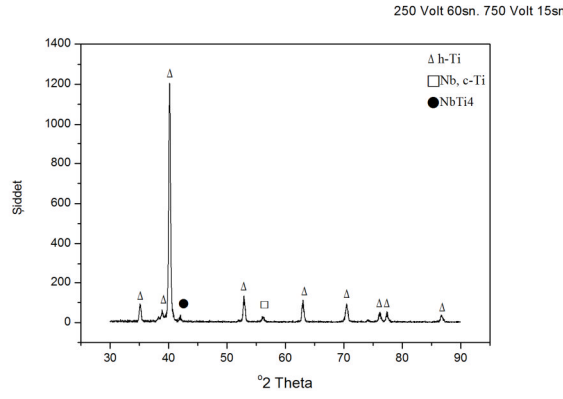
Şekil 6.9: 250 Volt 60 sn Kaplama, 750 Volt 15 sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

Bu deneyde niyobyumun tüm folyoya yayındığı görülmektedir (Şekil 6.11). Bu yüzden x-ışını çalışmasında folyonun hem işlem görmüş yüzeyinden hem de diğer yüzeyinden analiz almak uygun olacaktır. X-ışını analizlerine baktığımızda işlem

görmeyen tarafta ortorombic (%20 Nb çözen) -Ti (NbTi_4) fazı görülmektedir (Şekil 6.10 (b)).



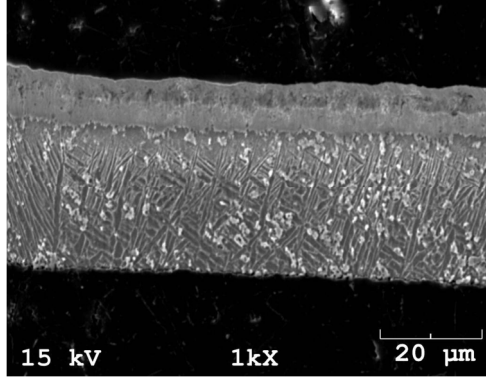
a)



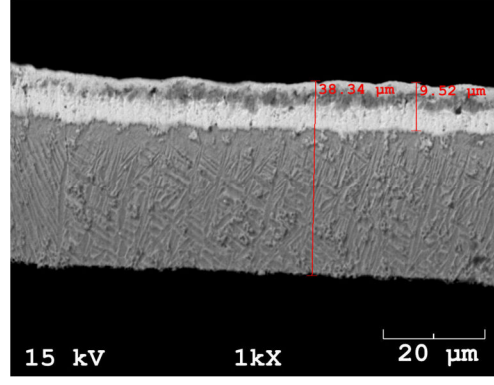
b)

Şekil 6.10: 250 Volt 60 sn. kaplama 750 Volt 15 sn. yayındırma yapılmış titanyum folyo a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf

Elektron mikroskobu görüntülerinde titanyum folyonun yüzeyden niyobyumla modifiye olduğu görülmektedir. Kesit boyunca yayınan bölge iğnesel yapıdadır. Bu iğnesel yapının x-ışını çalışmalarında kararsız faz olan -Ti fazı olduğu anlaşılmıştır. Bunun sebebi işlem bittikten sonra aniden katot akımının kesilmesiyle ani soğumadan ötürü kararsız fazların çökmesidir.



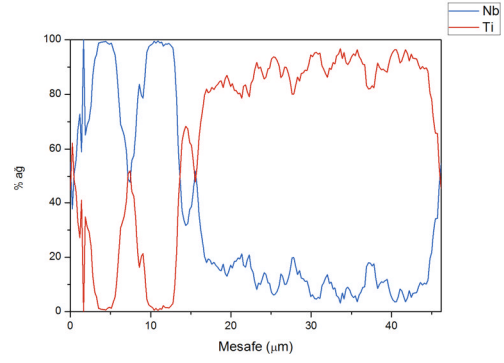
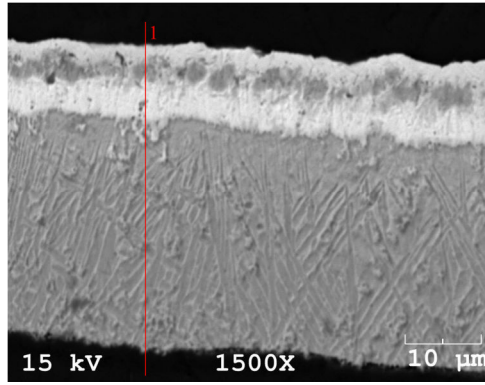
a)



b)

Şekil 6.11: 250 Volt 60 sn Kaplama, 750 Volt 15 sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü

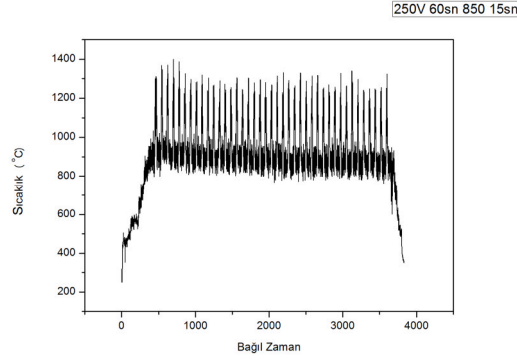
Çizgi analizinde folyonun işlem görmeyen tarafa kadar niyobyumun difüze olduğu ve de ağırlıkça %15-20 arasında değiştiği görülmektedir (Şekil 6.12).



Şekil 6.12: 250 Volt 60 sn. Kaplama 750 Volt 15 sn Titanyum Folyonun Çizgisel Elementel Analizi

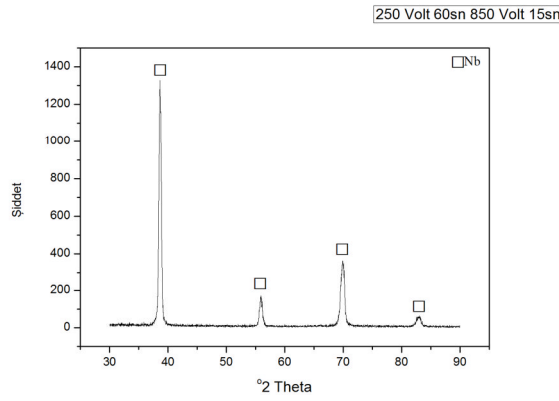
6.2.2. 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

Bu deneyde yayındırma bias voltajı -850 Volt değerine çıkarılmıştır. İşlem süresince yayındırma bias voltajının yükseltilmesi ile numune sıcaklığı 900-1300°C arasında olacak şekilde artmıştır (Şekil 6.13).

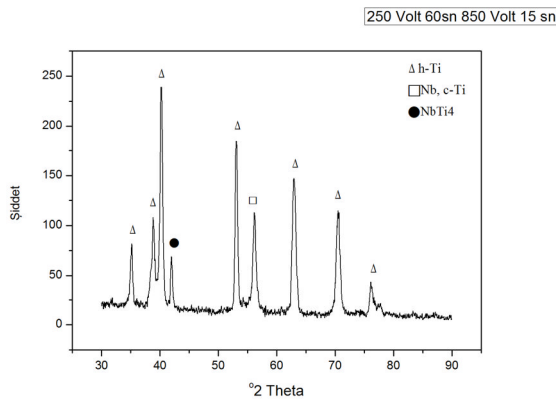


Şekil 6.13: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği

X-ışınları analizinde 750 Volt' yayındırma yapılmış numuneye göre benzer fazlar elde edilmiştir (Şekil 6.14). X-ışınları analizinde diğer önemli olan olay ise hexagonal titanyum pikinin şiddetinin düşmesidir. Bu bize hexagonal titanyumun kübik faza yani katı eriyiğe dönüştüğünü söylemektedir.



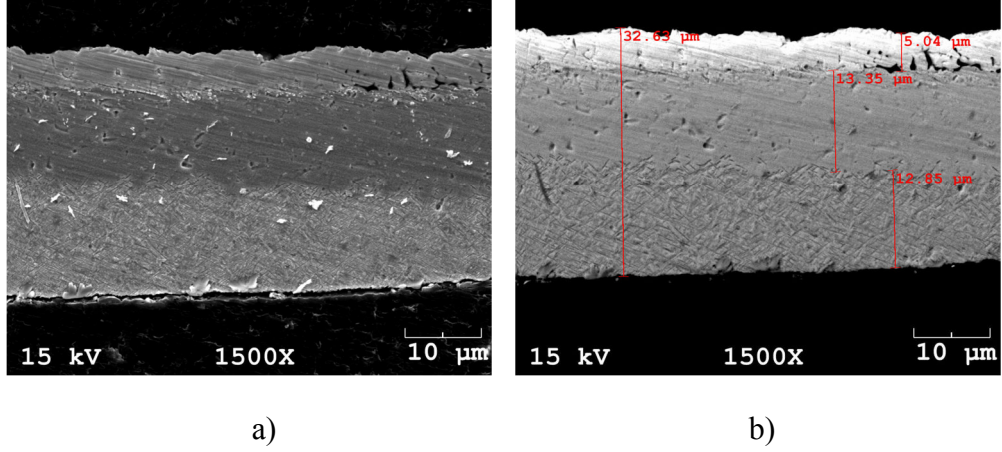
a)



b)

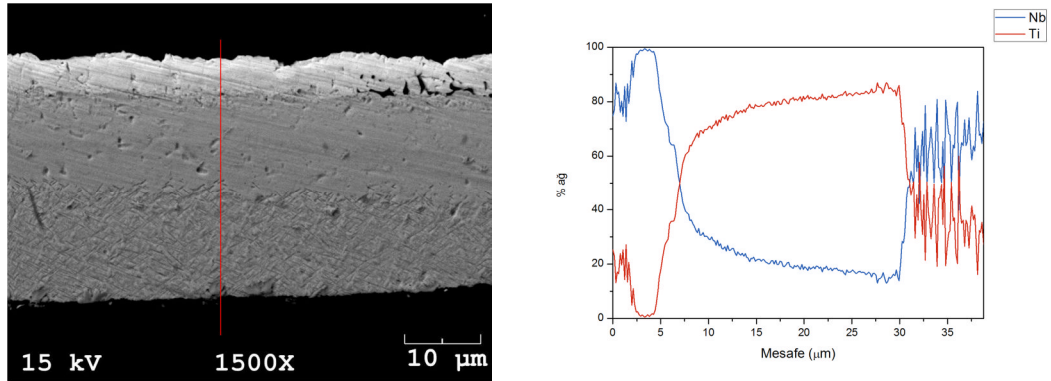
Şekil 6.14: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf

Elektron mikroskobu çalışmasında görüldüğü üzere niyobyum folyonun diğer tarafına kadar yayılmıştır (Şekil 6.15). Ayrıca folyo kalınlığının inceldiğini görmekteyiz. Bunun sebebi yüksek bias ile yayındırma sonucu yüksek sıcaklık etkisi ile şekil değiştirmenin fazla olması olabilir.



Şekil 6.15: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskobu Görüntüsü a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü

Çizgisel Elementel analize baktığımızda niyobyum konsantrasyon eğiminin daha düşük olduğunu görmekteyiz. Niyobyumca zengin bölgenin genişliği artmış, ayrıca folyonun işlem görmeyen taraftaki ağırlıkça niyobyum miktarı artmıştır (Şekil 6.16).

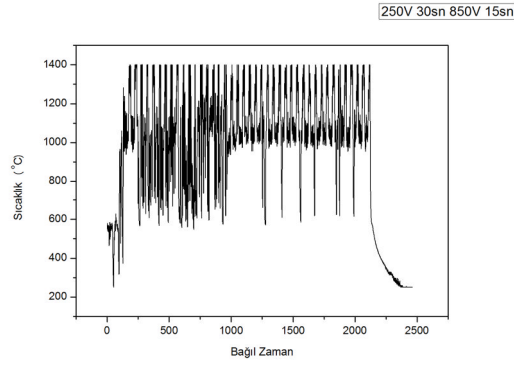


Şekil 6.16: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi

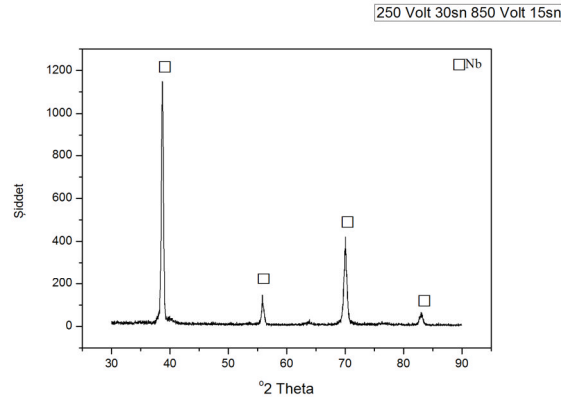
6.2.3. 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

Bu deneyde kaplama süresinin azaltarak difüzyon bölgesinin değişimi gözlenmiştir. Bunun yanında daha fazla bias ile yüzeyde kalan saf niyobyum kalınlığının azaltılması hedeflenmiştir. Çevrim süresi 45 sn.'ye düştüğünden yayındırma süresi

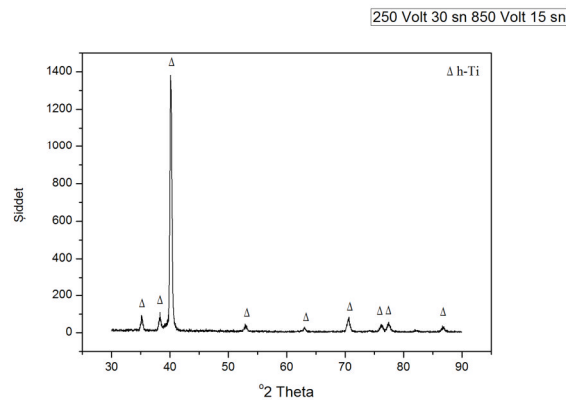
arttırılmış olmaktadır. Ayrıca numune yüksek bias voltajına daha fazla maruz kaldığından sıcaklık rejimi değişmiştir, pirometrenin sınırı olan 1400°C'yi geçmiştir..



Şekil 6.17: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo İşlem Sıcaklığı



a)

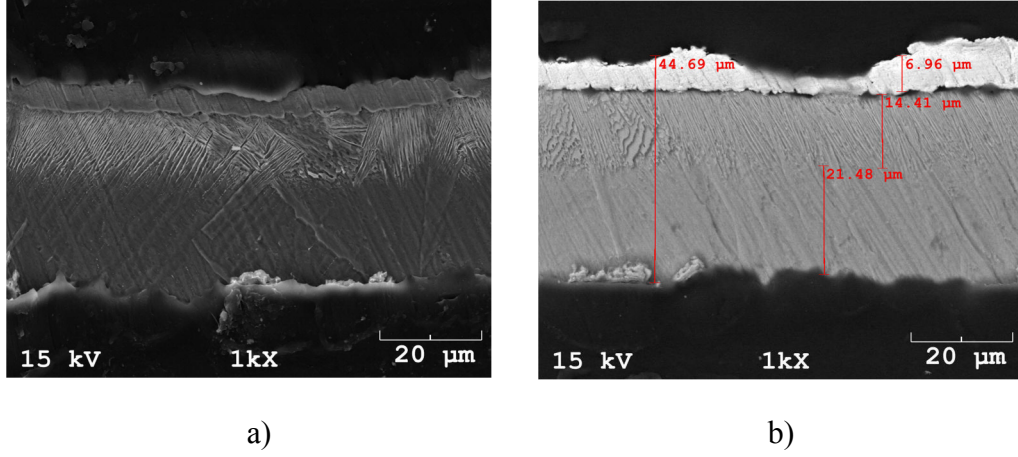


b)

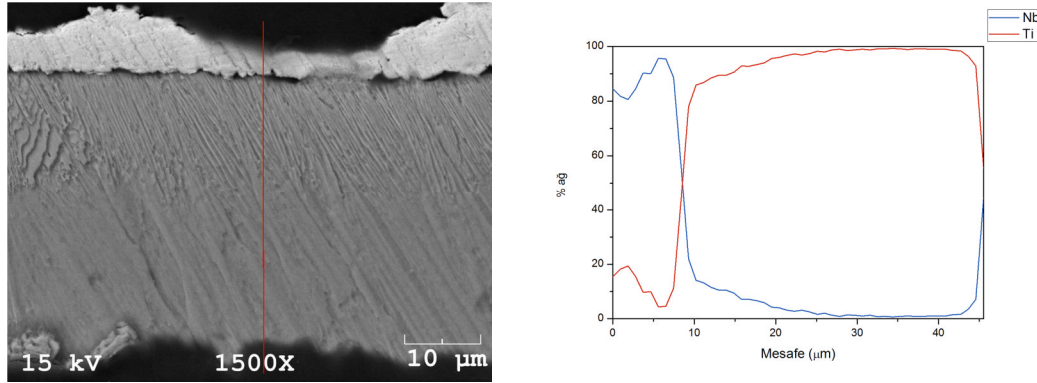
Şekil 6.18: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf

X-ışınları analizine baktığımızda işlem yapılan bölgeden sadece niyobyum pikleri görülmekte, işlem yapılmayan bölgede sadece hexagonal titanyum pikleri görülmektedir.

Elektron mikroskobu görüntülerinde diğer yapılan yayındırma işlemelerine göre çok fakir bir niyobyum difüzyonu görülmektedir (Şekil 6.19).



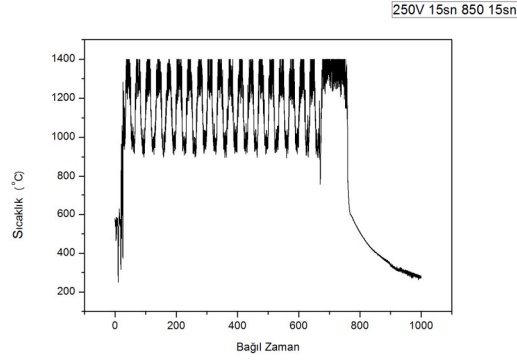
Şekil 6.19: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskobu Görüntüsü a) ikincil elektron görüntüsü b) geri saçılan elektron görüntüsü



Şekil 6.20: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi

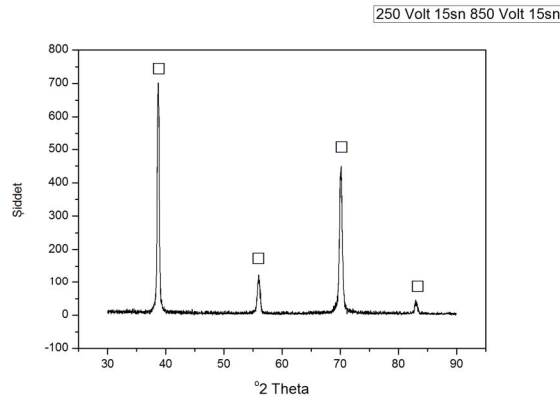
6.2.4. 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

Bu deneyde kaplama süresi biraz daha düşürülmüştür. Çevrim süresi 30 sn.'ye inmiştir. Bu sayede numune sıcaklığı arttırılmış olup numune yüksek bias ile daha çok etkileşime girmiştir (Şekil 6.21).

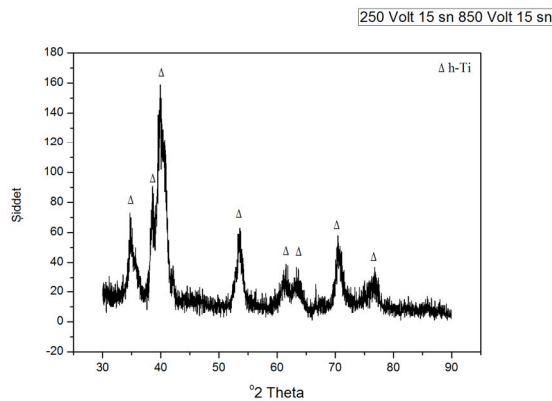


Şekil 6.21: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği

X-ışınları analizinde işlem yapılan yüzeyde niyobyum, diğer yüzeyde hexagonal titanyum pikleri çıkmıştır. İşlem görmeyen yüzeydeki x-ışınların şiddeti çok düşüktür. Buradan yapının yüksek sıcaklıklardan aniden soğumasıyla çok küçük taneli bir ve de kararsız bir faz elde edildiği söylenebilir.



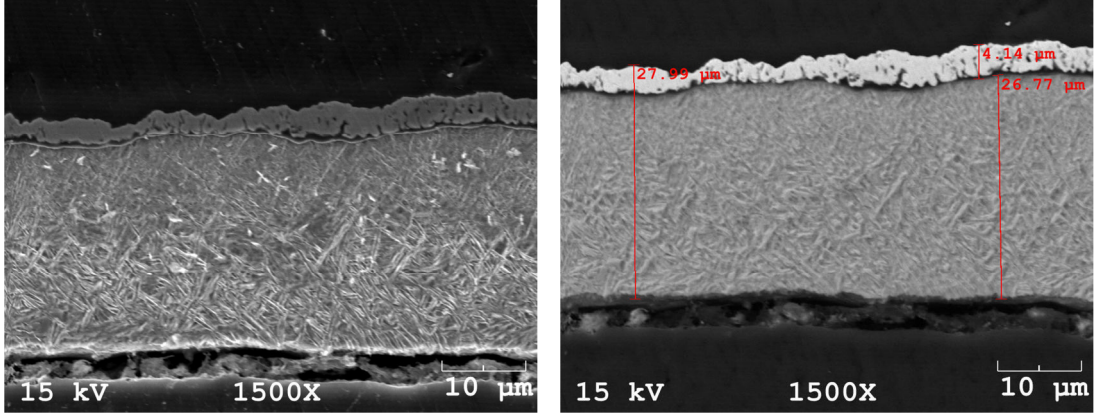
a)



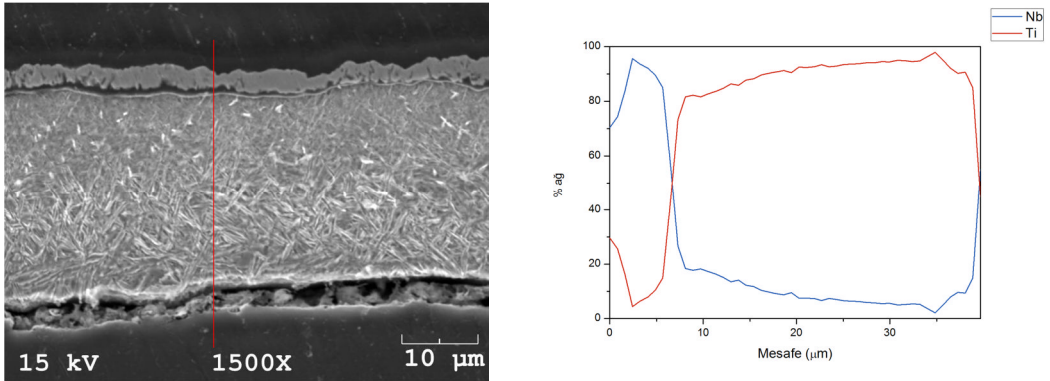
b)

Şekil 6.22: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo X-Işını Analizi a)Niyobyum yayındırılan taraf b) İşlem görmeyen taraf

Elektron mikroskobu görüntülerine baktığımızda titanyum folyonun incelendiğini ve de iğnesel yapının ağırlıkta olduğunu görmekteyiz. Bu sonuçlardan niyobyumun çok içeri yayındığını, işlem süresince numunenin devamlı yüksek sıcaklıklarda seyretmesi sebebiyle yayınan için gerekli niyobyumun miktarının yüzeyde kaplanmadığını söyleyebiliriz.



Şekil 6.23: 6.2.4.250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elektron Mikroskobu Görüntüsü

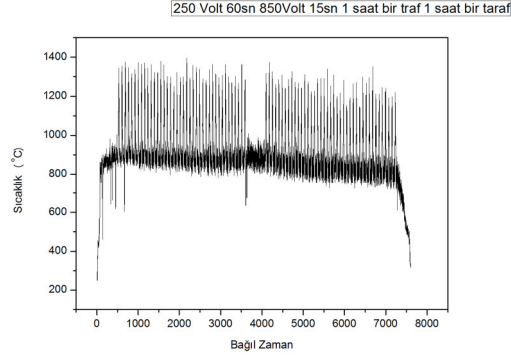


Şekil 6.24: 250 Volt 15sn Kaplama, 850 Volt 15sn Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi

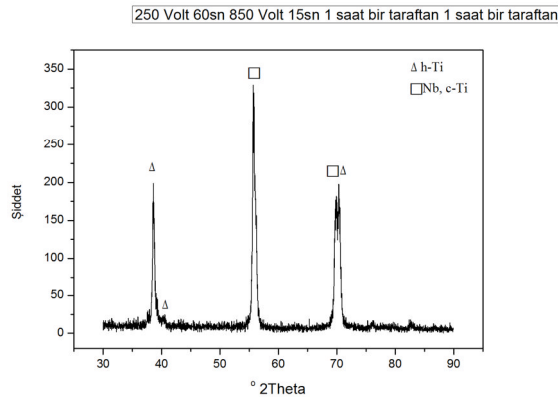
6.3. Değişken Kaplama ve Yayındırma Voltaj ve Sürelerde Her İki Taraftan Yayındırma Yapılan Titanyum Folyolar

6.3.1. 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

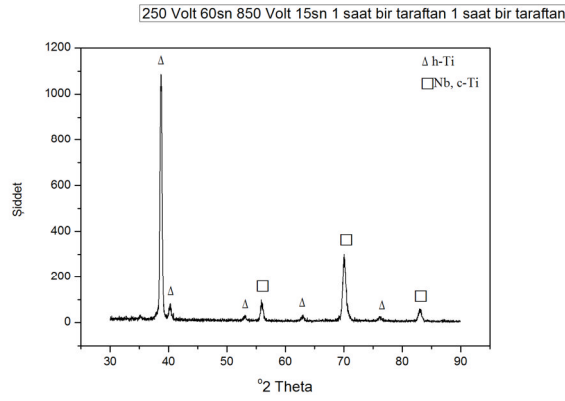
Deneyde döndürme bir yüzeyin bir saat işleminden sonra olmuştur. Diğer yüzey yine bir saat işlem görmüştür. Sıcaklık grafiğinde döndürme esnasında pirometrenin okuduğu sıcaklık düşmüştür (Şekil 6.25).



Şekil 6.25: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği

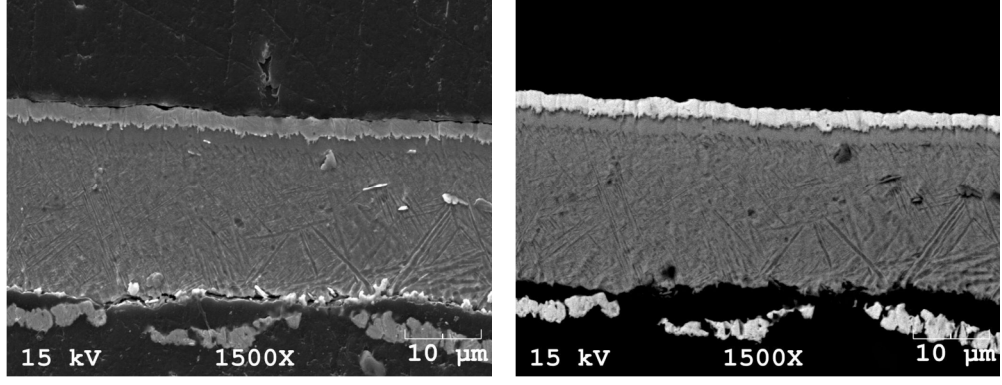


a)

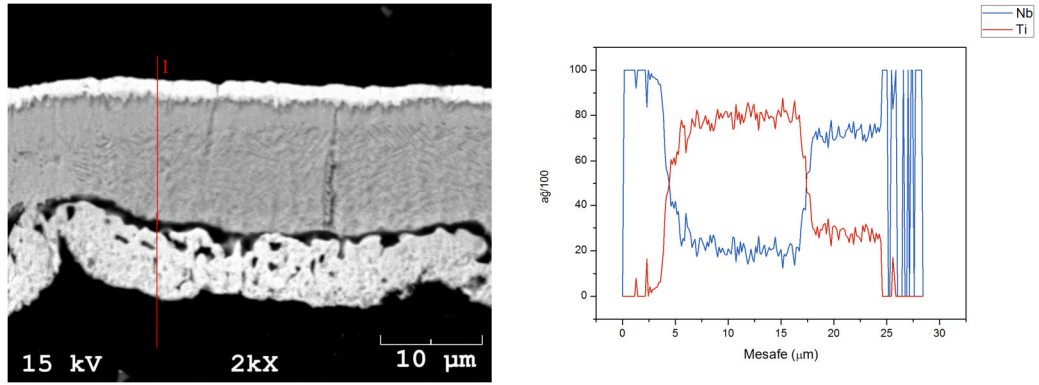


b)

Şekil 6.26: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayıdırma Yapılmış Titanyum Folyo X-Işını Analizi



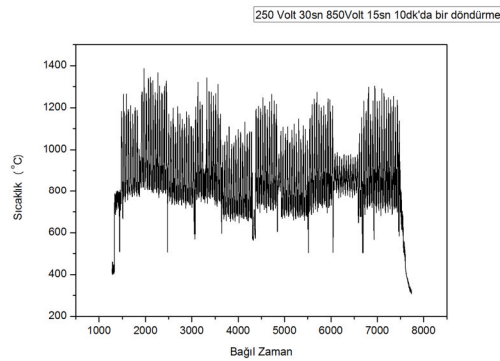
Şekil 6.27: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüsü



Şekil 6.28: 250 Volt 60sn Kaplama, 850 Volt 15sn, 30sn, 15sn 1 Saat Bir Yüzey 1saat Bir Yüzey Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Elementel Çizgi Analizi

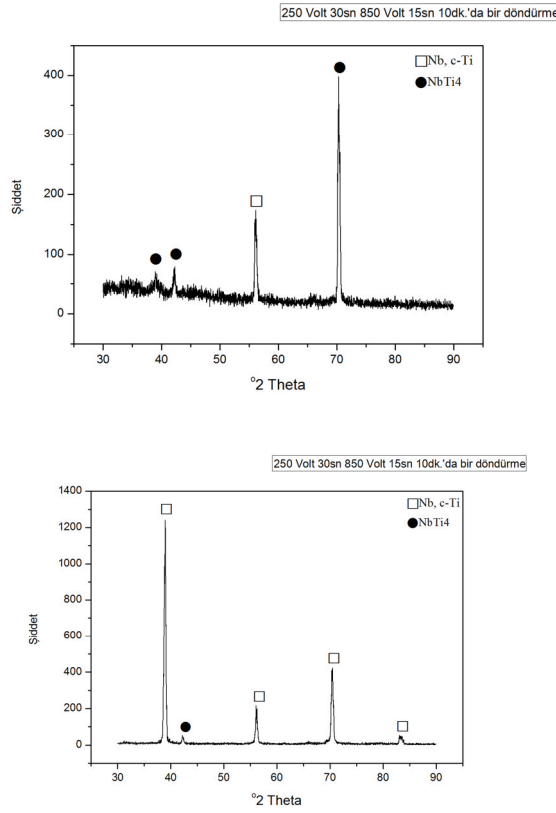
6.3.2. 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo

Bu deneyde numune 10dk'da bir 180°C döndürülmüştür. Toplam işlem süresi 90dk'dır. Sıcaklık grafiğinde işlem sıcaklıkları 900-1300°C arasında değişmektedir.



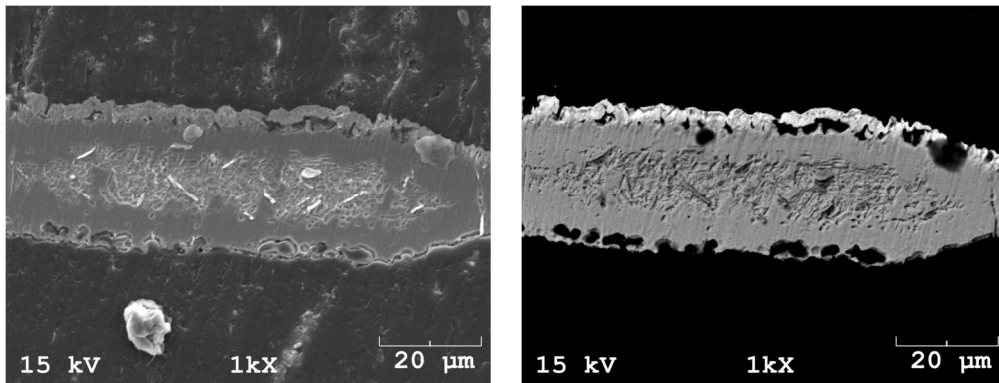
Şekil 6.29: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Sıcaklık Grafiği

X-ışını analizlerinde niyobyum titanyum ve de ortorombik NbTi₄ fazı görülmektedir. İşlemden sonra folyo çok incelmıştır.

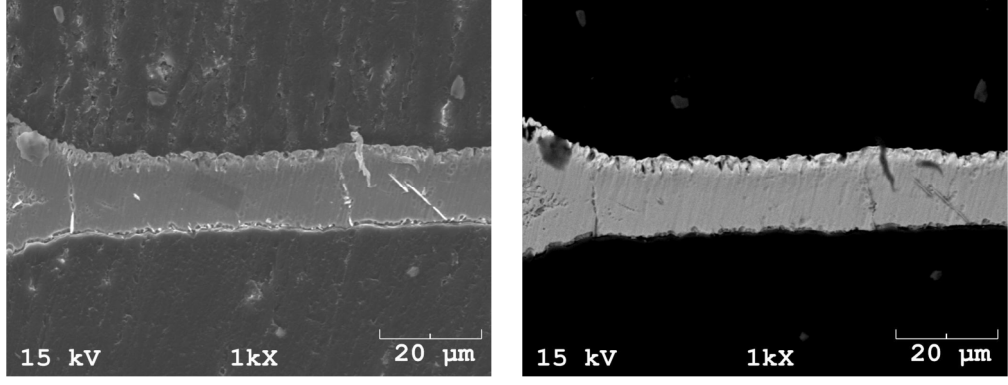


Şekil 6.30: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo X-ışını Analizi

Folyonun belli bölgelerinde farklı yapılar vardır. Şekil 6.32'de yayınmanın adımlarını görebiliriz. İlk bölgede niyobyum yüzeyden içeriye doğru yayılmış ve de orta da titanyumca zengin bölge vardır. Ancak işlem sürdükçe yayınan niyobyumca zengin bölge atmaktadır. Yapı attıktan sonra Şekil 6.32 b'deki yapıya dönüşmektedir.

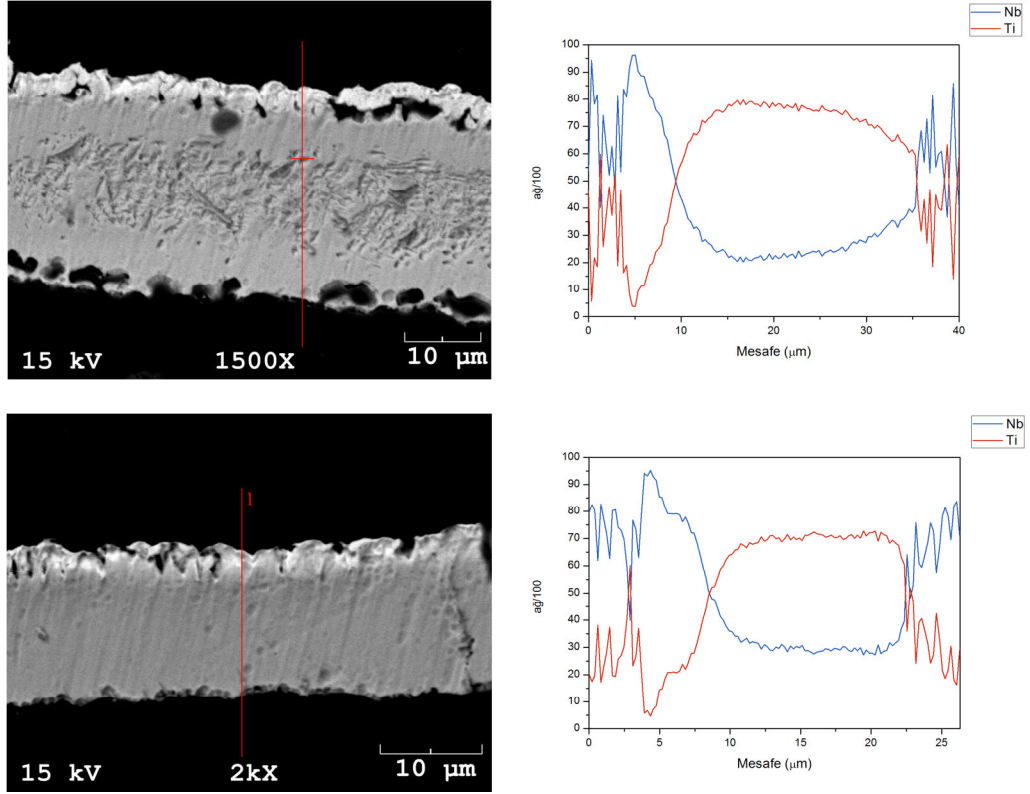


Şekil 6.31: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri Birinci bölge



Şekil 6.32: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Taramalı Elektron Mikroskobu Görüntüleri İkinci Bölge

Her iki bölge için çizgisel element analizine baktığımızda incelen bölge (ikinci bölge) niyobyumca daha ağırlıklıdır.



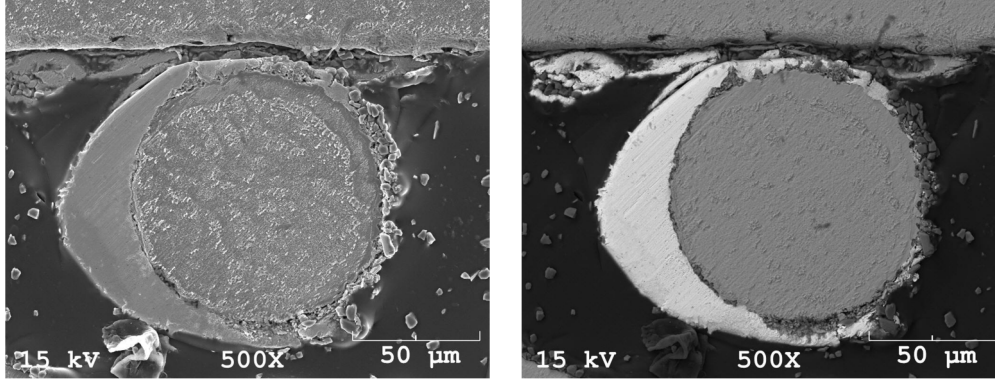
Şekil 6.33: 250 Volt 30sn Kaplama, 850 Volt 15sn 10dk.'da Bir Döndürme Yayındırma Yapılmış Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi a) Birinci bölge b) İkinci Bölge

6.4. Sabit Bias Voltajında İşlem Gören Titanyum Teller

Titanyum tel numunelerde çok ince olduklarında kızılötesi pirometre ile sıcaklık ölçümü yapılamamıştır. Bunun yanında x-ışınları analizi içinde yeterli yüzey alanı olmadığından x-ışını analizi de yapılamamıştır.

6.4.1. Sabit 20 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel

Bu deneyde döndürme olmadan sabit -20 Volt bias ile niyobyum kaplanmıştır. -20 Volt düşük bir değer olduğu için titanyum tel altlık ısınmamıştır ve de herhangi iyon bombardımanından bahsedilemez. Bu sebeple herhangi yayınma olmamıştır.



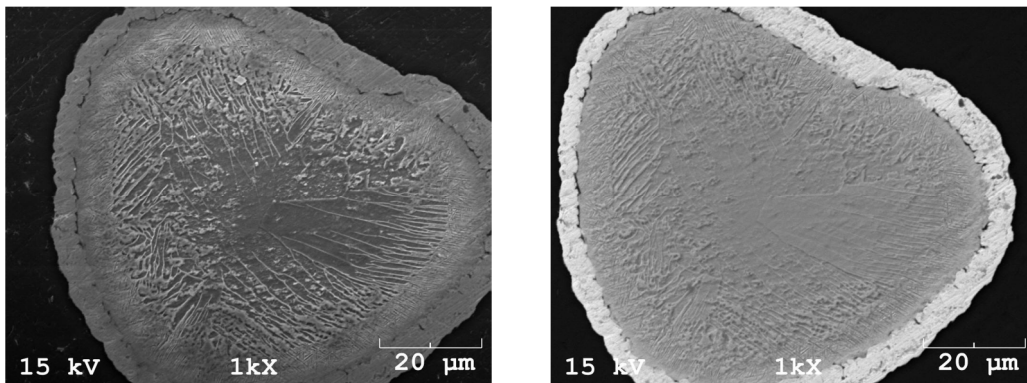
a)

b)

Şekil 6.34: Sabit 20 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel Elektron Mikroskobu Görüntüsü
a)İkincil elektron görüntüsü b)Geri saçılan elektron görüntüsü

6.4.2. Sabit 150 Volt'da işlem Gören titanyum tel

Deneyde titanyum tel tutucuya sarılmıştır. Sabit -150 Volt bias voltajı titanyum tele uygulanmıştır. Elektron mikroskobu görüntülerinde görülebileceği üzere tane sınırlarından niyobyum difüzyonu olmuştur. Yüzeyden merkeze doğru iğnesel bir yapı vardır.

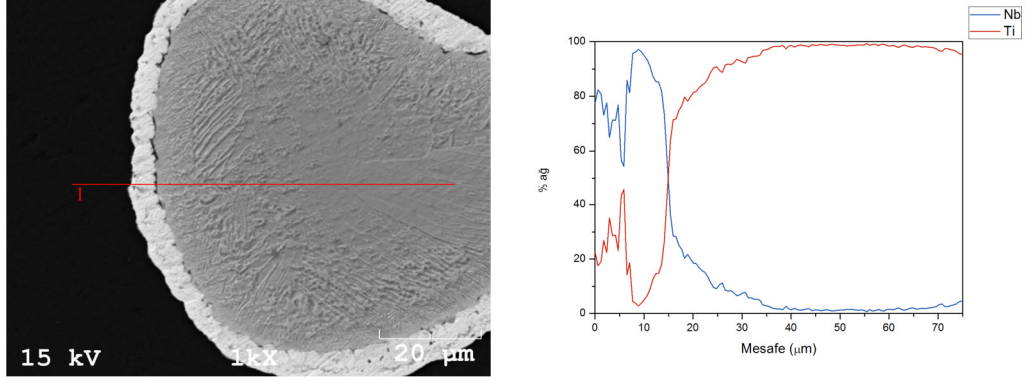


a)

b)

Şekil 6.35: Sabit 150 Volt Bias Değeriyle Niyobyum Yayındırılmış Tel a)İkincil Elektron Görüntüsü
b)Geri saçılan Elektron Görüntüsü

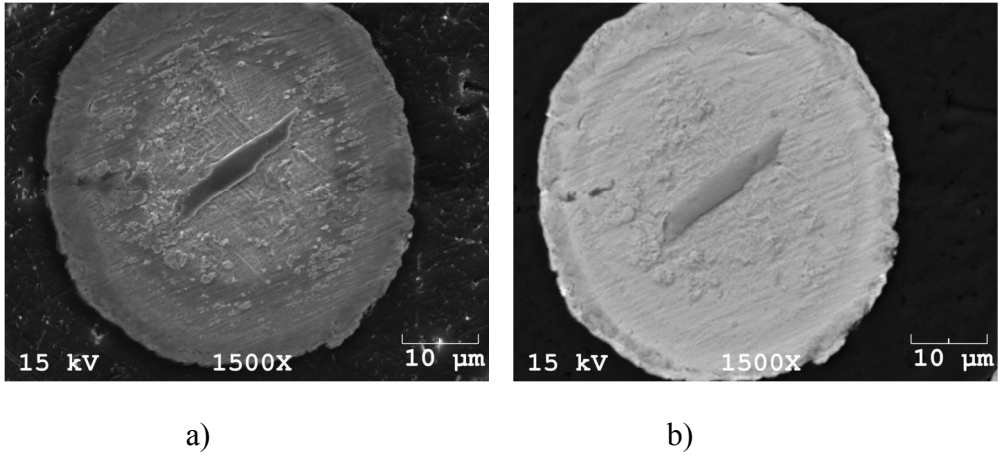
Çizgisel elementel analize baktığımızda zengin niyobyum bölgesi keskin bir düşüş göstermekte merkeze doğru gidildikçe ağırlıkça %20 Nb bileşimi görülmektedir.



Şekil 6.36: Sabit 150 Volt Bias Değeriyle Niyobyum Yayındırılmış Telin Çizgisel Elementel Analizi

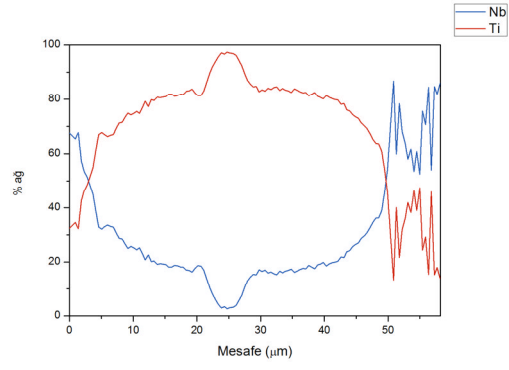
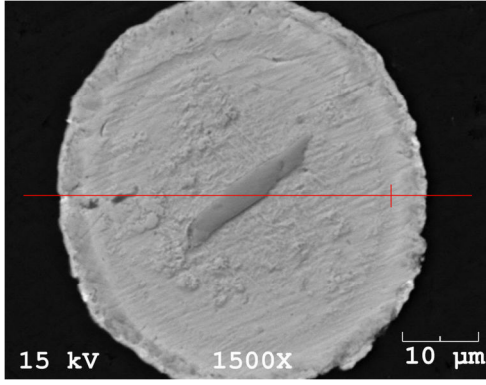
6.4.3. Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel

Sabit 350 Volt bias da yapılan deneyde titanyum telin çapının incelendiği görülmüştür. Bunun sebebi folyolarda karşılaştığımız yayınan tabakanın atmasıdır. Bu incelikte bir tel için bu bias değeri yüksek gelmekte ve tel çok hızlı ısınmaktadır (Şekil 6.37).



Şekil 6.37: Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Tel a)İkincil Elektron Görüntüsü b)Geri Saçılan Elektron Görüntüsü

Şekil 6.38'de sabit 350Volt uygulanan titanyum telin çizgisel elementel analizi verilmiştir. Ortadaki yapının titanyumca zengin bir faz olduğu görülmektedir.

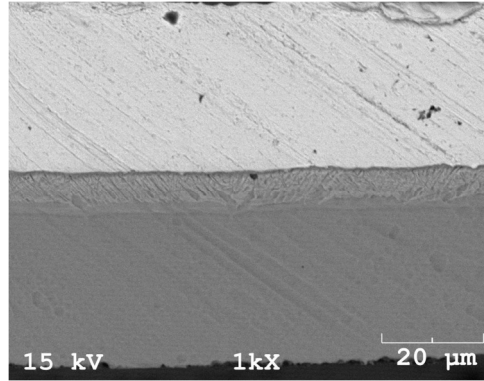


Şekil 6.38: Sabit 350 Volt Bias'da İşlem Gören Titanyum Telin Çizgisel Elementel Analizi

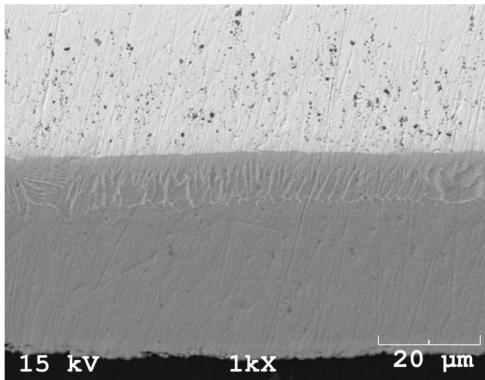
6.5. Isıl İşlem Sonuçları

6.5.1. Sabit 60 Volt Titanyum Folyo

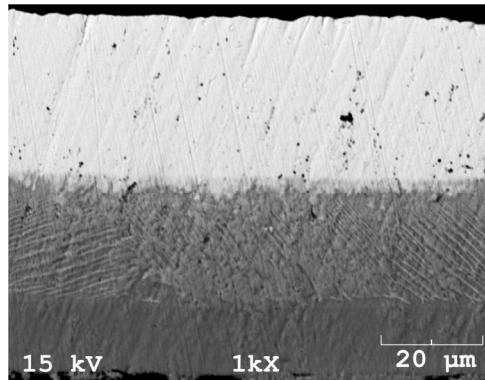
Sabit 60Volt bias'da işlem gören titanyum folyoya farklı sürelerde 900°C'de vakum ortamında ısıtıl işlem uygulanmıştır.



a)



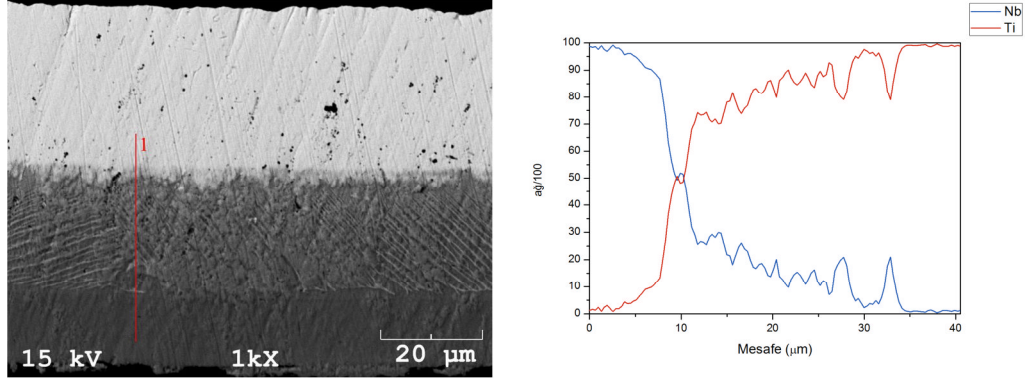
b)



c)

Şekil 6.39: a) Sabit 60Volt İşlem Gören Titanyum Folyo(ısıtıl işlem yok) b)15dk 900°C ısıtıl işlemden sonra c)240dk 900°C ısıtıl işlemden sonra

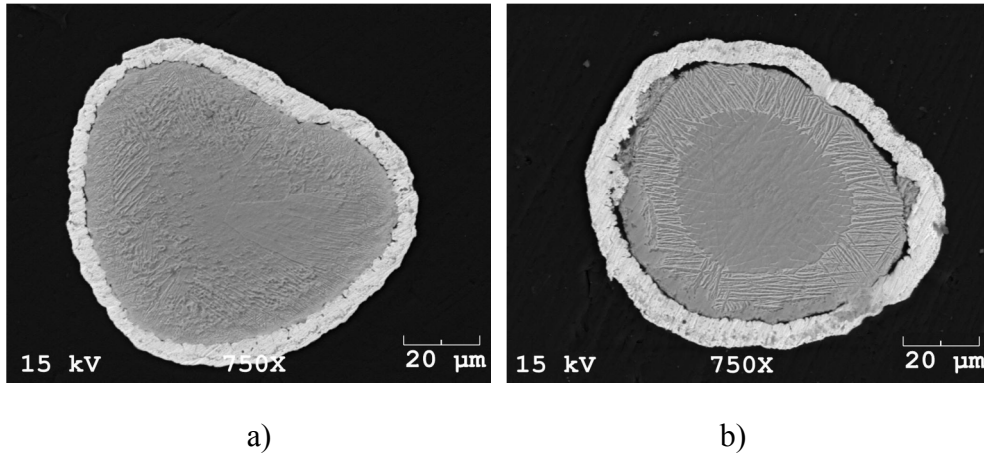
15dk ve 240dk'lık ısıt işlemler göstermektedir ki niyobyum metali titanyum içerisinde daha çok yayınmaktadır. Çizgisel elementel analize baktığımızda ağırlıkça %40-60 Nb bölgesinin genişlediği ve titanyum içerisinde niyobyumun yayındığı gözlenmektedir.



Şekil 6.40: 240 dk 900°C'de Isıl İşlem Uygulanmış Sabit 60 Volt Titanyum Folyo Çizgisel Element Analizi

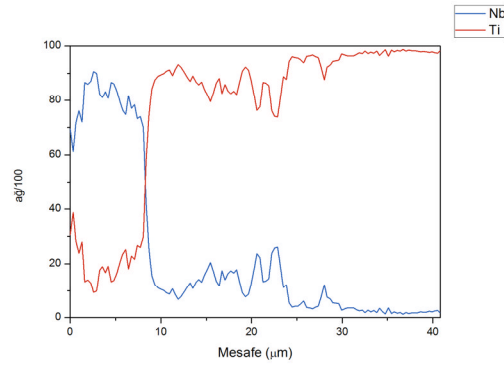
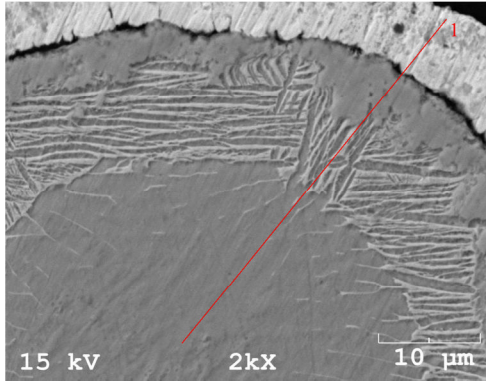
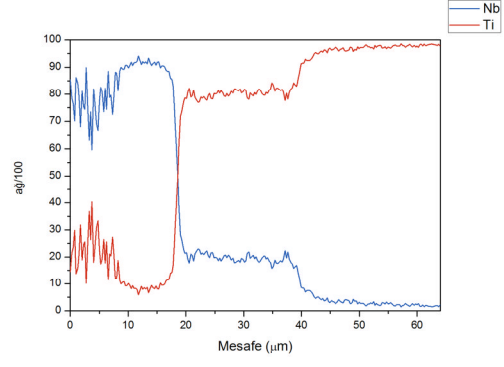
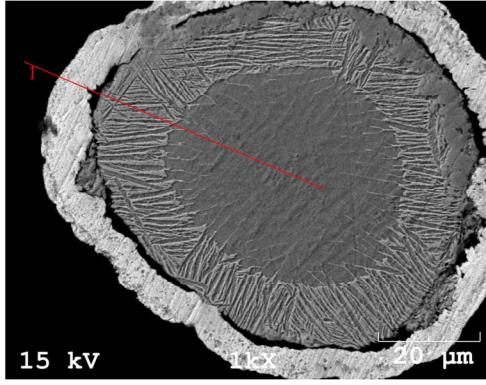
6.5.2. Sabit 150 Volt Titanyum Tel

Şekil 6.41'de görüldüğü üzere ısıt işlem sonrası iğnesel yapı toparlanmıştır. Niyobyum titanyum içerisinde bir miktar daha yayınmıştır.



Şekil 6.41: a) Sabit 150Volt İşlem Gören Titanyum Tel(ısıt işlem yok) b) 240dk 900°C ısıt işlemden sonra

Çizgisel elementel analizde zengin niyobyum bölgesi keskin bir düşüş yapmaktadır. Merkeze doğru ağırlıkça %20 niyobyum bölgesi ısıt işlemle birlikte artmıştır. Ayrıca ısıt işlem sonrasında saf niyobyum titanyumdan ayrılmıştır. Bunun sebebinin kKirkendall etkisiyle oluşan boşlukların birleşmesi olduğu düşünülmektedir.



Şekil 6.42: 240 dk 900°C'de Isıl İşlem Uygulanmış Sabit 150 Volt Titanyum Tel Çizgisel Element Analizi

7. GENEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER

- 1- Katodik ark fiziksel buhar biriktirme yöntemiyle yapılan yayındırma işlemiyle Nb-Ti difüzyonu sağlanmaktadır. İşlem süresince Nb bombardımanı ile titanyum kübik faza geçip kaplanan niyobyum ile β -NbTi katı eriyiği oluşturmaktadır.
- 2- Elektron mikroskobu ile yapılan çizgisel elementel analizlerde yayınan bölgenin kütlece %50 ile %20 arasında bir oranda Nb içerdiği görülmüştür. İşlemin kesilmesiyle folyoların sıcaklığı hızlı bir şekilde düşmektedir. Hızlı soğuma ile kararsız Nb-Ti faz diyagramında olan kararsız fazlar (α' , α'' , ω) çöktüğü x-ışını analizleri ile belirlenmiştir.
- 3- Yüksek bias ve yüksek bias süreleri ile yapılan yayındırma işlemlerinde sıcaklığın arttığı bu yüzden difüzyonun çok hızlı olduğu belirlenmiştir. Hızlı yayınan niyobyum kübik faza geçen titanyum ile β faz oluşturmakta ve de geri kalan heksagonal yapıdaki titanyumla termal uyumsuzluktan ötürü ayrılmaktadır.
- 4- Yüksek biaslarda yapılan yayındırma işlemlerinde Nb ile titanyum arasında ayrılma görülmektedir. Bunun bir sebebi termal uyumsuzluk olabilir. Diğer bir sebep ise kirkendall etkisi ile geride kalan boşlukların birleşmesi olabilir.
- 5- Sabit sıcaklıkta yapılan ve kontrollü şekilde ısıtılıp soğutulan numunelerde sph-Ti ile Nb-Ti arasında ayrılma görülmemektedir. Bunun yanında soğuma bias rejiminin azaltılmasına bağlı olduğundan düşük bias ile birlikte numuneye niyobyum da kaplanmış olmaktadır. Daha öncede bahsettiğimiz gibi saf Nb ve saf Ti süperiletkenliği etkilememektedir.
- 6- Çevrimli biaslarla yapılan yayındırma işlemlerinde titanyumun termal uzaması ve kışılması altlık titanyum folyonun mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir.
- 7- Yapılan deneylerde alaşım olarak istenilen NbTi katı eriyiği oluşturulduğu göz önüne alınırsa bu yöntem diğer hali hazırdaki iki NbTi süperiletken üretim yöntemine alternatif olarak kullanılabilir. Bu sayede direk Ti-Nb

alařımının ergitilmesi ve de mekanik olarak çekilme maliyetlerinden kurtulmuş olunacaktır.

- 8- Yayındırma işlemi ilk olarak Nb iyonlarının plazma ve gaz fazından yüzeyde soğuyup katılaşması ve sonrasında difüzyona başlaması bu sistemin bir avantajı olarak görülebilir. Katodik ark yapılan yayındırma mekanizması literatürde çalışılan katı katı difüzyon çalışmalarıyla karşılaştırıldığından çok daha hızlı bir difüzyon kinetiğı sunmaktadır.
- 9- Isıl işlem sonuçları niyobyum metalinin titanyum metaline daha hızlı yayındığını göstermiştir ki bu yargı literatürdeki çalışmaları doğrular niteliktedir.

KAYNAKLAR

- [1] **Cardwell, D. A., Ginley, D. S.,** 2003. *Handbook of superconducting materials*, Londra, Institute of Physics Publishing.
- [2] **Ginzburg, V. L., Andryushin, E. A.,** 2004. *Superconductivity*, World Scientific Publishing Company.
- [3] **Matsushita, T.,** 2007. *Flux Pinning in Superconductors*, Berlin Heidelberg : Springer-Verlag.
- [4] **Anders, A.,** 2008. *Cathodic Arcs*, New York: Springer.
- [5] **Mattox, D. M.,** 1998. *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*, New Jersey: Noyes Publications.
- [6] **Seidenman, P.,** Berkeley Lab News Center, <http://newscenter.lbl.gov/wp-content/uploads/nexus.jpg>, sitesinden 20.11.2010 tarihinde alınmıştır.
- [7] **Mehrer, H.,** 2007. *Diffusion in Solids*, New York : Springer.
- [8] **Lee, P. J., Larbalestier, D. C.,** 2003. Niobium-Titanium superconducting wires: nanostructures by extrusion and wire drawing, *Wire Journal International February, 2003, 1-8*.
- [9] **Li, J.F., Zhang, P.X., Liu, X.H., Li, J.S.,** 2008. The microstructure of NbTi superconducting composite wire for ITER Project, *Physica C*, **468**, 1840-1842.
- [10] **Mantani, Y., Tajima M.,** 2006. Phase transformation of quenched α " martensite by aging in Ti-Nb alloys, *Material Science and Engineering A*, **438**, 315-319.
- [11] **Zhang, Y., Liu, H., Jin, Z.,** 2001. Thermodynamic assessment of the Nb-Ti system. *Calphad*, **25**, 305-317.
- [12] **Lee, P. J., McKinnell, J. C., Larbalestier, D. C.** 1988. Progress in the understanding and manipulation of microstructures in high J_c Nb-Ti alloy composites, *Progress in High Temperature Superconductivity*, **15**, 357-362.
- [13] **Hatt, B. A., Rivlin, V. G. ,** 1968. Phase transformations in superconducting Ti-Nb alloys, *British Journal of Applied Physics*, **1**, 1145-1149.
- [14] **Akbulut, H.,** 2001. Sakarya Üniversitesi - Metalurji ve Malzeme Müh. - Fiziksel Metalurji I-II Ders Notları.
- [15] **Pontau, A. E., Lazarus, D.** 1979. Diffusion of titanium and niobium in bcc Ti-Nb alloys, *Physical Review B*, **19(8)**, 4027-4037.
- [16] **Iwasa, Y.,** 2003. MIT Department of Nuclear Engineering - Lecture 6: Low-Temperature Superconductors, <http://ocw.mit.edu/courses/#nuclear-engineering>, sitesinden 10.11.2010 tarihinde alındı.

- [17] **Larbalestier, D.C., Lee, P.J.**, 1996. New developments in niobium titanium superconductors, *International Konferans on High Energy Accelerators*, 1276-1281.
- [18] **Renaud, C., Rudziak, M., Wong, T.**, 1995. First commercial application of NbTi superconductor employing artificial pinning centers, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **5(2)**, 1189-1192.
- [19] **Rudziak, M. K., Seuntjens, J. M., Renaud, C. V., Wong, T., Wong, J.** 1995. Development of APC Nb-Ti composite conductors at Supercon Inc., *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **5(2)**, 1709-1712.
- [20] **Bormio-Nunes, C., Heussner, R. W.**, 2001. Magnetization critical current density of conventional and artificial pinning center (APC) Nb-Ti superconducting wires, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **226(230)**, 298-300.
- [21] **Bormio-Nunes, C., Gomes, P., M., N., Tirelli, M., A.**, 2005. Diffusion studies and critical current in superconducting Nb-Ti-Ta artificial pinning center wire, *Journal of Applied Physics*, **98**.
- [22] **Bormio-Nunes, C., Ghivelder, L.**, 2008, Superconducting current path and flux line shape in NbTiTa obtained by inter-diffusion process, *Journal of Physics: Condensed Matter*, **20**, 1-6.
- [23] **Bormio-Nunes, C., Nunes, C., A.**, 2003. Diffusion between Nb and Ti related to superconductor wire processing, *Superconductor Science and Technology*, **16**, 521-526.
- [24] **Bormio-Nunes, C., Porto S., A., F., and Ghivelder, L.**, 2002. Correlation between composition and superconducting properties in a NbTi wire produced by the solid diffusion between pure Nb and Ti, *Advances in Cryogenic Engineering: Proceedings of the International Cryogenic Materials Conference*, **48**, 898-905.
- [25] **Wong, T., Frost, D., Renaud C., V., Rudziak, M., K., and Wong, J.**, 1996. Development of artificial pinning center NbTi multifilamentary superconductors for commercial applications, *IEEE Transactions on Magnetics* **32(4)**, 2764-2767.
- [26] **Bormio-Nunes, Cristina, Maria J. Sandim, and L. Ghivelder.** 2007. Composition gradient as a source of pinning in Nb-Ti and NbTa-Ti superconductors, *Journal of Physics: Condensed Matter*, **19**, 1-6.
- [27] **Bormio-Nunes, C., Sandim, M., J., R., Edwards, E., R., Ghivelder, L.**, 2006. Artificial pinning centre Nb-Ti superconducting wire for AC applications, *Superconducting Science and Technology*, **19**, 1063-1067.
- [28] **Wang, Wenbo, Xu, Z., He, Z., Wang, Z., Zhang, P.**, 2007. Study on double-glow plasma niobium surface alloying of pure titanium, *Vacuum* **81**:937-942.
- [29] **Wong, T., Rudziak, M., K. Seuntjens, J., M., Wong, J.**, 1997. Variable composition NbTi superconductors produced by artificial pinning center process, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* **7(2)**:1126-1129.

- [30] **Heussner, R. W., Marquardt, J. D., Lee, P. J., Larbalestier, D. C., 1997.** Increased critical current density in Nb-Ti wires having Nb artificial pinning centers, *Applied Physics Letters*, **70** , 901-903.

ÖZGEÇMİŞ



Adı Soyadı: Semih OTMAN

Doğum Yeri ve Tarihi: İstanbul, 09.01.1986

Adres: Acıbadem cad. Eczacı Necip Akar sok. No2:/7
34660 Üsküdar/İSTANBUL

Okullar: İstanbul Teknik Üniversitesi. (2008-Halen)
Sakarya Üniversitesi (2004-2008)
Kartal Anadolu Lisesi (1997-2004)