

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Fe-Co ESASLI YUMUŞAK MANYETİK AMORF ŞERİTLERİN MELT SPINNING
YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ



YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Müh. Merve GENÇTÜRK

HAZİRAN 2018
TRABZON



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**Fe-Co ESASLI YUMUŞAK MANYETİK AMORF ŞERİTLERİN MELT SPINNING
YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Merve GENÇTÜRK

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"METALURJİ VE MALZEME YÜKSEK MÜHENDİSİ"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 28 / 05 / 2018

Tezin Savunma Tarihi : 12 / 06 / 2018

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Merve GENÇTÜRK Tarafından Hazırlanan**

**Fe-Co ESASLI YUMUŞAK MANYETİK AMORF ŞERİTLERİN MELT SPINNING
YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 29/ 05/ 2018 gün ve 1755 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
YÜKSEK LİSANS TEZİ
olarak kabul edilmiştir.**

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Fazlı ARSLAN

Üye : Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK

Üye : Prof. Dr. Gençğa PÜRÇEK

F. Arslan
Sultan Öztürk
Gençğa Pürçek

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Amorf metal alaşımlar, üstün mekanik, manyetik ve elektriksel özellikler göstermektedir. Göstermiş oldukları bu özelliklerden dolayı savunma, otomotiv, havacılık ve yüksek verimli elektrik uygulamaları gibi geniş alanda ihtiyaç malzemesi haline gelmişlerdir. Bu çalışmada melt spinning yöntemi ile hızlı katılaştırılarak üretilen yüksek performanslı Fe-Co esaslı yumuşak manyetik amorf şeritler üretilerek yapısal, termal ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Tez çalışmam boyunca kıymetli fikirleriyle ve tecrübesiyle bana ışık olan, çalışmaların sonuçlanması için benimle yakından ilgilenen, değerli danışman hocam Sayın Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK'e, bu çalışmalarım sırasında elinden gelen tüm olanakları sağlayan ve yardımını esirgemeyen hocam Sayın Doç. Dr. Bülent ÖZTÜRK'e, Slovakya Bilimler Akademisi Fizik Enstitüsünden Sayın Prof. Dr. Peter SVEC'e, Hacettepe Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölüm Başkanı Sayın Prof. Dr. Şadan ÖZCAN'a ve Sayın Dr. Burak KAYNAR'a teşekkürü bir borç bilirim. Çalışmalarımda bana destek olan arkadaşlarım Arş. Gör. Kürşat İCİN'e, Arş. Gör. Zafer GÖLBAŞI'na, Arş. Gör. Sefa Emre SÜNBLÜ'e, Ömer ŞAHİN'e, Damla Dilara ÇAKIL'a canı gönülden teşekkür ederim.

Hayatımın her aşamasında bana destek oldukları için değerlilerim annem Sibel GENÇTÜRK'e ve babam Naci GENÇTÜRK'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışmam Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FYL-2017-6796 proje numarasıyla desteklenmektedir. Bu desteklerinden dolayı Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

Merve GENÇTÜRK

Trabzon 2018

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Fe-Co Esaslı Yumuşak Manyetik Amorf Şeritlerin Melt Spinning Yöntemi ile Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK‘ün sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 12/06/2018

Merve GENÇTÜRK

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIV
SEMBOLLER DİZİNİ.....	XV
1. GENEL BİLGİLER	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. Fe-Co Esaslı Amorf Şerit Alaşımlar	6
1.3. Amorf Yapının Tanımı.....	7
1.4. Amorf Yapının Oluşumu için Gerekli Kriterler.....	8
1.5. Termodinamik ve Kinetik İnceleme.....	14
1.5.1. Termodinamik İnceleme.....	14
1.6. Amorf Yapının Özellikleri.....	18
1.6.1. Amorf Yapının Isıl Özellikleri.....	18
1.6.2. Amorf Yapının Mekanik Özellikleri	20
1.6.3. Amorf Yapının Elektriksel Özellikleri	21
1.6.4. Amorf Yapının Faz Dönüşümleri	22
1.7. Amorf Yapının Camlaşma Kabiliyetini Etkileyen Faktörler.....	23
1.8. Amorf Alaşımlarda Atomik Yapı	29
1.9. Amorf Yapılı Malzemelerin Manyetik Özellikleri	31

1.9.1.	Yumuşak Manyetik Malzemeler	31
1.9.2.	Manyetik Domenler ve Manyetik Kayıplar	34
1.9.3.	Anizotropi Enerjisi	34
1.10.	Amorf Metal Alaşım Üretim Yöntemleri	37
1.10.1.	Tabanca (Gun) Yöntemi	38
1.10.2.	Püskürtme Yöntemi	39
1.10.3.	Melt Spinning (Eriyik Savurma) Yöntemi	39
1.11.	Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı	41
2.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	46
2.1.	Kullanılan Malzemeler	46
2.2.	Alaşım Üretimi	47
2.3.	Melt Spinning Düzenegi	47
2.4.	Melt Spinning Yöntemi ile Şerit Üretim İşlemleri	49
2.5.	Üretilen Şeritlerin Isıl İşlemleri	50
2.6.	Şeritlerin Morfolojik İncelemeleri	51
2.7.	Şeritlerin Mikroyapısal İncelemeleri	52
2.8.	Şeritlerin Yapısal Karakterizasyonu	54
2.9.	Şeritlerin Termal Karakterizasyonu	55
2.10.	Şeritlerin Manyetik Karakterizasyonu	56
3.	BULGULAR VE İREDELEME	58
3.1.	Melt Spinning Yöntemi ile Üretilen Şeritlerin Yüzey İncelemeleri	59
3.2.	Melt Spinning Yöntemi ile Üretilen Şeritlerin Yapısal İncelemeleri	63
3.2.1.	Isıl İşlem Sıcaklığının Şeritlerin Yapısal Özellikleri Üzerine Etkileri	65
3.2.2.	Isıl İşlem Süresinin Şeritlerin Yapısal Özellikleri Üzerine Etkileri	69
3.3.	Isıl İşlem Sıcaklığının Mikroyapı Oluşumu Üzerine Etkileri	75
3.4.	Isıl İşlemlerin Şeritlerin Termal Özellikleri Üzerine Etkileri	95
3.5.	Isıl İşlemlerin Şeritlerin Manyetik Özellikleri Üzerine Etkileri	103

4.	SONUÇLAR.....	112
5.	ÖNERİLER.....	114
6.	KAYNAKLAR.....	115

ÖZGEÇMİŞ



Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

Fe-Co ESASLI YUMUŞAK MANYETİK AMORF ŞERİTLERİN MELT SPINNING YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Merve GENÇTÜRK

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK
2018, 121 Sayfa

Bu yüksek lisans tez çalışmasında, Fe-Co esaslı alaşım yumuşak manyetik malzemelerin en önemli üretim yöntemlerinden biri olan melt spinning yöntemiyle $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ kompozisyonuna sahip amorf şeritler olarak üretilmiştir ve çeşitli sıcaklıklarda ısıtım işlemi uygulanarak sıcaklığın mikroyapısal, termal ve manyetik özelliklere etkisi incelenmiştir. Fe-Co esaslı amorf şeritlerin üretimi 0,6 bar'lık püskürtme gaz basıncı ve 1285 °C sıvı metal sıcaklığı üretim parametreleri kullanılarak melt spinning yöntemi ile 25 µm kalınlığında, 10 mm genişliğinde ve sürekli formda şerit amorf olarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen şeritler yaklaşık 10 cm uzunluğunda kesilerek argon atmosferi altında 30 °C sıcaklık aralıkları ile 300-450 °C arasında 2, 5, 10, 20 dk. süre ile tavllanmış ve ısıtım işlemi sonrası kristalleşme mekanizması incelenmiştir. Çalışma kapsamında yapılan SEM, TEM ve XRD analizlerinde mikroyapıda artan ısıtım sıcaklığı ile nanokristal tane boyutunda artma ve X ışını kırınım desenindeki geniş pikte daralma gözlemlenmiştir. DSC analizlerine göre üretilen şeridin kristalleşme sıcaklığı 410 °C olarak elde edilmiştir. Fe-Co esaslı amorf şeritlere uygulanan ısıtım işlemi ile sıcaklığın manyetik özellikler üzerindeki etkisini belirlemek amacıyla PPMS cihazında gerçekleştirilen ölçümlerde en düşük koersivite değeri 330 °C'de 20 dk. ısıtım işlemi uygulanan şeritte 16 Oe olarak bulunmuştur ve en yüksek manyetik doygunluk değeri 330 °C'de 10 dk. ısıtım işlemi uygulanan şeritte 162,1 emu/g olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Fe-Co esaslı amorf şeritler, Melt spinning yöntemi, Yumuşak manyetik malzemeler.

Master Thesis

SUMMARY

PRODUCTION OF Fe-Co BASED SOFT MAGNET AMORPHOUS RIBBON WITH MELT SPINNING METHOD AND INVESTIGATION OF THEIR PROPERTIES

Merve GENÇTÜRK

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Metallurgy and Materials Engineering Program
Supervisor: Prof. Dr. Sultan ÖZTÜRK
2018, 121 Pages

In this study, soft magnetic $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ Fe-Co alloy ribbons were produced with amorphous microstructure by melt spinning method which is one of the most important production methods of Fe-Co based alloys. The morphological, microstructural, thermal and magnetic properties of produced amorphous ribbons were investigated. The amorphous ribbons were produced with the sizes of 25 μm thick, 10 mm wide and with continuous form by using production parameters of 0.6 bar gas ejection pressure and 1285 °C liquid metal temperature. The produced ribbons were cut to a length of about 10 cm and annealed at 300-450 °C temperatures for 2, 5, 10, 20 min under an argon atmosphere and the crystallization mechanism after heat treatment was investigated. In this study, SEM, TEM and XRD analysis were carried out to investigate the microstructural, thermal and magnetic properties of produced ribbons. Generally, the nanocrystalline grain size increased with increasing heat treatment temperature and time and broad peaks of in the X-ray diffraction pattern were narrowed. In order to determine the effect of heat treatment on the magnetic properties PPMS measurements were carried out. The lowest coercivity value was found as 16 Oe for ribbon which was heat treated at 330 °C temperature for 20 min. The highest saturation magnetization value of 162.1 emu/g was obtained at 330 °C temperature for 10 min.

Keywords: Fe-Co based amorphous ribbons, Melt spinning method, Soft magnetic materials.

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 1.1. Metalik camları oluşturan elementlerin atomik yarıçapları.....	9
Şekil 1.2. Derin ötektik ve sıg ötektik gösteren alaşım kompozisyonu şematik gösterimi.....	11
Şekil 1.3. Zaman sıcaklık dönüşüm diyagramı ve kritik soğutma hızı.....	13
Şekil 1.4. Fe-Co faz diyagramı.....	13
Şekil 1.5. Çeşitli alaşımlar için aşırı soğutma ile spesifik ısı kapasitesi (C_p) arasındaki ilişki	15
Şekil 1.6. Aşırı soğutulmuş $Zr_{41}Ti_{13}Cu_{12}Ni_{10}Be_{22.5}$ alaşımında sıcaklığa ve kristal yapıya göre entropi değişimi	15
Şekil 1.7. Sıcaklı ve kristal hale göre hesaplanmış Gibbs serbest enerji fonksiyonu	16
Şekil 1.8. Amorf metal alaşımının aşırı soğutulmuş sıvısı için sıcaklık viskozite değişimi.....	17
Şekil 1.9. Cam yapı oluşturan çeşitli sıvıların viskozitelerinin karşılaştırılması.....	18
Şekil 1.10. $Zr_{33}Y_{27}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımının ısıtılması sırasında elde edilen DSC eğrisi. .	19
Şekil 1.11. Fe-M-Si-B amorf alaşımında farklı element katkılarının çekme mukavemeti üzerine etkisi (M = V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Co, Ni or Pd).....	21
Şekil 1.12. Melt spinning yöntemi ile üretilen $Zr_{60}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımın ısıtma ve soğutma şartlarında elektrik direncinin sıcaklıkla değişimi.....	22
Şekil 1.13. $\alpha\beta^{1/3}$ 'nin çeşitli değerleri için homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi.....	25
Şekil 1.14. T_g/T_m oranının çeşitli değerleri için homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi.....	26
Şekil 1.15. Cam ve kristal yapılar için malzeme hacminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi.....	27
Şekil 1.16. Zaman sıcaklık dönüşüm (TTT) diyagramı.....	29
Şekil 1.17. Bor oksit (B_2O_3) bileşiğinin (a) amorf yapıdaki (b) kristal yapıdaki atom düzeni.....	30

Şekil 1.18. Amorf yapı ve kristal yapı X-ışını kırınım deseni	30
Şekil 1.19. Kristal ve amorf yapılarında X-ışını kırınım açısı	31
Şekil 1.20. Tipik yumuşak manyetik malzemelerin geçirgenlik ve doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması	32
Şekil 1.21. Koersivite-tane boyutu ilişkisi	33
Şekil 1.22. Amorf yumuşak manyetik bir malzemenin manyetikleşme eğrisi.....	35
Şekil 1.23. Tabanca tekniğinin şematik gösterimi.....	38
Şekil 1.24. Püskürtme yöntemi şematik gösterimi	39
Şekil 1.25. Melt spinning yönteminin şematik gösterimi.	40
Şekil 2.1. Şerit üretiminde kullanılan melt spinning düzeneği.....	48
Şekil 2.2. Kontrol atmosferli tüp tipi ısıtma fırını.....	50
Şekil 2.3. Zeiss marka EVO LS10 model taramalı elektron mikroskobu.....	51
Şekil 2.4. FEI Model Nova 600 Nanolab Dual Beam model odaklanmış iyon demeti cihazı.....	52
Şekil 2.5. FIB yöntemi ile kesilen numuneler: a) 300, b) 330 °C’de 20 dk. tavlama numuneleri	53
Şekil 2.6. FEI marka Talos F200S 200 kV model geçirimsiz elektron mikroskobu.....	54
Şekil 2.7. PANalytical X’pert Powder ³ model XRD cihazı.....	55
Şekil 2.8. Hitachi marka 7020 model DSC cihazı.	56
Şekil 2.9. Quantum Design marka fiziksel özellik ölçüm sistemi (PPMS).	57
Şekil 3.1. Melt spinning yöntemi ile üretilen Fe ₃₈ Co ₃₈ Mo ₈ B ₁₅ Cu şeridin makro fotoğrafı.....	58
Şekil 3.2. Üretilen Fe ₃₈ Co ₃₈ Mo ₈ B ₁₅ Cu alaşımı şeritlerin diskle temas eden yüzeylerinin SEM görüntüleri. (a) Isıl işlem görmemiş şeridin yüzeyi, (b) 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin yüzeyi	60
Şekil 3.3. Üretilen Fe ₃₈ Co ₃₈ Mo ₈ B ₁₅ Cu alaşımı şeritlerin hava ile temas eden yüzeylerinin SEM görüntüleri. (a) Isıl işlem görmemiş şeridin yüzeyi, (b) 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin yüzeyi.	62
Şekil 3.4. Üretilen Fe ₃₈ Co ₃₈ Mo ₈ B ₁₅ Cu şeridinin X-ışını kırınım deseni.	64
Şekil 3.5. Farklı sıcaklıklarda 2 dk. süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin X-ışını kırınım desenleri.....	66

Şekil 3.6. Farklı sıcaklıklarda 5 dk. süre ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri	67
Şekil 3.7. Farklı sıcaklıklarda 10 dk. süre ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri	68
Şekil 3.8. Farklı sıcaklıklarda 20 dk. süre ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri	69
Şekil 3.9. 300 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	70
Şekil 3.10. 330 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	71
Şekil 3.11. 360 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	72
Şekil 3.12. 390 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	73
Şekil 3.13. 420 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	74
Şekil 3.14. 450 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.	75
Şekil 3.15. 300 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	78
Şekil 3.16. 300 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.	79
Şekil 3.17. 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	81
Şekil 3.18. 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.....	82
Şekil 3.19. 360 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	84
Şekil 3.20. 360 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.....	85
Şekil 3.21. 390 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılma işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve x-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	87

Şekil 3.22. 390 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.....	88
Şekil 3.23. 420 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	90
Şekil 3.24. 420 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.....	91
Şekil 3.25. 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve x-ışını difraksiyonu görüntüsü.....	93
Şekil 3.26. 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.....	94
Şekil 3.27. Melt spinning yöntemi ile üretilen ve ısıtma işlemi uygulanmamış amorf yapılı $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şeridin DSC eğrisi.....	96
Şekil 3.28. 300 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.....	97
Şekil 3.29. 330 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.....	98
Şekil 3.30. 360 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.....	99
Şekil 3.31. 390 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri...	100
Şekil 3.32. 420 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri...	101
Şekil 3.33. 450 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri...	102
Şekil 3.34. Tavlama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak kristalleşme sıcaklığının (T_x) değişimi.....	103
Şekil 3.35. Farklı tavlama sıcaklıklarında 2 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.....	106
Şekil 3.36. Farklı tavlama sıcaklıklarında 5 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.....	107
Şekil 3.37. Farklı tavlama sıcaklıklarında 10 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.....	108
Şekil 3.38. Farklı tavlama sıcaklıklarında 10 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.....	109
Şekil 3.39. Tavlama sıcaklığı ile koersivitenin değişimi.....	110
Şekil 3.40. Tavlama sıcaklığı ile manyetik doygunluğun değişimi.....	111

TABLolar DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1.1. Amorf alaşımların genel özellikleri ve kullanım alanları.....	2
Tablo 1.2. Amorf yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanları	3
Tablo 1.3. Kristal yapılı alaşımlar ile amorf yapılı alaşımların genel özelliklerinin karşılaştırılması.....	8
Tablo 2.1. Alaşım üretimde kullanılan elementlerin özellikleri.....	46
Tablo 2.2. Üretimi gerçekleştirilen alaşımın kimyasal kompozisyonu.....	47
Tablo 2.3. Isıl işlem parametreleri.....	51
Tablo 3.1. Debye-Scherrer formülüne göre hesaplanan tane boyutları.....	76
Tablo 3.2. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şartlarda tavlama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak koersivite ve manyetik doyunluk değerlerinin değişimi.	105

SEMBOLLER DİZİNİ

Fe:	Demir
Co:	Kobalt
B:	Bor
Mo:	Molibden
Cu:	Bakır
R _c :	Kritik soğutma hızı
T _g :	Camsı geçiş sıcaklığı
T _{gr} :	İndirgenmiş camsı geçiş sıcaklığı
T _l :	Likidüs sıcaklığı
T _m :	Ergime noktası
G:	Gibbs serbest enerjisi
T _x :	Kristalleşme sıcaklığı
H _c :	Koersivite
B _r :	Kalıcı mıknatıslık
H:	Manyetik alan şiddeti
M:	Manyetizasyon
μm:	Mikronmetre
nm:	Nanometre
mm:	Milimetre
Oe:	Oersted
K:	Kelvin
°C:	Derece santigrat
A:	Amper

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Geleneksel tekniklerle üretilen metal alaşımlar genellikle uzun ölçekte birbirini tekrar eden periyodik bir dizilime sahip kristal yapı düzeni göstermektedirler. Amorf yapıya sahip malzemelerin atomlarıysa düzenli kristal yapının aksine uzun ölçekte birbirini tekrar eden periyodik dizilime sahip değildirler. Bu nedenle kristal yapıya sahip malzeme ile amorf yapıya sahip malzemeler birbirlerinden farklı özellikler göstermektedir. Amorf metal veya alaşımlar, üstün mekanik, manyetik, elektriksel ve korozyon direnci özelliklerine sahip olduklarından dolayı önemli endüstriyel uygulamalarda yer almaktadırlar. Amorf malzemelerin uzun atomik bir dizilime sahip olmaması bu özelliklerin anlaşılmasında önemli etkindir.

Amorf alaşımlar, bileşimi oluşturan elementlerin ergitilerek sıvı hale getirilmesi ve hızlı soğutulmasıyla katılaştırılmaları yoluyla üretilmektedir. Eğer alaşım ergitilerek sıvı hale geçtikten sonra ani olarak hızla soğutulmazsa, katılaşma için geçen sürede atomlar periyodik dizilime geçerek kristal yapı oluşturacaktır. Katılaşma çok hızlı olursa ve yeterli aşırı soğutma sağlanabilirse, sıvı halde rastgele dağılmış atomlar bu kısa sürede atomik dizilim oluşturma zamanı bulamadan katılaşacaktır. Bu durumda sıvı haldeki malzeme, katı hale geçmesine rağmen atomik dağılımı bakımından sıvılara benzerlik gösterecektir. Fiziksel olarak katı olan amorf alaşımlar, atomik dizilim bakımından sıvılara benzer özellik göstermektedir [1]. Amorf alaşımları üretmek için birçok hızlı katılaştırma tekniği geliştirilmiştir. Bu tekniklerden en çok kullanılanı melt spinning (eriyik döndürme) yöntemidir. Tablo 1.1’de amorf alaşımların genel özellikleri ve kullanım alanları verilmiştir [2].

Melt spinning yöntemi, esas itibarıyla eriyik haldeki sıvı alaşımın, nozul aracılığıyla termal iletkenliği yüksek bir metal disk üzerine belirli bir basınç altında püskürtülmesi sonucu, toz veya yapraksı şekle dönüşmesine izin verilmeden şerit şeklinde üretilmesi yöntemidir. Melt spinning ile üretilen şeritler, üretim parametrelerine bağlı olarak farklı kalınlıkta, genişlikte, uzunlukta ve mikroyapıda elde edilmektedirler. Alaşım kompozisyonu

başta olmak üzere, disk hızı, nozul genişliği, püskürtme basıncı, aşırı ısıtma miktarı, nozul-disk arası mesafe ve sıvı metal püskürtme basıncı melt spinning yönteminde kullanılan parametrelerdir [3].

Tablo 1.1. Amorf alaşımların genel özellikleri ve kullanım alanları [4].

Malzeme Özellikleri	Kullanım Alanları
Yüksek dayanıklılık	Makineler için yapısal malzeme olarak Protez malzemeleri
Yüksek yansım oranı	Optiksel duyarlı malzemelerde
Yüksek sertlik	Tıp alanında kesici malzemelerde
Yüksek akma dayanımı	Kompozit zırlı uygulamalar
Yüksek dayanım/ağırlık oranı (özgül dayanım)	Elektronik cihazlar için ince ve hafif kılıflar
Yüksek elastik enerji	Spor malzemelerinde (golf sopası, kayak takımı)
Yüksek korozyon dayanımı	Uçak, gemi, füze parçaları
Yüksek akustik özellikleri	Akustik emici malzemeler

Amorf malzemeler yarı kararlı (metastabil) alaşımlar olup hızlı katılaştırma yöntemleriyle üretilirler. Yarı kararlı alaşımların gösterdikleri özellikler, kararlı alaşımların göstermiş oldukları özelliklerden daha üstündür. Yarı kararlı durum, ısıtma işlem uygulamalarına imkân vermekte ve böylece istenilen özellikte malzeme üretimine fırsat tanımaktadır. Amorf malzeme üretimi yaklaşık altmış yıllık bir geçmişe sahiptir. Duwez ve arkadaşları 1960 yılında California Teknoloji Enstitüsü'nde ilk amorf malzemeyi üretmişlerdir. Yapılan bu çalışmada, $Au_{75}Si_{25}$ alaşımı yaklaşık 10^6 K/s hızlarında hızlı katılaştırma tekniği ile hızlı bir şekilde katılaştırılarak çekirdeklenme ve kristal büyüme süreçleri kinetik olarak bastırılmış ve amorf halde elde edilmiştir. Bu çalışmayla amorf alaşımların kristal yapıya alaşımlardan farklı atomik dizilişlere sahip olduğu belirlenmiş, yeni alaşım kompozisyonlarının geliştirilmesi, iyi mekanik özellikler, kullanışlı fiziksel özellikler ve benzersiz kimyasal özellikler gibi çeşitli özelliklerin ortaya çıkması

kolaylaştırılmış ve amorf alaşımlar için çok sayıda bilimsel ve mühendislik verileri toplanmıştır [5].

Amorf metal alaşımların çeşitli özelliklerinin, kristal yapıları alaşımların özelliklerinden çok daha üstün olduğu yapılan çalışmalar sonucunda anlaşılmıştır. Amorf alaşımların ısı özellikleri üzerine araştırmalar yapılmış ve bu alaşımların nispeten yüksek olmayan sıcaklıklarda kontrollü ısı işlem uygulamaları ile kristalli yapıya dönüştükleri tespit edilmiştir. Amorf alaşımların yarı kararlı haldeki özelliklerini sıcaklık artışıyla birlikte kaybederek kararlı yapı haline (düzenli kristal yapı) geçmelerinin keşfiyle birlikte, amorf alaşımların kristalleşme kinetiği üzerine detaylı araştırmalar yapılmaya başlanmıştır [6]. Bu çalışmalarla birlikte amorf yapıda yumuşak ferromanyetik malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir. İlk ferromanyetik amorf alaşımı olan Pd-Fe-Si alaşımı splat quenching yöntemiyle üretilmiştir. Mader ve arkadaşları, 1965 yılında ilk ferromanyetik amorf ince filmi üretmiştir [7]. Tablo 1.2’de bazı yumuşak manyetik malzemeler ve kullanım alanları verilmiştir [8].

Tablo 1.2. Amorf yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanları [8].

Malzeme	Uygulama Alanı
Saf demir, Fe-Co esaslı alaşım, Ni-Fe esaslı alaşım	Elektromıknatıslar, röleler
Permalloy, finemet, silikon çelik	Transformatörler, motorlar, jeneratörler
Permalloy, finemet, Fe-Si-Al tozu (sendust), Mn-Zn ferrit	İndüktörler, transformatörler, anahtarlı güç kaynakları, TV flyback transformatörleri
Mn-Zn ferrit, Ni-Zn ferrit, Li ferrit	İndüktörler, anten çubukları, Mikrodalga, Mikrodalga izolatörler, sirkülatörler, faz değıştirciler, filtreler

Amorf alaşımların üretilmesi için splat quenching (metal çarptırma) ve buhar biriktirme gibi teknikler kullanılmış, ancak bu yöntemler üretim miktarı ve hızı bakımından yetersiz kalmıştır. Ekonomik gelişmeler bu malzemelere olan ihtiyacı artırmış ve çalışmalar küresel üretim tekniklerinin geliştirilmesi üzerinde yoğunlaşmış ve bunun sonucu olarak

yeni yöntemler geliştirilmiştir. Bu tekniklerin en yaygın olanı, 1970'lerin başında geliştirilen melt spinning yöntemidir. Amorf yapı oluşturmak için üretimde yüksek soğutma hızlarına ihtiyaç duyulduğu için, bu malzemeler sadece 20–50 µm kalınlığında ince film, tel ve şerit şeklinde elde edilmektedir. Yüksek soğuma hızları, üretim sırasında amorf malzeme içinde elastik gerilmelerin oluşmasına yol açmaktadır. Böylece, amorf malzemelerin yumuşak manyetik özelliklerinde belirleyici bir etken olan manyetostriksiyon anizotropisi ortaya çıkmaktadır [9].

Gubanov yapmış olduğu çalışmada amorf malzemelerin manyetik özelliklerini incelemiş ve amorf yapıyla ferromanyetik özelliğin bir arada olabileceğini gözlemlemiştir. Böylece, hızlı katılaştırma yöntemleri ile elde edilen amorf malzemeler için yeni bir uygulama alanı ortaya çıkmış ve bu sayede hızlı katılaştırma yöntemleri hızlı bir gelişme göstermiştir [2].

Duwez ve arkadaşları, hızlı katılaştırma yöntemi olan tabanca (gun) tekniğini geliştirmiştir. Bu yöntemde erimiş metal, damlacık olarak metal parça üzerine hızla çarpıp yayılmakta, böylece değişik kalınlıklarda (5-25 µm) pulsu şekilde malzemeler üretilmektedir. Bu yöntemde, ısıtıcı olarak şok tüpü kullanılmakta olup, eriyik alaşım yaklaşık 1 µm çapında damlacıklar haline getirilerek püskürtülmektedir. Yöntem, diğer hızlı katılaştırma tekniklerine kıyasla yüksek soğuma hızına sahiptir, ancak üretilen malzemelerin kalınlıklarının farklı olması yapısal olarak farklı parçaların meydana gelmesine yol açmaktadır [40].

Duwez'in ardından Harbur, iki piston tekniğini geliştirmiştir. Hızlı katılaştırma yöntemleri geliştikçe yeni yöntemler ve üretimde malzemeye etki eden faktörler üzerinde yoğunlaşmıştır. Pond ve arkadaşları, melt spinning yönteminde; nozul çapı, gaz basıncı, disk hızı gibi parametrelerin üretilen şeritlere etkisini araştırmışlardır [2].

Amorf alaşımlar yarı kararlı olmasından dolayı ısı işleme tabi tutulduklarında enerjilerini kaybederek yarı kararlı durumdan daha kararlı duruma geçmek isterler. Diğer bir ifade ile, yüksek sıcaklıklarda amorf halden daha kararlı durum olan kristalli yapıya dönüşürler. Kristal yapıya dönüşen bu alaşımlar, amorf yapıda sahip oldukları birçok önemli özelliklerini kaybederler. Amorf metal alaşımlardan ısı işlemlerle nanokristal malzeme üretilmesi hedefleniyorsa, amorf alaşımların kristalleşme sıcaklığının (T_x) bilinmesi gerekmektedir. Uygulanan ısı işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak iç yapı ya tamamen

kristalli olarak veya amorf matris içerisinde dağılmış halde nano boyutlu kristalli parçacıklardan oluşabilmektedir. Matris yapı içinde dağılmış nano boyutlu kristaller, bu malzemeye uygulanan her türlü etkiye (manyetik, kimyasal veya mekanik) karşı önemli bir direnç oluşturmaktadır. Bu nedenle nanokristalli olanların mekaniksel özellikleri çok yüksektir. Isıl işlem dışında, eritme ve hızlı katılaştırma yöntemleri ile doğrudan nano kristal parçacık dağılımlı malzeme elde etmek mümkündür. Bunun için kullanılan yöntemler amorf alaşımları elde etmek için kullanılan teknikler aynı özelliktedir [1, 2, 10].

Amorf yumuşak manyetik malzemeler, $H_c \leq 10000$ A/m (125 Oe) değerine sahiptir. Enerji verimi istenen ve saniyede yaklaşık 50-60 kez histerezis çevrimi gerçekleştiren transformatör çekirdekleri gibi uygulamalarda amorf metal yumuşak manyetik malzemeler kullanılmaktadır [11].

Gelişen teknolojiyle beraber elektrikli cihazlardaki elektrik tüketiminin artması yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanlarını genişletmiştir. Hibrit araçların motorlarında yakıt tüketimini ve CO₂ emisyonlarını azaltması amacıyla kullanılan motor uygulamaları yumuşak manyetik malzeme üzerine yapılan araştırmaları hızlandırmıştır. Yumuşak manyetik malzemeler, geleneksel malzemeler ile karşılaştırıldığında daha hafif olduklarından, sistemin önemli bir bileşeni olmaktadır. Yumuşak manyetik malzemenin motorlarda kullanımı düşük gürültü, kompakt tasarım ve enerji tasarrufu gibi çeşitli avantajlar sunmaktadır [12].

Amorf yumuşak manyetik malzemeler, yüksek mukavemet, korozyona karşı direnç ve hafif olmaları bakımından uçak sanayinde de tercih edilmektedir. Ayrıca, iletkenlik ve ısı kaybının az olması gibi yüksek manyetik özellikleri bakımından elektrik ve elektronik alanında da kullanılmaktadır. Amorf metal malzemeler özellikle yumuşak manyetik özellikleri açısından güç dağıtım trafoları, manyetik sensörler, video kayıt cihazları, müzik aletlerinin manyetik okuyucularının yapımında kullanılarak hızlı gelişmeler kaydetmişlerdir [2, 13, 14].

Transformatörlerde boşta çalışma kayıpların çoğunu nüvedeki kayıplar ve Eddy akımından kaynaklanan kayıplar oluşturmaktadır. Transformatördeki boşta kayıplar histerezis çevrimi devam ettikçe süreklilik göstermektedir. Transformatörlerdeki yükte kayıplar ise transformatörden geçen akımın oluşturduğu ısı olarak ortaya çıkan kayıplardır. Bu nedenle, enerji verimi sağlamak açısından transformatörlerdeki kayıpların dikkate

alınması oldukça önemlidir. Geliştirilen amorf metal yumuşak manyetik malzemelerin transformatör nüvelerinde kullanılması düşük Eddy kayıpları ve düşük histerezis kayıplarından dolayı enerji verimliliği sağlamaktadır [11, 15].

Bu tez kapsamında, $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu_1$ (% atomik) kompozisyonuna sahip alaşım, hızlı katılaştırma yöntemi olarak bilinen ve açık atmosfer ortamında çalışan melt spinning yöntemi ile 25 μm kalınlığında, 10 mm genişliğinde ve sürekli formda şerit halinde amorf yapıları olarak üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen şeritlere farklı sıcaklık ve sürelerde ısı işlemler uygulanarak kristalleşme mekanizması incelenmiştir. Ayrıca, üretilen ve ısı işleme tabi tutulan bu şeritlerin yumuşak manyetik ve ısı özellikleri belirlenmiştir.

1.2. Fe-Co Esaslı Amorf Şerit Alaşımlar

Hızlı katılaştırma yöntemi ile üretilen Fe-Co esaslı amorf alaşımlar, yüksek doyum manyetizasyonu, yüksek geçirgenlik ve düşük çekirdek kayıpları ile bilimsel çalışmalar için geniş bir araştırma alanı oluşturmaktadır. İyi yumuşak manyetik özellikleri nedeniyle manyetik cihazlarda kullanım alanı yaygınlaşmıştır.

Fe ile alaşımlanabilen tüm elementler arasında Co, doyum manyetizasyonunu ve Curie sıcaklığını artırdığı bilinen tek elementtir. Bu sayede, Fe-Co esaslı alaşımların, kobaltın etkisiyle yumuşak manyetik özellikleri yüksek sıcaklıklarda koruduğu ve yüksek doyum manyetizasyonu gösterdiği bilinmektedir. Alaşım sistemindeki Co katkısı sadece Curie sıcaklığını yükseltmez aynı zamanda da alaşımın kristal anizotropisini azaltır. Fe-Co esaslı alaşımlar bu nedenle yüksek geçirgenlik göstermektedir ve çeşitli yumuşak manyetik malzeme uygulamaları için iyi birer tercih olmaktadır [16-18].

Fe-Co alaşımları yüksek sıcaklık mıknatısı olarak uçak motorlarındaki rotor gibi uygulamalarda kullanılırlar [19]. Yüksek sıcaklık uygulamaları için, karşılaşılan problem sadece Curie sıcaklığı değil aynı zamanda Fe-Co alaşımlarının geliştirilmesi çalışılırken mikroyapı dönüşümünün gerçekleştiği sıcaklığın da hesaba katılması gerekmektedir. Literatürde, Fe-Co esaslı alaşımlara çeşitli elementler katılmasıyla camlaşma kabiliyetinin artırılması hedeflenmiştir. Camlaşma kabiliyetinin yanında alaşımlarda geçirgenlik, koersivite gibi manyetik özelliklerin iyileştirilmesi de araştırılmıştır [18, 20].

Bir diğerk uygulama alanı olarak manyetik sensörlerde kullanılan Fe-Co esaslı amorf şeritler, manyetik alanın görünmez olmasından ve manyetik alanın birçok malzemeye nüfuz edebilmesinden dolayı güvenlik sensör uygulamalarında oldukça geniş yere sahiptir. Ek olarak, manyetik sensörlerin minyatürleştirilmesi, malzeme tüketiminin azaltılmasına ve yeni uygulamalara olanak sağladığı için bu eğilim, daha ince manyetik şeritlerin geliştirilmesini teşkil etmiştir [14].

Ayrıca, Fe-Co esaslı amorf şeritler gösterdiği düşük manyetik kayıp değerleri nedeniyle jeneratörlerde, motorlarda, dağıtım transformatörlerinde kullanılması enerji uygulamalarında yüksek verim elde etmek için tercih edilmektedir. Örneğin, Fe-Co esaslı amorf alaşımlar enerji verimliliği sağlanması için dağıtım transformatörlerinde kullanılmaktadırlar. Elektriğin iletiminde tüketiciye ulaşmadan elektriğin voltajının emniyetli değerlere düşürülmesi gerekliliğinden dağıtım transformatörleri kullanılmaktadır. Elektrik enerjisi tüketilmiyor olsa dahi her çevrimde histerezis alan kadar enerjinin ısı ile kaybolduğu bilinmektedir. Bu nedenle, transformatörlerin tasarımında kullanılacak olan malzemenin histerezis eğrisinin dar seçilmesi gerekmektedir. Fe-Co esaslı amorf alaşımlar gösterdiği manyetik özelliklerden dolayı dar histerezis eğrisine sahiptir ve bu bilgi malzemenin tasarımında önemli rol oynamaktadır [16, 19, 21].

1.3. Amorf Yapının Tanımı

Amorf metal alaşımları kristal yapıya sahip olmayan alaşımlardır. Aynı zamanda cam metal ve kristal özellik göstermeyen alaşımlar olarak da adlandırılırlar. Amorf alaşım üretiminde, sıvı metalin ergime sıcaklığından camsı geçiş sıcaklığına hızlı soğutulmasıyla atomların kristal yapı oluşturması engellenmektedir.

Atom dizilimi bakımından rastgele dağılım gösteren amorf alaşımlar, kristal yapı oluşturan alaşımlara göre farklı özellikler göstermektedir. Bu farklılık amorf alaşımları atomlarının gelişigüzel dağılmasından kaynaklanmaktadır. Amorf alaşımlarının yapılarında kristal kusurları bulunmadığı için bunlar yüksek mekanik, manyetik ve termal özelliği sahiptirler [4].

Amorf alaşımlarının kristal yapıya sahip olanlara göre üstün özellikler sergilemelerinden dolayı son yıllarda bu alaşımlar üzerine yapılan çalışmaların yoğunlaşmasına yol açmıştır.

Amorf alařımlar (metalik camlar), sıvı metalin yaklaşık 10^6 K/s'den daha hızlı sođutulması ile kristalin fazının çekirdeklenmesi ve büyümesi engellenerek oluşturulur. Geleneksel kristalli malzemeler için belirlenmiş olan %0,2'lik elastik şekil deđiřtirme sınırı amorf alařımlarda %2 civarında gerçekleşmektedir. Bu bilgi metalik camların geleneksel malzemelere göre daha yüksek dayanım gösterdiğini ortaya koymaktadır [3]. Tablo 1.3'te amorf alařımlarla kristal yapılı alařımların genel özelliklerinin karşılaştırılması verilmiştir.

Tablo 1. 3. Kristal yapılı alařımlar ile amorf yapılı alařımların genel özelliklerinin karşılaştırılması [22].

	Kristal Metaller	Amorf Metaller
Yapı	Kristal	Amorf
Bađ	Metalik	Metalik
Akma Dayanımı	Düşük	Yüksek
Kırılma	Sünek	Sünek
Kırılma Dayanımı	Yüksek	Yüksek
Optik Özellik	Opak	Opak
Isı-Elektrik İletkenliđi	Yüksek	Yüksek
Manyetik Özellik	Para-Ferro Manyetik	Yumuşak Manyetik

1.4. Amorf Yapının Oluřumu için Gerekli Kriterler

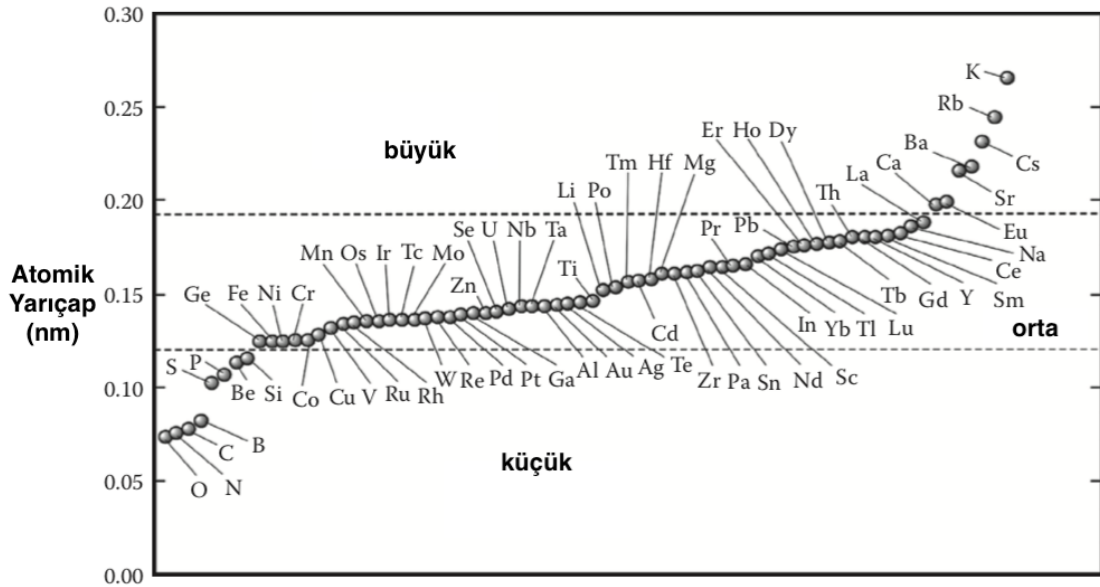
Bir alařımın amorf yapıda üretilebilmesi için, ilgili alařımın sıvı durumdan yeteri kadar yüksek sođuma hızı ile katılařtırılması gerekir. Yapılan çalışmalar, her alařımın amorf yapılı olarak elde edilmesinin mümkün olmadığını ve bir alařımın amorf olarak üretilebilmesi için bazı kriterlerin sağlanmasının gerektiđini göstermiştir. Bu kriterleri özet olarak şöyle sıralamak mümkündür:

- Alařım en az üç element (bileřen) içermelidir. Amorf yapı oluşumu, alařım sisteminde artan bileřen sayısı ile daha kolay hale gelmektedir.
- Alařımdaki esas elementler arasında önemli bir atomik boyut farkı bulunmalıdır. Atomik boyut farklılıklarının ana elementler arasında yaklaşık %12'nin üzerinde olması gerektiđi önerilmektedir.

- Amorf alaşımı oluşturan elementlerin faz diyagramında derin ötektik bileşim bölgesi gösteren elementlerden seçilmesi amorf yapı oluşumunu kolaylaştırılmaktadır.

Termodinamik açıdan amorf yapının oluşması için, Gibbs serbest enerjisinin minimum olması gerekmektedir. Gibbs serbest enerjisi ise $G = E - TS$ şeklinde ifade edilmektedir. Bu durumda, minimum Gibbs serbest enerjisi (G) için, iç enerji (E)'nin düşük olması, düzensizlikle eşleşen entropinin (S) yüksek olması gerekmektedir. Bu durumu sağlamanın en kolay yolu alaşımda düzensizliği oluşturmaktır ve bu da alaşımda element sayısını çoğaltarak gerçekleştirilebilmektedir [2].

Amorf alaşımları oluşturan atomlar rastgele yerleşmişlerdir. Bu nedenle amorf yapıyı sağlamak için, alaşımı oluşturan elementlerin atomlarının kolayca kristalli yapıyı oluşturmaya imkân veren difüzyonun engellenmesi gerekmektedir. Bu kriter, amorf yapıyı oluşturan elementlerin atom çaplarının birbirlerinden farklı olması ile kolay olarak sağlanmaktadır. Literatürde bu farkın en az %12 olması gerektiği ifade edilmektedir. Şekil 1.1'de en çok kullanılan elementlerin atom yarıçapları toplu halde gösterilmiştir [2, 4].



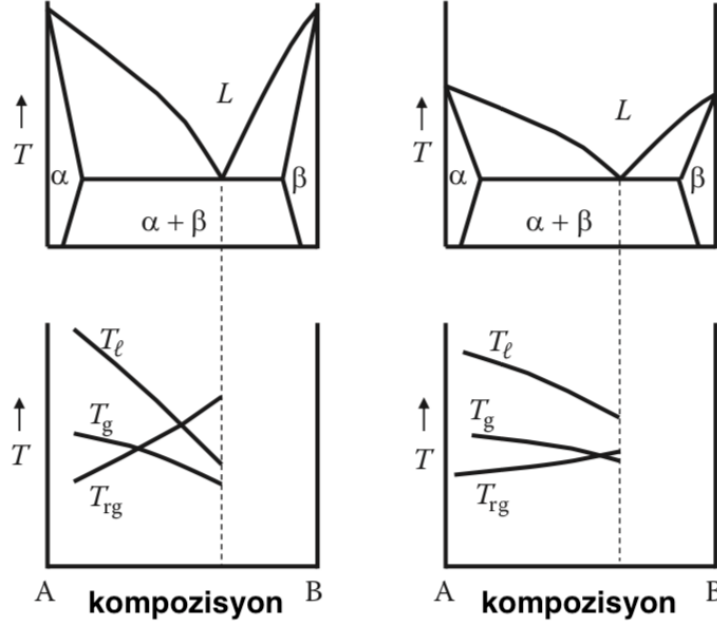
Şekil 1. 1. Metalik camları oluşturan elementlerin atomik yarıçapları [4].

Amorf yapının oluşması sıvı fazın kararlılığı ve kristalleşmeye karşı gösterdiği dirençle yakından ilgilidir. Ayrıca, sıvı fazın kararlılığı erimiş haldeki atomların kısa aralıklı yapısal ve kimyasal düzenine bağlıdır. Kristalizasyona karşı gösterilen direnç bir diğer önemli parametre olan katı amorf fazın kararlılığına ve çekirdeklenmeye bağlıdır. Örneğin, eriyik alaşımın kristalleşme hızı yavaş ve alaşım kompozisyonunun soğuma hızı yüksekse amorf yapının oluşma ihtimali oldukça yüksektir. Amorf alaşım, sıvı eriyiğin sıcaklığı camsı geçiş sıcaklığının altına getirilerek oluşturulur ve bu yapının viskozitesi oldukça yüksektir. Kristalleşme sıcaklığı (T_x) ile camsı geçiş sıcaklığı (T_g) arasındaki bölge aşırı soğutulmuş sıvı bölge olarak isimlendirilir ve $\Delta T_x = T_x - T_g$ olarak ifade edilmektedir. Aşırı soğutulmuş sıvı bölgeye sahip alaşımlarda kolay olarak amorf yapı sağlanabilmektedir. İyi bir amorf yapı oluşturmak için viskozite, camsı geçiş sıcaklığı olan T_g değerinde Turnbull'a göre 10^{12} Pa.s olması gerekmektedir. Bu nedenle camsı geçiş sıcaklığı ve viskozitenin yüksek olması kritik soğuma hızının daha düşük olmasını ve camlaşmanın daha iyi olmasını ifade eder.

Kristalizasyonu geciktirmek için camsı geçiş sıcaklığı alaşımı oluşturan elementlerin katkısıyla camsı geçiş sıcaklığının artırılmasıyla sağlanabilmektedir. Ancak, camsı geçiş sıcaklığının değişimi likidüs sıcaklığının değişiminden daha az etki sağlamaktadır. Şekil 1.2'de görüldüğü gibi T_{rg} değeri derin ötektik gösteren kompozisyonda daha yüksektir ve amorf yapı oluşturabilmek için gerekli kritik soğutma hızlarına daha kolay ulaşılabilir. Viskozitenin her sıcaklıkta her alaşım için farklı olması camsı geçiş sıcaklığının viskozite hakkında bilgi vermesini zorlaştırır. Bu nedenle amorf yapı oluşturmak için alaşımın kolay amorf olacağı derin ötektik yani alaşımın her bir elementinin erime noktasından daha düşük ötektik sıcaklığına sahip olduğu sistemlerden alaşım kompozisyonundan seçilmesi fayda sağlayacaktır. İndirgenmiş camsı geçiş sıcaklığı olarak tanımlanan $T_{rg} = T_g/T_1$ değerine göre bu değer $2/3$ 'den büyük olması çekirdeklenmeyi önlemek için yeterli bir değerdir. Minimum değer kabul edilerek $T_{rg} \cong 0,4$ için eriyik alaşımın amorf yapı olması mümkündür. Ancak, bu değerden daha büyük değer alması amorf yapı oluşmasını kolaylaştıracaktır.

Duwez ve arkadaşlarının ilk defa amorf olarak elde ettiği Au-Si amorf alaşımının ikili faz diyagramı derin ötektik göstermektedir [23]. Derin ötektik bölgedeki bileşimde alaşımın likidüs sıcaklığı her bir elementin erime sıcaklıklarından çok daha düşük olduğundan gerekli soğuma hızına kolaylıkla ulaşılabilen ve difüzyon kolaylıkla bastırılarak amorf yapı elde edilebilmektedir [2]. Kritik soğutma hızı amorf şeritlerin, amorf yapıda oluşmasının yanında yüzey kalitesini de yakından etkilediği için alaşımın bilinen kritik soğutma hızının üzerinde

değerler olarak üretilmesi gerekmektedir. Üretim yöntemi açısından kritik soğutma değerlendirecek olursa, alaşımın kritik soğutma hızı arttıkça yöntemdeki soğutma diskinin de hızının artmasının daha iyi cam oluşumu sağladığı tespit edilmiştir [24].



Şekil 1.2. Derin ötektik ve sığ ötektik gösteren alaşım kompozisyonu şematik gösterimi [4].

Likidüs sıcaklığının üzerinden camı geçiş sıcaklığının altına kadar soğutulan bir sıvıda U kristal büyüme hızına bağlı olarak eriyik içinde oluşan kristal faz yoğunluğu (X) şöyle ifade edilir:

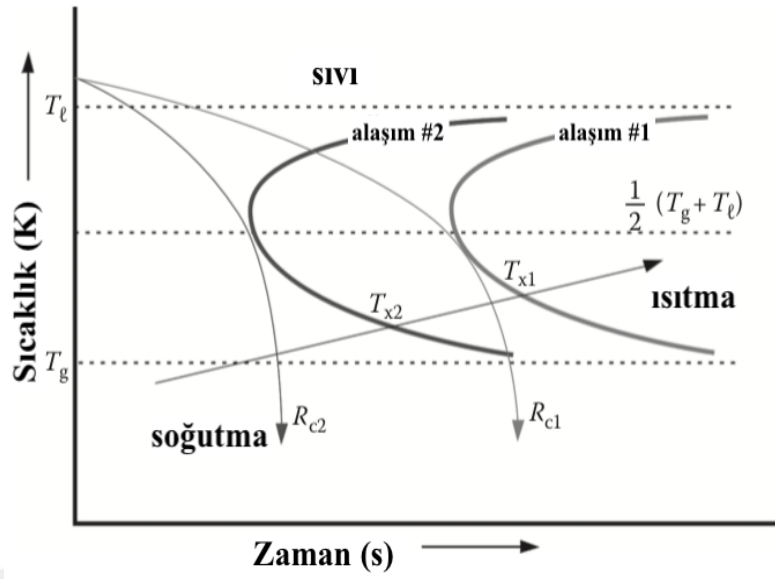
$$X(T) = \frac{4\pi}{3R^4} \int_{T_l}^{T_g} I(T') \left[\int_{T''}^{T_g} U(T'') dT'' \right]^3 dT' \quad (1.1)$$

Burada R soğutma hızını, T' eriyik üzerindeki sabit soğutma hızını, ifade eder. Oluşan kristal fazın oranı çok küçük bir değer olarak seçilirse, $X=10^{-6}$ gibi. Kritik soğutma oranı şu şekilde verilir:

$$R_c^4 = \frac{4\pi}{3 \times 10^{-6}} \int_{T_l}^{T_g} I(T') \left[\int_{T''}^{T_g} U(T'') dT'' \right]^3 dT' \quad (1.2)$$

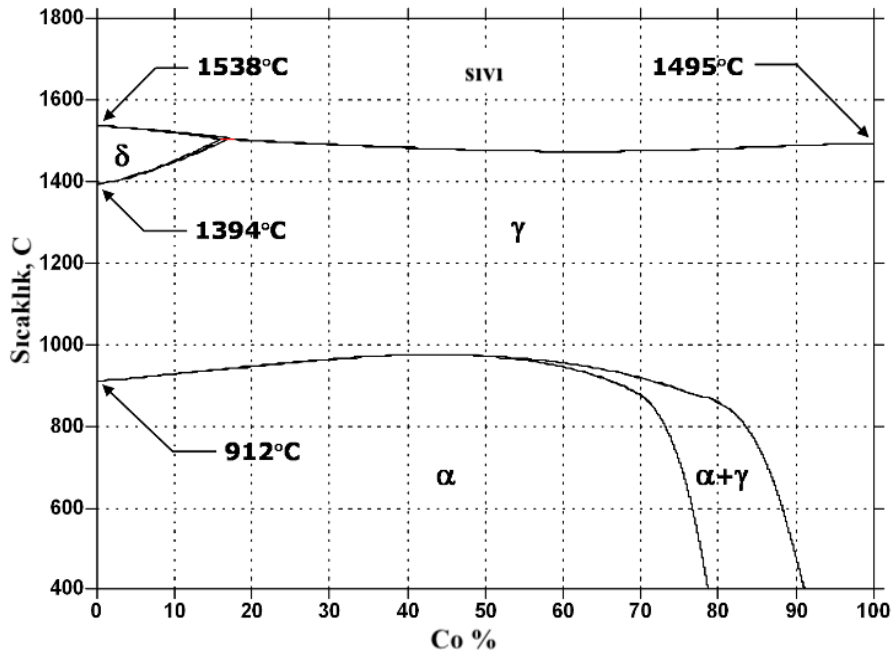
Kritik soğutma hızı viskozite gibi parametrelere bağlı olduğu için en iyi yöntem zaman sıcaklık dönüşüm diyagramlarından faydalanmaktadır.

Şekil 1.3'te verilen zaman sıcaklık dönüşüm diyagramı alaşımın camlaşma kabiliyeti hakkında bilinmesi gereken parametreleri yani; oluşum kinetiği ve erime sıcaklığının sıcaklık ile olan ilişkisini ifade etmektedir. Bu şekil, burun yöntemi olarak anılan C-eğrisinin ve kritik soğutma hızının ilişkisini ifade etmektedir. Bu diyagramda sıcaklık düşey ekseninde, zaman ise yatay ekseninde yer almaktadır. Sıvı eriyik, ergime sıcaklığının (T_m) üzerindeki sıcaklıklarda kararlı haldedir. Başlangıçta ergime sıcaklığının altında yapılan soğutmada sıvı aşırı soğumuş olarak ifade edilmektedir ve çekirdeklenerek kristal yapıya katı hale dönüşebilmesi nedeniyle kararsızdır. Fakat kısa sürelerde büyük aşırı soğuma ile atom hareketleri sıvı halden dönüşüm olmaksızın dondurulur ve cam geçiş sıcaklığının (T_g) altındaki sıcaklıklarda amorf yapı oluşur. Kristal dönüşüm başlangıcı ise çekirdeklenme ile meydana gelmektedir. Şekil 1.3'te iki tane kritik soğutma hızına sahip alaşım gösterilmiştir. Alaşım 2 için kritik soğutma hızı alaşım 1 için gösterilen kritik soğutma hızından yüksektir. Bu nedenle, kritik soğutma hızına ulaşmak alaşım 1'e göre alaşım 2'de daha zor olacağı için alaşım 2'de amorf yapı oluşturulması daha zordur. Gösterilen R_{c2} hattı boyunca eriyik alaşım hızlı soğutulursa 2 numaralı alaşım için camsı geçiş sıcaklığı (T_g) altına geldiğinde amorf yapı oluşacak şekilde eriyik dondurulmuş olur [4]. Eğer aşırı soğumuş sıvının sıcaklığı kristalleşme oluşmadan daha da azalırse sıvının viskozitesi sürekli artacaktır. Bu durum sonucunda sıvı T_g sıcaklığının altında artık dondurulmuş ve amorf yapı halini almış olacaktır. Eğer alaşım kritik soğutma hızından daha düşük soğutma hızında soğutulursa mikroyapıda tamamen homojen amorf yapı oluşumu sağlanmayacaktır. Bu nedenle amorf yapı için en temel kural sıvı alaşımın kritik soğutma hızından (R_c) daha yüksek hızda T_g sıcaklığının altına soğutulmasıdır. Şekil 1.3'te gösterilen T_x değeri kristalleşme sıcaklığını ifade etmektedir. Alaşım 1 için kristalleşme sıcaklığı 2 numaralı alaşım için kristalleşme sıcaklığından daha yüksektir. Kristalleşme sıcaklığı kristalleşmeye olan direnç sıcaklık olarak düşünüldüğünde amorf yapının kararlılığı kristalleşme sıcaklığının yüksekliği ile bağlantılı olmaktadır. Kristalleşme sıcaklığı (T_x) değeri eğer eriyikler aynı kararlılığa sahipse tek başına kullanışlıdır. Eğer farklı T_1 ve T_g değerlerine sahipse kararlılık $(1/2)(T_g+T_1)$ değeri ile T_x değerini ifade etmektedir [4, 25].



Şekil 1.3. Zaman sıcaklık dönüşüm diyagramı ve kritik soğutma hızı [4].

Fe-Co esaslı alaşımlar için çoklu faz diyagramları üretilmediği için alaşımların ana elementlerini içeren faz diyagramları kullanılmaktadır. Şekil 1.4 Fe-Co esaslı alaşımların faz diyagramını göstermektedir.



Şekil 1.4. Fe-Co faz diyagramı [23].

1.5. Termodinamik ve Kinetik İnceleme

Amorf malzeme üretmek için yapılan çalışmalarda araştırmacılar, yüksek cam yapı oluşturma kabiliyetine sahip alaşım sistemlerini tahmin etmek üzerine çalışmalar yürütmüşlerdir. Dengedeki sıvının soğutulması ile cam yapı elde edilmesi, aşırı soğutulmuş sıvıda kristalleşmenin önlenmesi ile aynı anlama gelmektedir. Eğer sıvıda kararlı hal çekirdeklenmesi olduğu farz edilirse, çekirdeklenme hızı termodinamik ve kinetik faktörlerin çarpımı ile hesaplanmaktadır.

$$I = AD \exp \left[\frac{-\Delta G^*}{kT} \right] \quad (1.3)$$

ΔG_{l-s} kristalleşme için itici güç olmaktadır. Bu bilgiler ışığında, itici güç (termodinamik etken), yayılma gücü (D), viskozite (kinetik etken) ve yapı faktörü çok bileşenli alaşımlarda cam oluşumunun anlaşılması için önemli parametreleri oluşturmaktadırlar [20, 26].

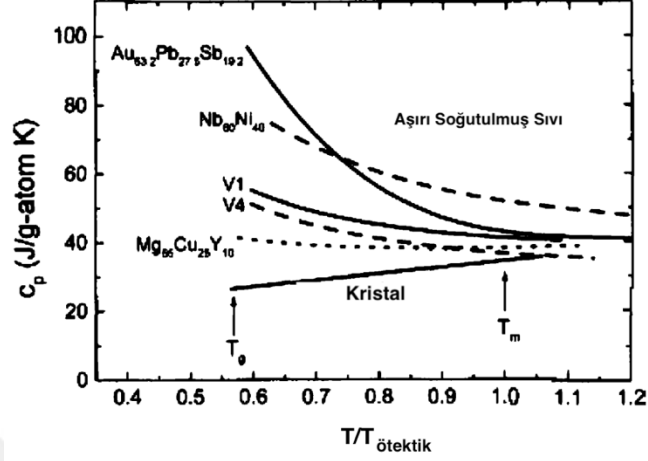
1.5.1. Termodinamik İnceleme

Sıvı faz ile kristalin faz arasındaki enerji farkının (ΔG_{l-s}) düşük değerlerde olması durumunda cam yapı oluşturma kabiliyetinin daha yüksek olduğu gözlenmiştir. ΔG_{l-s} değeri spesifik ısı kapasitesi (ΔC_p) ile yakından ilgilidir. Aralarındaki ilişki şu şekilde verilmiştir:

$$\Delta G_{l-s}(T) = \Delta H_f - \Delta S_f T_0 - \int_T^{T_0} \Delta C_p^{l-s}(T) dT + \int_T^{T_0} \frac{\Delta C_p^{l-s}(T)}{T} dT \quad (1.4)$$

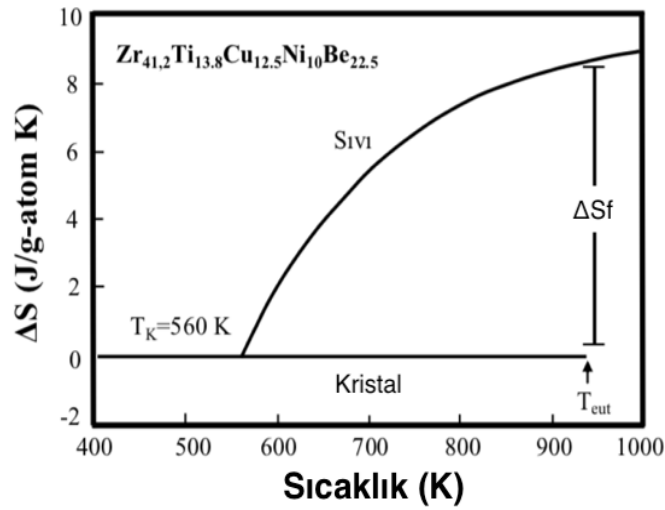
Denklemdaki ΔH_f ve ΔS_f ifadeleri, kristal yapının ve sıvının dengede olduğu T_0 sıcaklığında sırasıyla entalpiyi ve entropiyi göstermektedir. Yüksek ΔS_f değeri çok bileşenli alaşımlarla ilgilidir. Bu yüzden, alaşım bileşenlerinin çoğalması ΔS_f 'nin artmasına ve dolayısıyla amorf yapı oluşturma kabiliyetinin yükselmesine yol açmaktadır. Düşük ΔG_{l-s} ; düşük ΔH_f ve yüksek ΔS_f anlamına gelmektedir. Şekil 1.5'te çeşitli alaşımlar için aşırı soğutma ile spesifik ısı kapasitesi (C_p) arasındaki ilişki gösterilmiştir. Görüldüğü gibi, ergime sıcaklığındaki sıvının C_p 'si kristal halde olandan daha fazladır ve aşırı soğutma ile

daha da yükselmektedir. Öte yandan, ΔG_{l-s} değeri de C_p ile yakından ilgili olduğundan cam yapı oluşumunda önemli etkiye sahiptir.



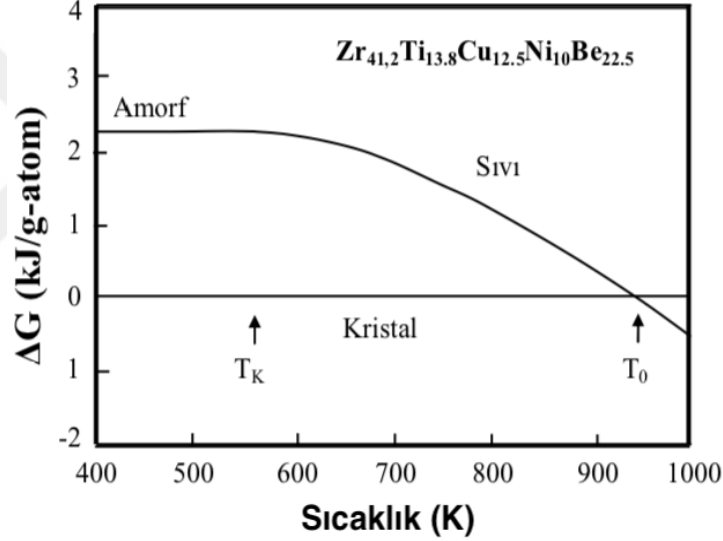
Şekil 1.5. Çeşitli alaşımlar için aşırı soğutma ile spesifik ısı kapasitesi (C_p) arasındaki ilişki [26].

Aşırı soğutulan $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ sıvı alaşımın kristal yapıya nispetle hesaplanmış entropisi aşağıdaki Şekil 1.6'da gösterilmiştir. Aşırı soğutulmuş sıvının entropisi, kristalin ve camın sıcaklığa göre entropi değişiminin kesiştiği sıcaklıkta (Kauzmann sıcaklığı (T_K)), kristal yapının entropisine ulaşana kadar, aşırı soğutmanın azalmasına bağlı olarak düşüş göstermektedir [26].



Şekil 1.6. Aşırı soğutulan $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ alaşımında sıcaklığa ve kristal yapıya göre entropi değişimi [26].

$Zr_{41,2}Ti_{13,8}Cu_{12,5}Ni_{10}Be_{22,5}$ alaşımında sıcaklığa ve kristal yapıya göre hesaplanan Gibbs serbest enerjinin fonksiyonu Şekil 1.7’de gösterilmiştir. Yüksek aşırı soğutma için aşırı soğutulan sıvı metalin bağıl kararlılığına bağlı olarak gerçek Gibbs serbest enerji değişiminin daha küçük hale geldiği görülmektedir. Bu kararlı hale geçiş, serbest hacim azalmasıyla oluşan ısı kapasitesi artışından ve büyük olasılıkla alaşım eriyiğindeki kısa mesafeli düzenin aşamalı olarak kazanılmasından kaynaklanmaktadır. Sıvı ve katı hal arasındaki hesaplanan Gibbs serbest enerji değişimi yüksek aşırı soğutmada dahi küçük değerde kalmaktadır. Bu küçük Gibbs serbest enerji değişimi alaşımın camlaşma kabiliyetinde yardımcı etken olarak düşünülmektedir [26, 27].



Şekil 1.7. Sıcaklı ve kristal hale göre hesaplanmış Gibbs serbest enerji fonksiyonu [26].

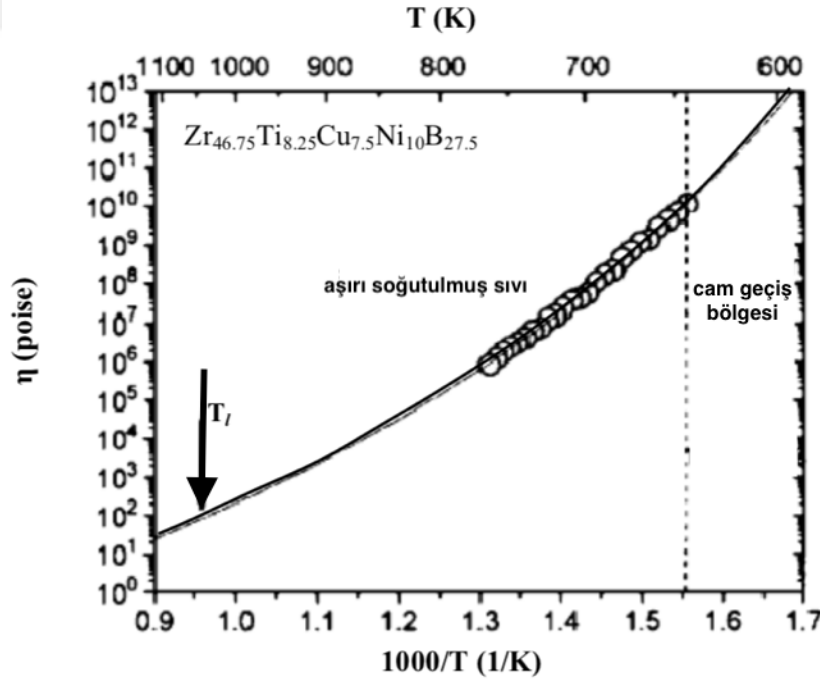
1.5.2. Kinetik İnceleme

Amorf alaşımların camlaşma kabiliyetini daha iyi anlayabilmek için, öncelikle bu alaşımlardaki kristalleşme kinetiklerinin incelenmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Kinetik parametreler genellikle viskoziteden (η) elde edilebildiği için, aşırı soğutulmuş sıvının en önemli kinetik parametresi olarak viskozite ortaya çıkmaktadır. Bir sıvının viskozite

değişimi aşırı soğutmanın bir fonksiyonu olarak farklı sıvıların karakterize edilmesi ve sınıflandırılmasında kullanılabilir. Çünkü viskozitedeki değişim aşırı soğuma esnasında atom hareketlerindeki değişimi göstermektedir. Denge viskozitesinin sıcaklıkla olan fonksiyonunu ifade etmek için Vogel-Tamman-Fulcher (VTF) modeli tanımlanmıştır. VTF modelinde viskozite Denklem 1.5'deki gibi ifade edilmektedir:

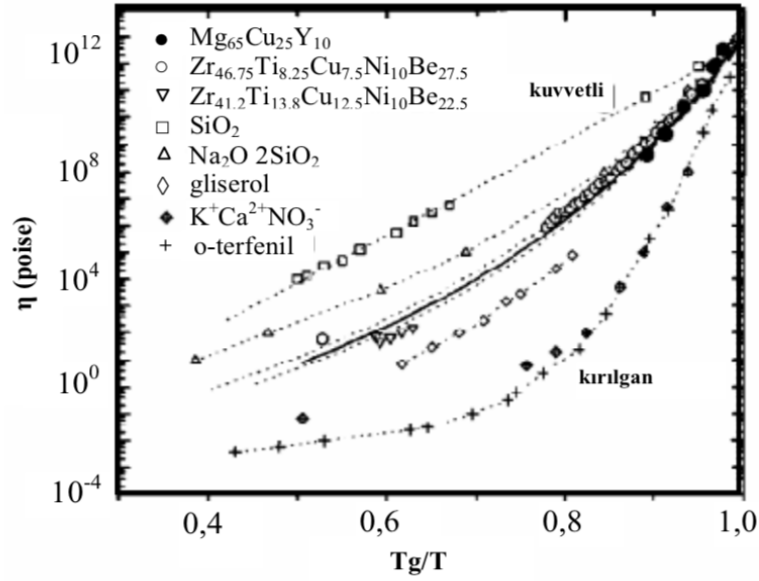
$$\eta(T) = \eta_0 \exp \left[\frac{DT_0}{T - T_0} \right] \quad (1.5)$$

Burada; D , Stokes-Einstein eşitliği ile $D = k_B T / (6\pi R \eta)$ sıvının özelliğini ifade eden kırılma parametresi olarak tanımlanmaktadır. Sıvılar $D \leq 10$ ise kırılma, $D \geq 20$ ise kuvvetli sıvı olarak isimlendirilirler. Kuvvetli sıvılar, yüksek denge eriyik viskozitesine sahiptir [28]. Kırılma parametresinin sıvının camlaşma kabiliyetini tam olarak açıklaması beklenemez. Çünkü camlaşma kabiliyeti hem termodinamik hem de kinetik parametrelere bağlı olmaktadır. Şekil 1.8'de $Zr_{41,2}Ti_{13,8}Cu_{12,5}Ni_{10}Be_{22,5}$ amorf alaşımı için sıcaklık-viskozite değişimi gösterilmiştir.



Şekil 1.8. Amorf metal alaşımının aşırı soğutulmuş sıvısı için sıcaklık-viskozite değişimi [26].

Kuvvetli sıvı davranışı, aşırı soğutulmuş halde yüksek viskozite ve yavaş kinetiği ifade etmektedir. Bu durumda eriyikteki kararlı çekirdek oluşumu gecikmektedir. Termodinamik olarak tercihli fazların büyümesi, bileşenlerin zayıf hareketleri ile kısıtlanır. Aşırı soğutulmuş sıvı durumda kristal fazın, çekirdeklenme ve büyümesi zordur. Neticede, yüksek camlaşma kabiliyeti ve aşırı soğutulmuş sıvı halin yüksek kararlılığı sağlanmaktadır. Şekil 1.9'da cam yapı oluşturan çeşitli sıvıların viskozitelerinin karşılaştırılması verilmiştir [26, 27].



Şekil 1.9. Cam yapı oluşturan çeşitli sıvıların viskozitelerinin karşılaştırılması [26].

1.6. Amorf Yapının Özellikleri

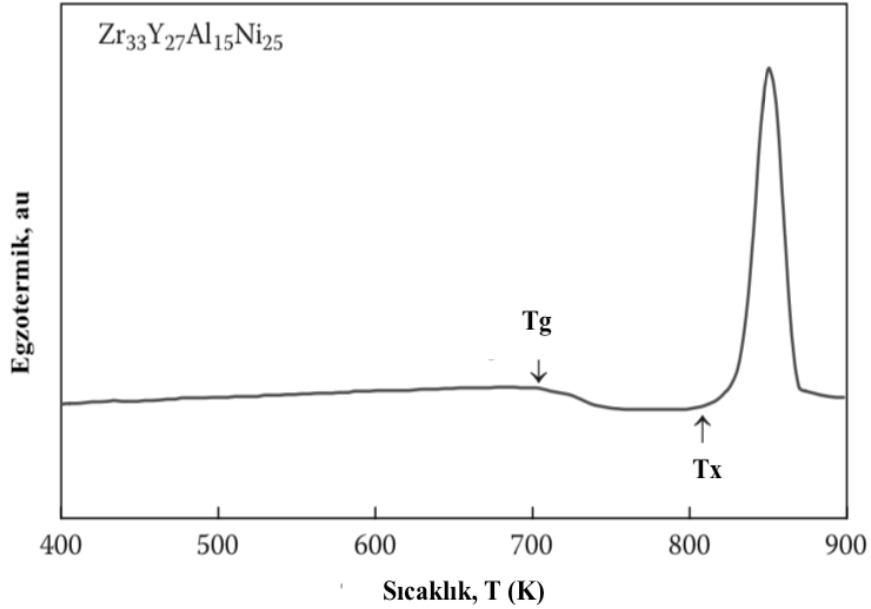
1.6.1. Amorf Yapının Isıl Özellikleri

Amorf yapı gösteren malzemelerin Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) analizlerinde, camsı geçiş sıcaklığı (T_g), kristalleşme sıcaklığı (T_x) ve erime sıcaklığı (T_m) olarak üç önemli parametre tanımlanmaktadır. Amorf alaşımlar, ısıl işlem gördüklerinde enerjilerini kaybederek yarı kararlı durumdan daha kararlı duruma geçiş özelliği

göstermektedir. Yüksek sıcaklıklarda ise daha kararlı durum olan kristal hale dönüşmektedirler.

Kristalleşme durumu, kristalleşme sıcaklığının tanımlanabildiği büyük bir endotermik pik ile gösterilmektedir. Bu pik noktasından kristalleşme sıcaklığı (T_x) tanımlanmaktadır. Son dönüşüm noktası ise alaşımın ergime noktasına karşılık gelmektedir ve endotermik olan T_m ile ifade edilmektedir. Şekil 1.10'da $Zr_{33}Y_{27}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımının ısıtılması sırasında elde edilen DSC eğrisi gösterilmiştir.

DSC analizlerinde elde edilen camsı geçiş sıcaklığının (T_g) varlığı bu alaşımın cam özelliği için kuvvetli bir delil olmaktadır. Ancak tüm cam alaşımlar, özellikle melt spinning yöntemiyle üretilen cam şeritler, DSC analizlerinde belirgin olarak T_g dönüşüm pikini göstermeyebilirler. Bunun nedeni, hızlı katılaştırma yöntemi ile üretilen şeritler için T_g ve T_x arasındaki farkın genellikle çok küçük olması ve her durumda T_g 'nin varlığının açıkça tespit edilememesidir. Sadece Au-Ge-Si gibi bazı alaşım sistemleri belirgin camsı geçiş sıcaklığı göstermektedir [2, 4].

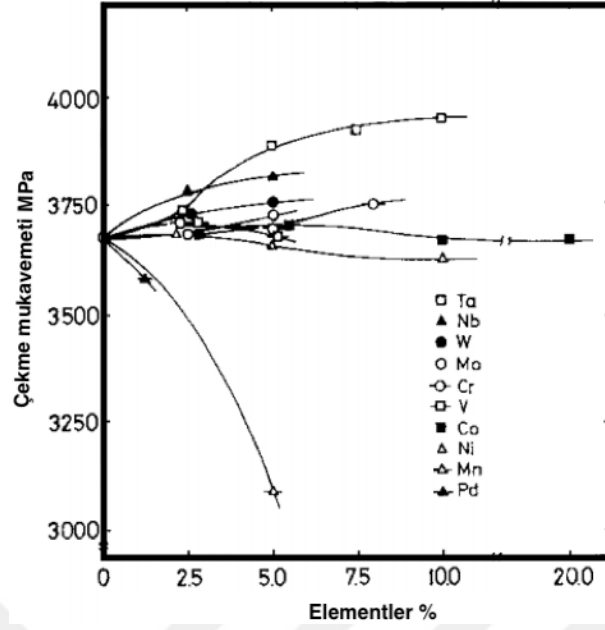


Şekil 1.10. $Zr_{33}Y_{27}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımının ısıtılması sırasında elde edilen DSC eğrisi [4].

1.6.2. Amorf Yapının Mekanik Özellikleri

Malzemelerin mekanik davranışları kullanımları açısından büyük öneme sahiptir. Mekanik özellikler bir takım mekanik testlerle belirlenmektedir. Bilindiği üzere metalik elementler düzenli kristal yapı sergilerler ve bunların mekanik davranışları genellikle içerdikleri kristal hatalara, özellikle dislokasyon yoğunluğuna bağlı olarak değişiklik gösterirler. Dislokasyonların yapıdaki varlığının, malzemenin düşük mukavemetinin (teorik mukavemete kıyasla) ve plastik deformasyon davranışın nedeni olduğu bilinmektedir. Amorf yapılar, kristal hataları içermemelerinden dolayı yüksek teorik mukavemet ve düşük süneklik sergilemeleri beklenir.

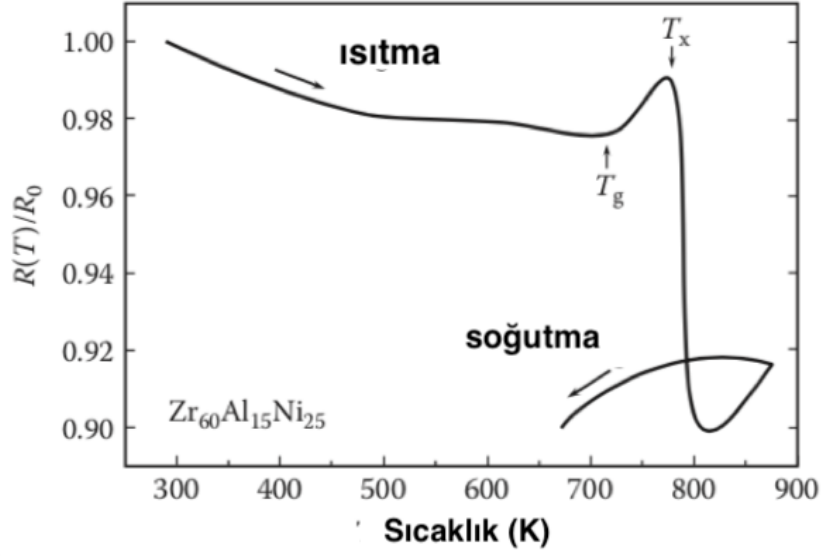
Amorf metaller, özellikle Fe ve Co esaslı olanlar, 3 GPa'dan daha fazla çekme mukavemetine sahip olan son derece yüksek mukavemetli alaşım grubuna aittir. Şekil 1.11'de Fe-Si-B amorf alaşımına değişik element katkılarının çekme mukavemeti üzerine etkisi gösterilmiştir. Şekilden 1.11'den görüldüğü üzere, alaşımın çekme mukavemeti Fe'nin nispeten küçük miktarlarda Ta, Nb, W, Mo, V ve Cr elementleri ile yer değiştirmesiyle önemli miktarda artmıştır. Co ve Ni elementlerinin ilavesi çekme mukavemetinde önemli bir değişiklik meydana getirmezken, Mn ve Pd elementleri katkısı çekme mukavemetinde azalmaya yol açmıştır [29].



Şekil 1.11. Fe-M-Si-B amorf alaşımında farklı element katkılarının çekme mukavemeti üzerine etkisi (M = V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Co, Ni or Pd) [29].

1.6.3. Amorf Yapının Elektriksel Özellikleri

Amorf alaşımlar, iç yapıdaki düzensizlikten dolayı kristal yapı gösteren alaşımlara göre çok daha yüksek elektrik direnci gösterirler. Bu nedenle amorf metal alaşımların elektriksel iletkenlikleri kristal yapılı metal ve alaşımlara kıyasla çok düşüktür. Uzun atomik düzenin olmaması, amorf malzemelerin yüksek elektrik direnci (100-200 $\mu\Omega\text{cm}$) sergilemelerine yol açmaktadır. Şekil 1.12'da melt spinning yöntemi ile üretilen $Zr_{60}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımın ısıtma ve soğutma şartlarında elektrik direncinin sıcaklıkla değişimi verilmiştir. Burada $R(T)$, T sıcaklığındaki direnci ve R_0 300 K'deki direnci göstermektedir. Elektrik direncinin, 300 K'den T_g değerine ısıtma esnasında artan sıcaklıkla birlikte azalmaktadır. Elektrik direncinin değişmesi, sıcaklık ile kristalleşme sıcaklığına kadar hemen hemen doğrusal bir değişim sergilemektedir. Kristalleşmenin oluşumu ile birlikte (T_x sıcaklığı), elektrik direnci hızlı bir şekilde düşmektedir [30].



Şekil 1.12. Melt spinning yöntemi ile üretilen $Zr_{60}Al_{15}Ni_{25}$ amorf alaşımın ısıtma ve soğutma şartlarında elektrik direncinin sıcaklıkla değişimi [30].

1.6.4. Amorf Yapının Faz Dönüşümleri

Bir sistemin sabit sıcaklık ve basınçta termodinamik kararlılığı, Gibbs serbest enerjisi (G) bağıntısı ile belirlenmektedir. Gibbs serbest enerjisi, $G = H - TS$ olarak tanımlanmaktadır. Burada; H entalpiyi, T ise sıcaklığı ve S entropiyi göstermektedir. Kristal yapıları metallere en güçlü atomik bağa ve dolayısıyla en düşük entalpiye sahiptirler. Düşük sıcaklıklarda katı fazlar en kararlı halde bulunmaktadır. Diğer taraftan, metalik malzemelerin atomik titreşim frekansları artan sıcaklıkla artar ve entropi (S) de yükselir [22].

Kararlı haldeki metalik malzemelerde Gibbs serbest enerjisi, mümkün olan en düşük değerine ulaşmışsa, verilen sıcaklık ve basınç koşulları altında başka herhangi bir faza (veya fazlara) dönüşüm olmayacaktır. Termodinamik olarak, sistem kararlı dengede olacaktır. Yüksek sıcaklıklarda katı fazlarda TS değeri daha baskın olacak ve atomların serbest hareketleri dolayısıyla fazların serbestliği artacaktır. Bir başka ifadeyle, serbest enerjideki değişim (ΔG) negatif değer alacaktır. $\Delta G = \Delta H_f - T\Delta S_f$ olarak tanımlanan ifadeye göre sistem, G değeri en düşük olduğunda veya ΔG negatif olduğunda kararlı hale gelmektedir. ΔG 'nin negatif değer alması, ΔH_f değerinin azalması, ΔS_f değerinin artması veya her ikisinin birlikte vuku bulması ile elde edilebilmektedir. Entropi değişimi (ΔS), alaşım sistemindeki

artan bileşenle artacaktır. Böylece, ΔH_f sabit kalsa bile, alaşım sistemi çok sayıda bileşenden oluştuğu zaman artan entropi nedeniyle serbest enerji daha düşük olacaktır.

Bir alaşım sisteminde bu parametrelerin tamamını kontrol etmek zor olacağından, serbest enerjiyi azaltmanın en kolay yolu, alaşım sisteminde çok sayıda bileşen bulundurarak ΔS_f değerini arttırmak olacaktır. Bu nedenle, üçlü ve daha yüksek alaşım sistemlerinde amorf fazların elde edilmesi ikili alaşım sistemlerine göre daha kolay olmaktadır [4, 27].

1.7. Amorf Yapının Camlaşma Kabiliyetini Etkileyen Faktörler

Amorf alaşım elde etmek için teorik olarak, eriyik haldeki alaşımın yeterli yüksek soğutma hızı ile katılaştırılması gerekmektedir. Günümüze kadar yapılan çalışmalar, her alaşımın amorf yapı halinde elde edilmesinin mümkün olmadığını göstermiştir. Bir alaşımın amorf yapılı olarak elde edilebilmesi için malzemenin bazı şartları sağlaması gerektiği tespit edilmiştir.

Ergime noktasının altındaki bir sıcaklığa soğutulan bir metal veya alaşım ya kristalleşir ya da amorf yapı oluşturur. Kristalleşme sırasında, viskozite, entropi, hacim ve iç enerji süresiz olarak değişir ve dönüşüm ilk sırada yer alır. Bununla birlikte amorf yapının oluşumunda, bu özellikler sürekli olarak değişir, bu değişim camsı geçiş sıcaklığında (T_g) daha hızlı olabilmektedir [4].

Amorf bir malzemenin kristalleşmesi, çekirdeklenme ve büyüme süreçleriyle gelişmektedir. Kristalleşme hızı, bu işlemlerin her birini veya her ikisini birlikte azaltarak bastırılmaktadır. Turnbull ve Cohen (1969) çekirdeklenme teorisini ve bir dizi varsayımı kullanarak Denklem (1.6)'da verilen çekirdeklenme hızı bağıntısını oluşturmuşlardır [10]. Aşırı soğutmanın bir fonksiyonu olarak çekirdeklenme hızı (I) şöyle tanımlanmaktadır:

$$I = \frac{k_n}{\eta(T)} \exp \left[-\frac{b\alpha^3\beta}{T_r(\Delta T_r)^2} \right] \quad (1.6)$$

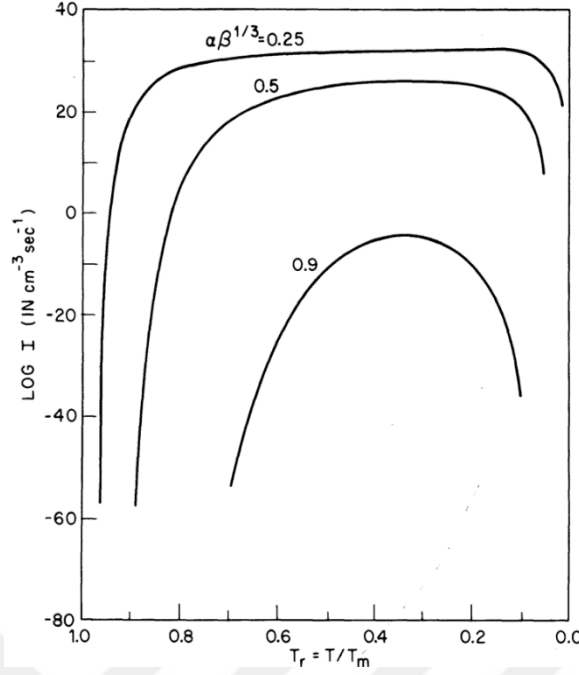
Burada; b , şekil faktörü ($16\pi/3$), k_n , kinetik sabiti, $\eta(T)$ ise T sıcaklığındaki viskozite olarak tanımlanır. İndigenmiş sıcaklık olarak ifade edilen T_r kristalleşme sıcaklığının mutlak

sıcaklığa oranı olarak verilmektedir ($T_r = T/T_1$). denklemde indirgenmiş sıcaklık değişimi $\Delta T_r = (T_m - T) / T_m$ olarak ifade edilmiştir [4, 10]. Denklemde yer alan α ve β boyutsuz parametreler olarak aşağıdaki verilen Denklem 1.7 ve 1.8'deki şekilde tanımlanmıştır:

$$\alpha = \frac{(NVc^2)^{1/3} \sigma}{\Delta H_f} \quad (1.7)$$

$$\beta = \frac{\Delta S_f}{RT_m} \quad (1.8)$$

Homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi aşağıdaki Şekil 1.13'te gösterilmiştir. Turnbull, camsı geçiş sıcaklığının (T_g) ergime sıcaklığına (T_m) oranı olan indirgenmiş camsılaşma sıcaklığının (T_{rg}) önemine dikkat çekmiştir. İndirgenmiş camsı geçiş sıcaklığı $T_{rg}(T_g/T_1)$ ile viskozite (η) birbiri ile yakından ilgilidir ve $\alpha\beta^{1/3}$ ise aşırı soğutulmuş sıvının termal kararlılığını ifade etmektedir. $\alpha\beta^{1/3}$ değeri 0,25'den küçük olan sıvıların kristalleşmesini baskılamak deneysel olarak imkânsız olduğu görülmüştür (Şekil 1.13). $\alpha\beta^{1/3}$ değeri 0,9'dan büyük olduğu zaman, sıvı herhangi bir soğutma hızında kristal yapılı olarak oluşamayacaktır. Bu nedenle, metalik eriyik malzemeler için $\alpha\beta^{1/3}$ değeri 0,5 kabul edilmiştir [10].



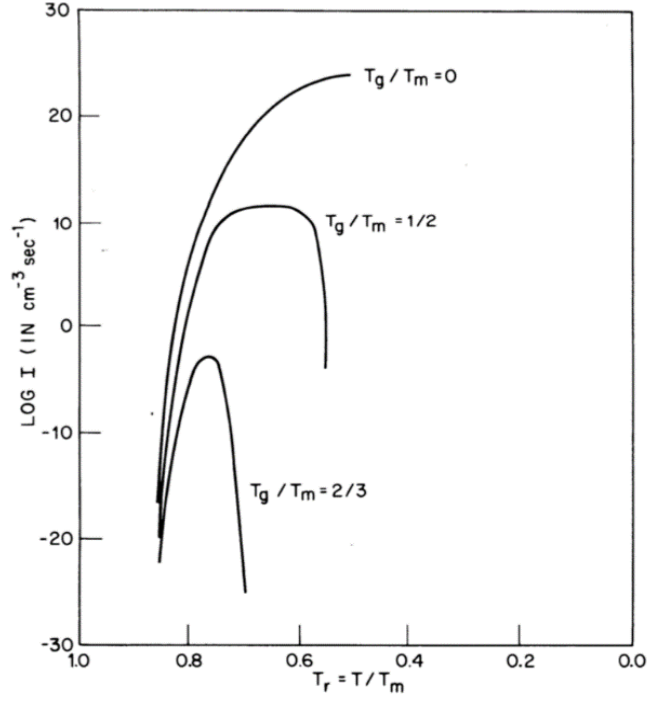
Şekil 1.13. $\alpha\beta^{1/3}$ 'nin çeşitli değerleri için homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi [10].

Büyüme hızı ise Denklem 1.9'da verilen eşitlik ile ifade edilmektedir:

$$U = \frac{10^2 f}{\eta} \left[1 - \exp \left(-\frac{\Delta T_r \Delta H_f}{RT} \right) \right] \quad (1.9)$$

Denklem 1.10'da yer alan f , atomik bağlantının meydana gelebileceği kristal yüzeylerdeki bölümleri temsil etmektedir. Ayrıca, η değeri arttıkça U değerinde düşüş meydana geleceği açıkça görülmektedir. Dolayısıyla buradan η değerinin camsı oluşumunun artmasına katkıda bulunacağı sonucu çıkarılabilir.

Şekil 1.14' te T_g/T_m oranının çeşitli değerleri için homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi verilmiştir. Sıvı-kristal ara yüzey gerilimi değeri kalorimetri ölçümü ile belirlenebilir ve deneysel olarak erişilebilen değerler genellikle 1 ile 10 arasındadır. Birçok sıvı için sıvı-kristal arayüzey gerilimi $\frac{1}{2}$ değeri olarak alınmaktadır. Turnbull kriterlerine göre, $\alpha\beta^{1/3}$ değeri metal malzemeler için yaklaşık olarak 0,5 alındığında $T_{rg} > 2/3$ değerinde cam yapı kolayca elde edilebilmektedir. T_{rg} , 0,5 değerini aldığı anda soğuma hızı yaklaşık olarak 10^6 K/s civarında olmaktadır [4, 10, 27].

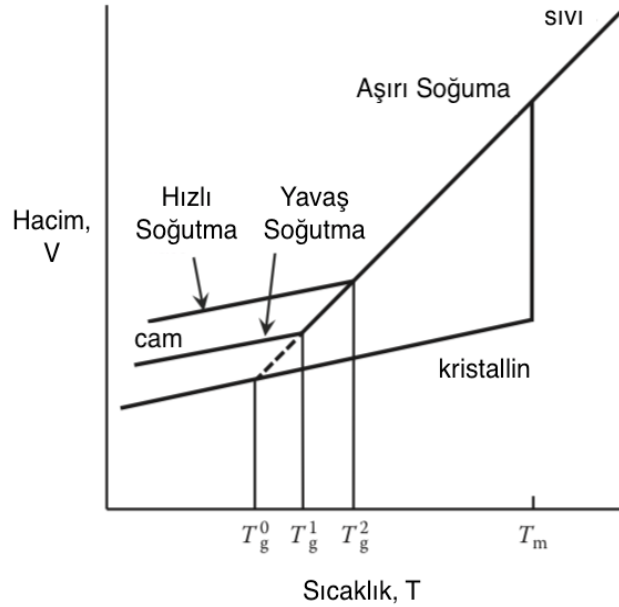


Şekil 1.14. T_g/T_m oranının çeşitli değerleri için homojen çekirdeklenme hızının (I) aşırı soğutma üzerindeki değişimi [10].

Camlaşma yeteneği, eriyik haldeki sıvı alaşımın kristalleşme olmaksızın camsı geçiş sıcaklığının (T_g) altındaki bir sıcaklığa hızlı bir şekilde soğutularak amorf yapı oluşturulmasıyla ilgilidir. Başka bir ifadeyle, her soğutma hızı değerinde amorf yapı elde edilemez, ancak belli soğutma hızı değerinde amorf yapı elde edilebilmektedir. Bu soğutma değerine kritik soğutma hızı (R_c) denmektedir ve bu oran alaşımı oluşturan elementlerin kompozisyonuna bağlı olarak değişmektedir. Camsı geçiş sıcaklığının belirli bir üst sınırı bulunmaktadır. Sınır sıcaklık değerinde, malzeme kristal yapı göstermeye başlamaktadır. Bu sıcaklık kristalleşme sıcaklığı (T_x) olarak adlandırılır. T_m ise ergime sıcaklığını göstermektedir [10].

İnce şeritler halinde üretilen metalik camlar geleneksel olarak metal-metaloid ve metal-metal şeklinde iki gruba ayrılmaktadır. Metal-metaloid tipi metalik camların yapısal modelleri, bu camların oluşturulması için metal atomları (3d geçiş metalleri Fe, Ni, Co gibi) kompozisyonun yaklaşık %80 ve metaloid atomları (genellikle P, B, C ve Si)

kompozisyonunun %20 olduğu oranın en uygun bileşim olduğu ortaya konmuştur. Bununla beraber, metal-metal tipi camlarda ise bileşimler üzerinde böyle bir kısıtlama yoktur. Metal-metal tipi camlarda elementlerden herhangi biri %9 kadar küçük bir değerde veya %50 civarında büyük bir orana sahip olabilmektedir. Şekil 1.15 amorf ve kristal yapılar için malzeme hacminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi, soğuma hızının düşük olduğu durumlarda, T_m olarak gösterilen katılaşma/ergime noktasında sıvı kristallenir ve hacminde hızlı bir azalış meydana gelir. Yavaş soğutma durumunda (kristal yapı malzemeler) kristalli hale gelen malzemenin hacmi, düşen sıcaklıkla beraber düşmeye devam etmektedir. Soğuma hızı yeterli yüksekliğe sahip olduğu durumda ise, T_m noktasında kristalleşme gerçekleşmez ve camsı geçiş sıcaklığına (T_g) ulaşıldığında aşırı soğumuş sıvının hacim-sıcaklık eğrisinin eğiminde bir değişim meydana gelerek eğim, kristalli malzemenin eğimine paralel hale gelmektedir. Camsı geçiş ve katılaşma sıcaklıkları arasındaki bölgede kalan ve aşırı soğutulmuş sıvı olarak adlandırılan malzeme, camsı geçiş sıcaklığının altında yaklaşık 10^{12} Pa.s viskozite değerlerine ulaştığında amorf olarak adlandırılmaktadır. Şekilden de görüldüğü gibi, soğuma boyunca sıvının hacminde düzenli bir azalma meydana gelmektedir [6, 10, 31].

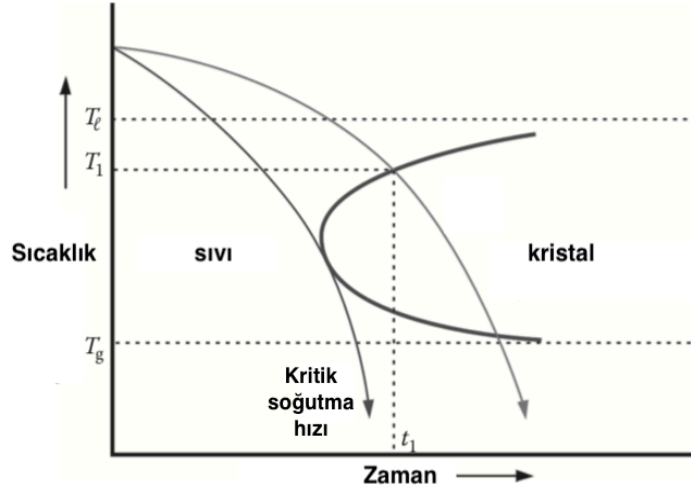


Şekil 1.15. Cam ve kristal yapılar için malzeme hacminin sıcaklığa bağlı olarak değişimi [4].

Eriyik haldeki alařım erime noktasının altındaki sıcaklılara sođutulduđu zaman sođutma hızının takip ettiđi yola gore kristalleřme ya da ařırı sođutulmuř sıvı halini almaktadır. Duřuk sođuma hızlarında atomlar sıralanarak bir katı kristal oluřturmak iin yeterli zamana sahip olabilirler. Atomların eriyik sıvı iinde hapsedilmesi ile cam oluřması iin daha yuksek sođutma hızları gerekmektedir. Kritik sođuma hızı (R_c) deđerinden daha hızlı bir sođutma hızı deđerinde kristalleřme engellenerek ařırı sođutulmuř sıvı elde edilir. R_c deđeri ne kadar kuuk deđer alırsa alařımın camlařma yeteneđi o kadar fazla olacaktır. Kritik sođutma hızı řu řekilde ifade edilir:

$$R_c \cong \frac{T_l - T_n}{t_n} \quad (1.10)$$

Denklem 1.10’da T_l sıvının sıcaklıđını gosterirken T_n ve t_n C-eđrisinin burnundaki sıcaklık ve zamanı gostermektedir. Kritik sođutma hızını deneysel olarak olmenin en kullanıřlı yolu zaman sıcaklık donuřum (TTT) diyagramlarından faydalanmaktır [4]. řekil 1.16’da zaman sıcaklık donuřum (TTT) diyagramı gosterilmektedir [31]. Kritik sođutma hızı camlařma iin gerekli sođutma hızını ifade eder ve alařımın kompozisyonuna bađlıdır [2, 32]. Zaman sıcaklık donuřum diyagramına gore amorf yapının oluřumunun gerekleřtirilmesi iin eriyik alařım sıvı halden oda sıcaklıđına kadar kristalizasyon bařlangı eđrisini kesmeden sođutulması gerekmektedir. Kristalleřmesi uzun suren ve iyi bir cam yapı gosteren malzemeler genelde otektik alařımlardır [31].

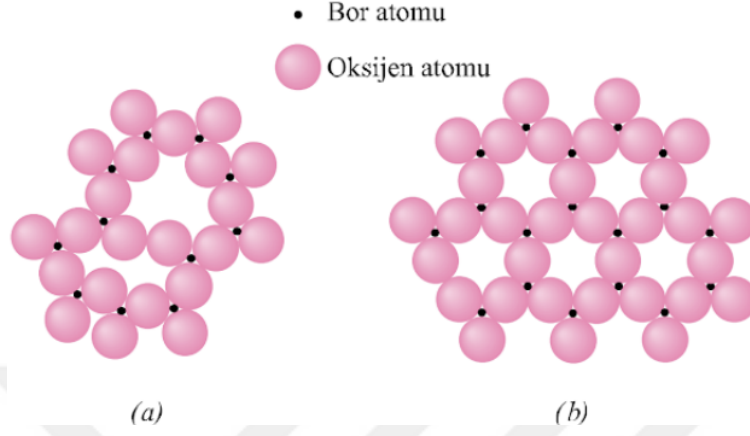


Şekil 1. 16. Zaman sıcaklık dönüşüm (TTT) diyagramı [25].

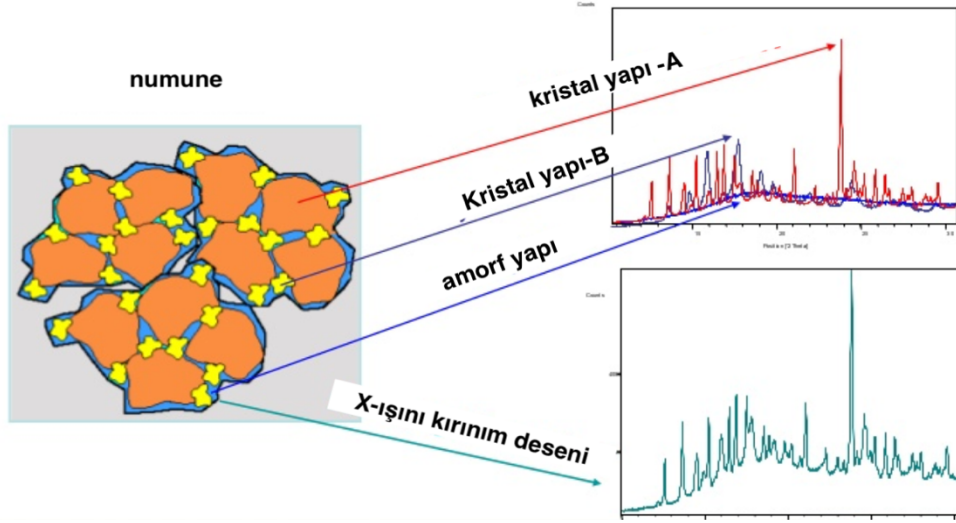
1.8. Amorf Alaşımlarda Atomik Yapı

Atomların dizilim düzenine göre malzemelerde kristal ve amorf olmak üzere iki çeşit yapı gözlemlenmektedir. Metaller doğada kristal yapıları olarak bulunmaktadır. Metallerin kristal yapıda olduğunun en önemli delili atomların üç boyutta periyodik olarak yerleşim göstermeleridir. Burada en belirgin özellik olarak simetrik dizilim ortaya çıkmaktadır. Diğer bir ifadeyle, eğer kristal yapı içerisindeki bir atomun koordinatları ve birim hücrenin yapısı biliniyorsa, diğer atomların pozisyonları da tahmin edilebilmektedir [4]. Atomun pozisyonuna bakılmaksızın en yakın komşu mesafesi ve komşu atom sayısı aynıdır. Örneğin, yüzey merkezli kübik yapı (YMK) için birinci en yakın atom mesafesi $a\sqrt{2}/2$ 'dir. Burada a kristal örgü parametresidir. YMK yapı için her atom en yakın 12 komşuya (koordinasyon sayısı) sahip olmaktadır. En yakın komşu mesafesi ve komşu atom sayısı, diğer kristal yapılar için farklıdır. Temel atomların düzenlenmediği farklı şekillerde simetrik dizilimde kısıtlamalar vardır, bundan dolayı üç boyutlu uzayda sınırlı sayıda kristal düzenleri görülmektedir. Bu nedenle, yalnızca 7 kristal sistem, 14 Bravais örgüsü ve 230 uzay grubu bulunmaktadır. Bravais örgüsünde her örgü noktasına farklı atomları yerleştirerek yeni kristal yapısı üretmek mümkündür. Bu sebeple, esas kristal yapı sayısı sınırsız olmaktadır. Ancak, sonsuz sayıdaki bütün düzenlemeler, 14 Bravais örgüsünden biri ile tanımlanabilir [4, 29]. Şekil 1.17'de bor oksit (B_2O_3) bileşiğinin amorf ve kristal durumdaki atomik yapısı gösterilmiştir [33]. Şekil 1.18'de amorf yapı ve kristal yapı X-ışını kırınım deseni

gösterilmiştir. Amorf yapıların X-ışını analizinde ise pikler olmasına rağmen bu piklerin çok keskin olmadığı görülmektedir [34].



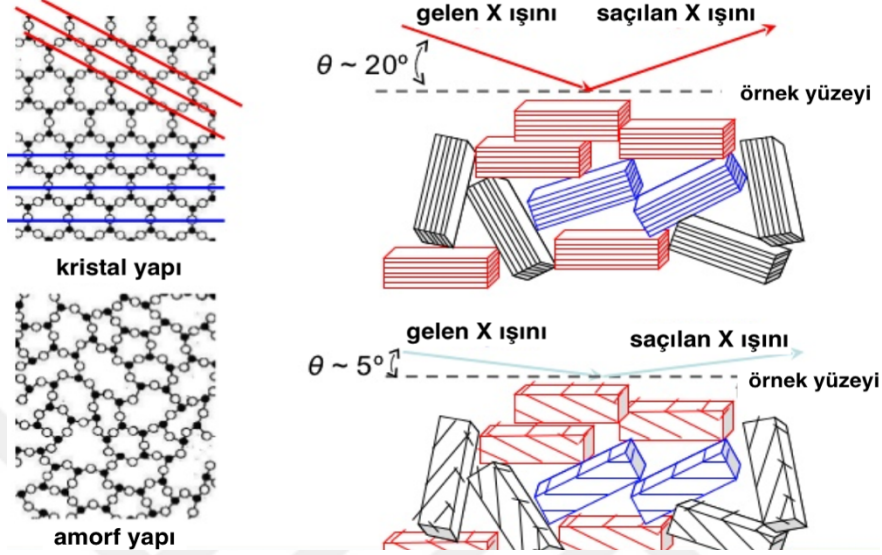
Şekil 1.17. Bor oksit (B_2O_3) bileşiğinin (a) amorf yapısındaki (b) kristal yapısındaki atom düzeni [33].



Şekil 1.18. Amorf yapı ve kristal yapı X-ışını kırınım deseni [34].

Şekil 1.19'da görüldüğü gibi amorf yapılardaki atomik düzensizlikten dolayı küçük açı ile saçılan X-ışını kaynaklı geniş pikler oluşmaktadır. Kristal yapıya sahip olmayan malzemelerde atomik düzen rastgele olduğundan, en yakın komşu atom mesafelerini ve komşu atom sayısını tanımlamak zor olmaktadır. Buna ilaveten, her atom farklı en yakın komşulara ve komşu atom sayılarına sahiptir. Kristal yapı göstermeyen bu malzemelerin atomik yapısını doğru bir şekilde tanımlamak bu nedenle zor olmaktadır.

Kristal yapı katılarda ise keskin Bragg pikleri görülmektedir. Burada her pik farklı bir dizilimi ve aynı zamanda kristalli uzun mesafeli düzenli yapının olduğunu göstermektedir [34].



Şekil 1.19. Kristal ve amorf yapılarında X-ışını kırınım açısı [34].

1.9. Amorf Yapılı Malzemelerin Manyetik Özellikleri

Hızlı katılaştırma yöntemlerinin gelişiminin ardından araştırmalar daha yüksek geçirgenlik (μ), doyum manyetizasyonu (M_s) ve daha düşük koersivite (H_c)'nin geliştirilmesine odaklanmıştır. 1970 ve 1980'lerde hızlı katılaştırma teknolojisinin ortaya çıkışı ile metalurjistler, yeni alaşım kompozisyonları ve mikroyapıları elde etmek üzerine çalışmalarını yoğunlaştırmışlardır [52-55].

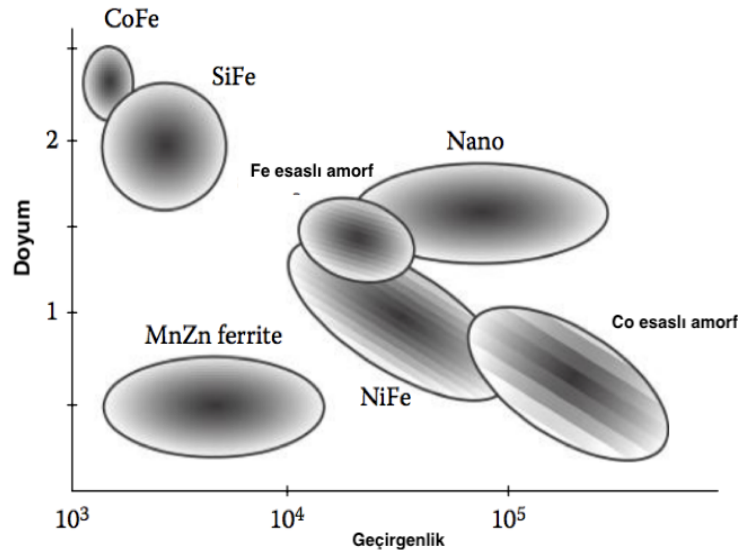
1.9.1. Yumuşak Manyetik Malzemeler

Amorf yumuşak manyetik bir malzeme kolayca manyetikleşir ve manyetikliği kolayca giderilmektedir. Yumuşak manyetik malzeme uygulamalarında istenen özellikler, yüksek geçirgenlik ve yüksek doyum manyetizasyonu ile birlikte düşük koersivite ve düşük manyetik kayıptır. Bunun sonucu olarak, yumuşak amorf malzemelerin kullanımı, elektrik

enerjisi üretimi ve iletimi, radyo sinyallerinin alınması, mikrodalgalar, elektromıknatıslar gibi elektriksel uygulamalarla yakından bağlantılı olmaktadır.

Yumuşak manyetik malzemeler ekonomik ve teknolojik olarak tüm manyetik malzemelerin en önemlisi olarak kabul görmektedir ve çok çeşitli manyetik fonksiyonları gerçekleştirmek üzere kullanılmaktadırlar. Belirli bir uygulama için yumuşak manyetik malzeme seçerken optimum özelliklere bakılarak karar verilir. Doyum manyetizasyonu, geçirgenlik, koersivite, elektriksel direnç, mekanik mukavemet ve daha önemlisi maliyet gibi özelliklerin kombinasyonuna göre uygulamada malzeme seçimi yapılmaktadır. Yumuşak manyetik malzemeler, bazı uygulamalarda yüksek geçirgenlik, bazı uygulamalarda ise yüksek frekanslarda düşük enerji kaybı özelliğinden dolayı tercih edilmektedir [11, 35].

Örneğin silisyum-demir alaşımları, yüksek silisyum içeriğinde çok kırılğan hale geldiğinden kullanışsız olabilir. Genel olarak, istenen özelliklerin hepsinin tek bir malzemede olması mümkün değildir, bu nedenle yumuşak manyetik özellik göstermesi istenen malzemelerde belirgin önemli özelliğın hangisi olduğuna karar verilerek malzeme geliştirilmelidir. Şekil 1.20’de tipik yumuşak manyetik malzemelerin geçirgenlik ve doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması verilmiştir.

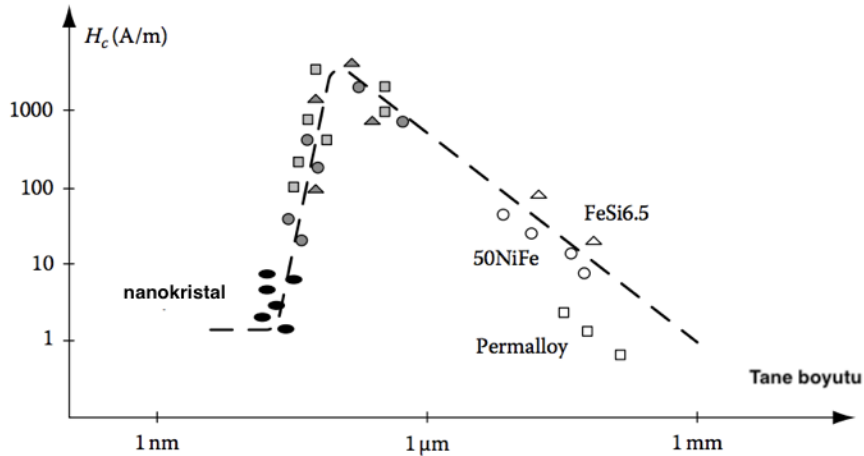


Şekil 1.20. Tipik yumuşak manyetik malzemelerin geçirgenlik ve doyum manyetizasyonlarının karşılaştırılması [36].

Ferromanyetik malzemelerin histerezis eğrilerinin oluştuğu alan, o malzemenin manyetik güç kayıplarını vermektedir. Histerezis alanının geniş olması, manyetik kayıpların büyük olacağı anlamına gelmektedir. Bu sebeple, yumuşak manyetik bir malzemenin mümkün olduğunca düşük koersiviteye, yüksek doyum manyetikleşmesine ve yüksek manyetik geçirgenlik değerlerine sahip olması beklenmektedir. Yumuşak manyetik malzemenin histerezis eğrisinin altında kalan alan bu nedenle küçüktür. Dolayısıyla malzemelerin manyetik kayıpları da az olmaktadır [4, 8, 15].

Geçirgenlik, belirli bir manyetik alanda malzeme tarafından ne kadar manyetik indüksiyon oluşturulduğunu gösterdiğinden, yumuşak manyetik malzemelerin tasarımı ve kullanımı için en önemli parametredir. Genelde geçirgenlik ne kadar yüksek değere sahipse yumuşak manyetik malzemeler için o kadar iyidir. Koersivite ve geçirgenlik birbirine bağlı mekanizmalardır. Başlangıç geçirgenliği ne kadar yüksekse koersivite o kadar küçük değer almaktadır. Aynı şekilde tam tersi ilişki de geçerlidir [35].

Koersivite, yumuşak manyetik malzemeler ile sert manyetik malzemelerin ayırt etmekte kullanılan en önemli parametredir. Koersivite değeri, 10000 A/m (125 Oe)'den küçük olan malzemeler yumuşak manyetik malzeme olarak kabul edilmektedir. Mevcut en yüksek doyumluk manyetizasyonu, %35 kobalt içeren bir demir-kobalt alaşımında elde edilen 2,43 T (Tesla)'dir. 0,4 A/m gibi düşük koersivite değerleri permalloy gibi nikel alaşımlarından elde edilmiştir. Şekil 1.21'de değişik alaşımlar için koersivite-tane boyutu ilişkisi gösterilmiştir. Görüldüğü üzere, belirli bir tane boyutunda ancak koersivite maksimum olmaktadır.



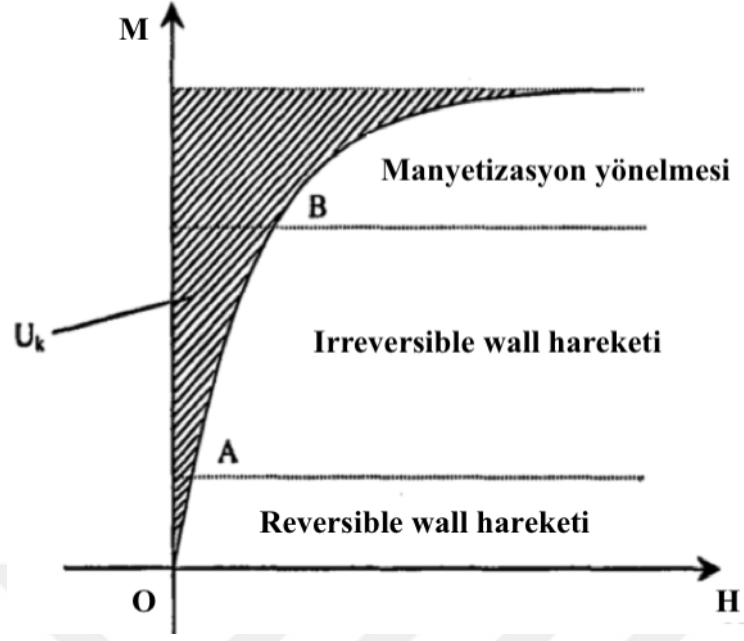
Şekil 1. 21. Koersivite-tane boyutu ilişkisi [36].

1.9.2. Manyetik Domenler ve Manyetik Kayıplar

Değişken manyetik alanın içerisinde çalışan bir manyetik malzemede manyetik kayıplar meydana gelmektedir. Ferromanyetik malzemelerde domenlerin incelenmesi histeresiz kayıplarını açıklayabilmek için oldukça önemlidir. Atomik manyetik momentlerin bir araya gelerek oluşturdukları alanlara manyetik domen denmektedir. Domenler içerisindeki manyetik momentlerin hepsi aynı yönde ve paralel olarak yönelmektedirler. Malzeme özelliklerinin yöne bağımlı olarak değişmesi manyetik anizotropiyi ifade etmektedir. Ferromanyetik malzemelerde anizotropi çok düşüktür ve atomik seviyede kalmaktadır. Bu sebeple ferromanyetik amorf malzemelerde manyetizasyona karşı gösterdiği direnç (koersivite) düşüktür. Manyetikleşen malzemedeki domen duvarları hareket ederler fakat bu hareket iç gerilim, malzeme safsızlığı gibi nedenlerle engellenmektedirler [36, 37].

1.9.3. Anizotropi Enerjisi

Malzemelerin neden manyetik olarak sert ya da yumuşak olduğunu anlamak için histerezis eğrisini etkileyen bazı faktörlerin anlaşılması gerekmektedir. Histerezis döngüsünü güçlü bir şekilde etkileyen faktörlerden önemlisi manyetik anizotropidir. Manyetizasyonu dışarıdan uygulanan manyetik alan yönüne çevirmek için birim hacim başına gereken enerji de anizotropi enerjisi olarak tanımlanmaktadır. Şekil 1.22'deki alan numunedeki anizotropilerin toplam ortalamasını temsil etmektedir.



Şekil 1.22. Amorf yumuşak manyetik bir malzemenin manyetikleşme eğrisi [38].

Manyetikleşmeyi istenen yönde tutmak için sert manyetik malzemede yüksek bir manyetik anizotropiye ihtiyaç vardır. Yumuşak manyetik malzemeler ise çok düşük bir anizotropi ile karakterize edilmektedir. Manyetik anizotropi, histerezis davranış şeklini etkileyen önemli bir etkidir ve bu nedenle koersivite alanını kontrol etmektedir. Koersivite, kristal anizotropi kadar mikroyapı ile de ilgilidir. Mikroyapı kontrolü sağlanarak uygulama alanlarına göre büyük ya da küçük anizotropi üretilebilmektedir [37].

Sistemin enerjisini kuvvetle etkileyebilecek bir faktör manyetik anizotropidir. Manyetik malzemelerde önemli manyetik anizotropiler şunlardır:

- (1) Kristal anizotropisi
- (2) Şekil anizotropisi
- (3) Manyetik tavlama ve stresten kaynaklanan anizotropi

Manyetik malzemeler üretim yöntemlerinden kaynaklanan iç streslere sahip olabilirler. Bu iç stresler manyetik malzemelerde lokal anizotropiler oluşturmaktadır. Stres anizotropilerinin stres giderme tavlamaları ile azaltılması mümkündür. Stres kaynaklı anizotropi, malzemelerin içsel manyetik özelliklerinden biri olan manyetostriksiyondan kaynaklanmaktadır. Koersivite (H_c) ve geçirgenlik (μ) gibi teknik manyetik özellikler esas

olarak malzemenin kristal anizotropi sabitinin (K_c) bir fonksiyonudur. Bununla beraber, manyetik anizotropi, manyetoelastik etki ile indüklenmektedir. Bu nedenle, alaşım gelişimi hem kristal anizotropi sabitini (K_c) hem de doyum manyetostriksiyonunu (λ_s) sıfıra indiren mikro yapıları elde etmeye çalışmak üzerine odaklanmıştır. 1970'lerde, alaşımların kristal anizotropisinin amorflaştırma ile önemli ölçüde azaltılabileceği keşfedilmiştir. Bu gelişme, yumuşak manyetik malzemelerin geliştirilmesinde kristal anizotropi sabitinin (K_c) etkisi konusunda serbestlik sağlamıştır. Ancak, amorflaştırma doyum manyetostriksiyonunu (λ_s) azaltma konusunda etkili değildir. Amorf alaşımlar kristal anizotropiye neredeyse hiç sahip olmamasına rağmen, manyetostriksiyon (λ_s) sadece alaşım bileşimi ile kontrol edilebilmektedir [38].

Demir esaslı metalik mıknatıslar uzun süre yumuşak manyetik malzemeler olarak kullanılmıştır. Örneğin, permalloy alaşımı yaklaşık $0,15 \text{ kJ/m}^3$ 'lük bir anizotropiye, yaklaşık $0,4 \text{ mT}$ 'lık bir anizotropi alanına ve yaklaşık $0,04 \text{ mT}$ 'lık ($0,4 \text{ Oe}$) tipik bir koersiviteye sahiptir.

Kristal anizotropisi, simetrik olmayan kristal yapı ve spin-orbit etkileşimlerinden kaynaklanmaktadır. Kristal anizotropiye spin-spin etkileşimi izotropik olduğu için katkıda bulunmamaktadır. Ferromanyetik demir, nikel ve kobalt elementlerinin anizotropiye katkısı çok azdır. Ferromanyetik elementler, malzemelerin Curie sıcaklığı ve manyetik özelliklerinin gelişmesini sağlamaktadır [8]. Amorf alaşımlarda uzun mesafe atomik düzen eksikliği yumuşak manyetik özelliklerin temelini oluşturmaktadır. Kısa mesafe atomik düzeni (genel olarak 1 nm) gösteren amorf malzemeler için sadece lokal kristal anizotropilerden bahsetmek mümkündür. Makroskobik boyutta, manyetik amorf malzemeler için kristal anizotropiden söz edilemez, kristal anizotropi sıfırdır [36, 37].

Manyetik malzemenin şekli önemli bir manyetik anizotropi kaynağı olarak kabul edilmektedir. Numune küre şekline sahipse, uygulanan bir manyetik alan numuneyi herhangi bir yönde aynı şekilde manyetikleştirecektir. Mikron boyutlardaki malzemelerde şekil anizotropisi baskındır. Bununla birlikte, şekil anizotropisi daha büyük malzemelerde daha az öneme sahiptir [4].

1.10. Amorf Metal Alaşım Üretim Yöntemleri

Amorf alaşım üretimi, genel olarak hızlı katılaştırma prensiplerine dayanmaktadır. Hızlı katılaştırma, olağandışı özelliklerin ve mikroyapıların, geleneksel yöntemlerin aksine elde edilebildiği bir yöntemdir. Amorf malzemelerin üretiminde kristal faz oluşumunu engellemek için soğuma hızının yaklaşık olarak 10^6 K/s'den daha büyük olması gerekmektedir.

Amorf yapıda kolay olarak üretilen malzemeler, 10^2 - 10^3 Pa.s'lik yüksek erime viskozitesi (η) ile karakterize edilmektedir. Geleneksel malzemelerde kristalleşmeden kaçınmak için düşük soğuma hızları yeterli iken, erimiş metalik amorf yapılarda viskozite 10^2 - 10^3 Pa.s olduğu için yüksek soğutma hızlarına (10^6 K/s veya daha yüksek) ihtiyaç vardır [39].

Hızlı katılaştırmada, eriyik sıvının katılaşması birbirini izleyen üç aşamadan oluşmaktadır.

- (i) Katılma öncesi: Eriyik metal ergime noktası üzerindeki bir sıcaklıktan sıvı olarak kalamayacağı bir sıcaklığa soğutulur.

$$T_1 > T_{\text{liküdüs}} \quad T_2 < T_{\text{solidüs}}$$

$$\text{Sıvı } (T_1) \rightarrow \text{Sıvı } (T_2)$$

- (ii) Katılma: Aşırı soğumuş sıvı dönüşüm ısını çevreye vererek ve kendi içinde kaybederek katı hale geçer.

$$\text{Sıvı } (T_2) \rightarrow \text{Katı } (T_2)$$

- (iii) Katılma sonrası: Katı metal bulunduğu ortam ve temas ettiği malzemeye ısını vererek soğumaya devam eder.

$$\text{Katı } (T_2) \rightarrow \text{Katı } (T_0)$$

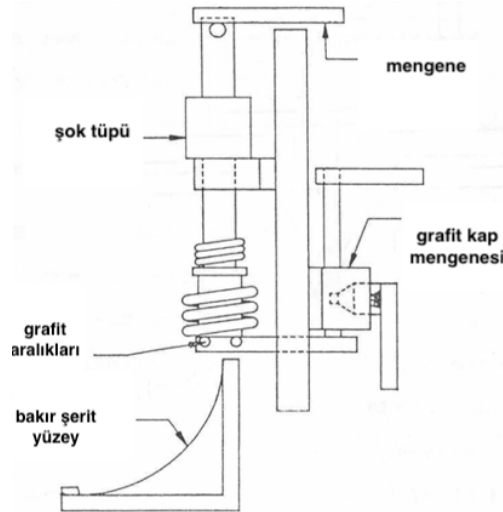
Sıvı metalin kristal ya da cam yapıda mı olacağını belirleyen aşama, sıvıdan katıya dönüşümün olduğu ikinci katılma aşamasıdır. Kristalleşmeyi engelleyebilmek için bu aşamada ısının sıvıdan süratle uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu işlem ısı transfer mesafesini en aza indirerek veya sıvı faz ile soğutma ortamı arasındaki ısı transfer katsayısını yükselterek başarılabilir. Bu şartlardan ikincisi genellikle seçilen yöntemle belirlenirken, ilki katılma yapılacak olan metalin hacim elemanının en az bir boyutunun çok küçük (<100 μm) olarak seçilmesi gerekliliğine işaret etmektedir. Pratik uygulamalarda bu şartlar sıvı

metal in dar bir nozuldan akış kararlılığı korunarak ince bir şerit halinde ya da bu kararlılık bozularak damlacık veya yassı parçacıklar halinde ısı iletkenliği yüksek, soğutulmuş bir yüzey üzerinde katılaştırılması ile sağlanmaktadır [2, 22, 23].

Amorf alaşım üretim yöntemleri, soğuma kapasitelerinin yanı sıra ürün şekli (toz-tanecik, şerit, tel), ürün boyutu, ürün kapasitesi yönünden önemli farklılıklar göstermektedir. Ancak, metal alaşımları camlaştırmak için, birkaç istisna dışında 10^6 K/s ve üzerindeki soğuma hızları gerektiğinden, bu yöntemlerin birçoğu yetersiz kalmaktadır [10].

1.10.1. Tabanca (Gun) Yöntemi

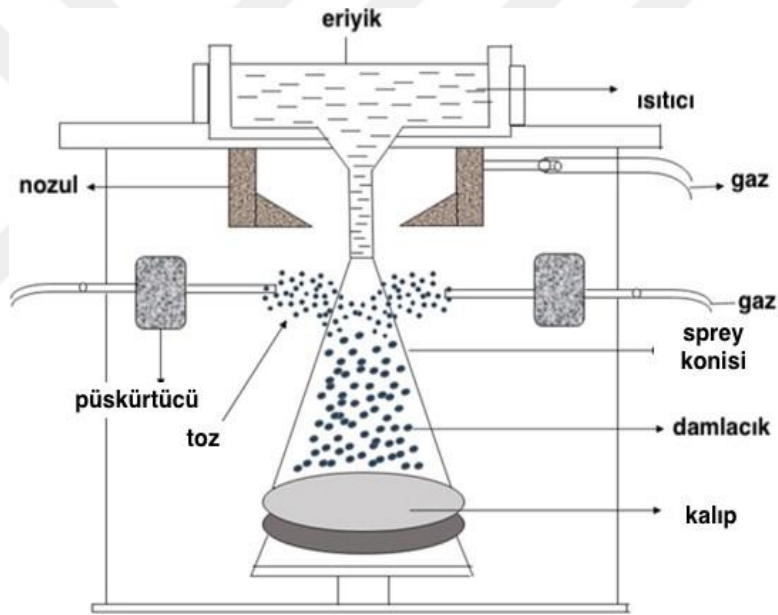
İlk olarak Duwez ve arkadaşlarının 1965 yılında yaptığı çalışmada kullanılmıştır. Üretim yöntemi tabanca mekanizmasına benzetildiği için tabanca tekniği adı verilmiştir. Sabit ve daire şeklinde olan bakır hedef kullanılması ile diğer tekniklerde kullanılan dönen soğutma yüzeylerinden ayrılmaktadır. Alaşım kompozisyonu fırın içinde ergitilerek şok bir basınç uygulanır. Uygulanan şok basınç, alaşım eriyiğini 1µm çapında damlacıklara ayırmaktadır. Bu yöntemle bakır hedefe çarptırılan damlacıklar hedeften uzağa fırlatılır ve ani soğuma sağlanarak katı hale geçmektedir. Şekil 1.23'te tabanca tekniği şematik olarak gösterilmiştir [40].



Şekil 1. 23. Tabanca tekniğinin şematik gösterimi [40].

1.10.2. Püskürtme Yöntemi

Sıvı alaşım, basınçlı gaz, buhar, su ya da başka bir akışkanın basıncıyla basınç uygulanarak eriyik, damlacıklar halinde püskürtülerek düz bakır levhaya çarptırılır, eriyik parçalanır ve küçük parçacıklar halinde hızlı katılaşmış malzeme elde edilir. Bu yöntemde en düşük soğuma hızı 10^5 K/s'dir. Hızlı katılaşan ve bu nedenle çıkış nozulunda tıkanmalara sebep olan metaller için pratik bir yöntem değildir. Şekil 1.24'te şematik gösterimi verilen püskürtme yöntemi, katılaşma sırasında oluşan oksitlenmeyi kolayca temizlenebileceği metaller için daha uygun bir yöntemdir [40].

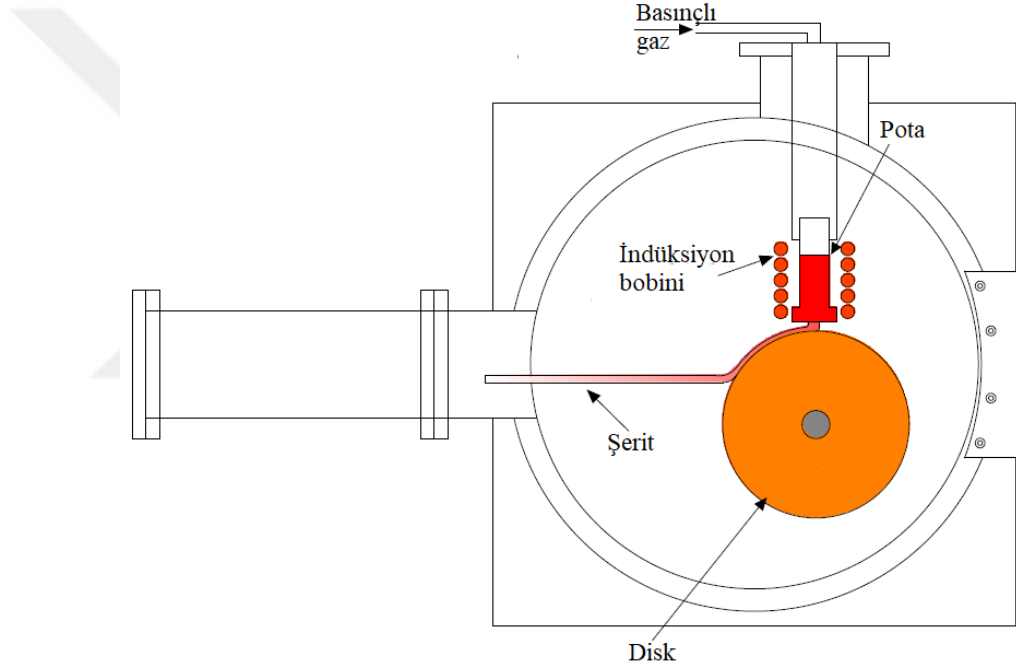


Şekil 1. 24. Püskürtme yöntemi şematik gösterimi [41].

1.10.3. Melt Spinning (Eriyik Savurma) Yöntemi

Melt spinning yöntemi, uzun ve kesintisiz şerit ve tel üretmek için en çok kullanılan yöntemdir. Duwez ve arkadaşları tarafından 1960 yılında geliştirilmiştir. Çok sayıda ikili, üçlü ve çoklu amorf alaşımlarının sentezlenip üretilmesi amacıyla geliştirilerek kullanılmaktadır [9].

Melt spinning yönteminde, yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemedен imal edilmiş pota içerisine yerleştirilen ingot alaşım, indüksiyon ısıtma sistemi benzeri sistemler kullanılarak ergime sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa kadar ısıtılmaktadır. Pota içindeki kimyasal olarak kararlı sıvı metal, pota deliğinden (nozul) belirli açıyla, basınçlı inert gaz ile bakır gibi ısıl iletkenliği yüksek, yüksek hızda dönmekte olan disk üzerine gönderilerek sıvı metalin yüzeye yayılması sağlanır. Erimiş alaşımı alt yüzeye püskürtmek için, argon veya helyum gazları kullanılmaktadır. Soğuk yüzey etkisi ile eriyik alaşım ani olarak ince şerit halinde katılaşmaya başlar. Soğuma hızı yaklaşık olarak 10^5 - 10^7 K/s arasında değişmektedir. Şekil 1.25’ te melt spinning yönteminin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 1.25. Melt spinning yönteminin şematik gösterimi.

Amorf alaşımlar için belirli parametreler (pota tasarımı, püskürtme basıncı, viskozite, nozul çapı ve diskin dönme hızı vb.) üretimin kalitesini ve soğuma hızını etkilemektedir. Ayrıca, melt spinning sisteminde metal ergitmede kullanılan potalar ile şerit oluşumunu ve soğumayı sağlayan diskler kritik önem arz etmektedir. Potanın seçimi, ergitilecek malzemeye göre değişiklik gösterse de temel olarak dikkat edilmesi gereken bazı hususlar vardır. Eriyik metalin kimyasal kompozisyonu, termal şok direnci, sıcaklık dayanımı, düşük porozite, düşük ısı iletkenliği ve gaz geçirgenliği pota seçiminde önemli etkenlerdir [3].

Melt spinning yönteminde en çok kullanılan disk malzemesi saf bakırdır. Disk malzemesi seçimindeki temel kriter, şeritten mümkün olduğunca hızlı bir şekilde ısının uzaklaştırılmasının sağlanmasıdır. Bu nedenle, seçilecek malzemenin ısı transfer katsayısının yüksek olması gerekir. Bu açıdan yüksek ısı iletkenlik gösteren bakır, diğer disk malzemelerine göre belirgin bir üstünlük sergilemektedir.

Melt spinning yöntemi, diğer hızlı katılaştırma yöntemleri ile kıyaslandığında aşağıdaki avantajlara sahiptir:

- Melt spinning yöntemi ile yüksek soğuma hızları elde edilebilir.
- En iyi fiyat/performans oranına sahiptir.
- Hızlı katılaştırılmış ürünler için sürekli bir yöntemdir.
- Hızlı katılaştırılmış amorf veya kristalin malzemeler üretilebilir.
- Endüstriyel boyutlarda sürekli ürün elde edilebilmektedir.
- Diğer tekniklere göre uygulanması kolay bir yöntemdir [42, 43].

1.11. Literatür Özeti ve Çalışmanın Amacı

Hızlı katılaştırma yöntemi ile alaşım elde etme çalışmaları 1960 yılında Duwez ve arkadaşları tarafından Au-Si alaşımının amorf yapıda üretilmesi ile başlamış, sonrasında hızlı bir ivme kazanarak günümüze kadar gelişerek ve çeşitlenerek devam etmiştir

Hızlı katılaştırma yöntemleri ile ilgili yapılan araştırmalara paralel olarak, kullanılan element ve alaşımlar da önemli bir yer tutmuştur. Delhez ve arkadaşları, melt spinning yöntemi ile ürettikleri %2,5, %12,6, ve %33,9 Si içeren Al-Si şeritlerinde, mikroyapının gelişimini incelemişlerdir. Şerit kesitlerinin optik mikroskop ile yapılan analizlerinde, kesitin disk yüzeyine yakın bölümünde eriyiğin disk yüzeyine iyi temas etmesinin sonucu olarak, beyaz bölgenin oluştuğunu bildirmişlerdir. Şeritlerin her iki yüzünün optik mikroskopla yapılan analizinde, disk yüzünde dendritik yapı gözlemlenirken hava ile temas yüzeyinde ince yuvarlak Si partiküller gözlemlendiğini kaydetmişlerdir. Şeritlerin SEM incelemeleri sonucunda, %12,6 Si bileşimine kadar, ötektik katılma yapısı gözlenirken %33,9 Si içeren kompozisyon da ise birincil silisyum fazının gözlemlendiği ifade edilmiştir [44].

Fe-Co esaslı yumuşak manyetik malzemeler, yüksek Curie noktaları nedeniyle yüksek sıcaklık uygulamaları için kullanılmaktadır. Fe-Co esaslı yumuşak manyetik malzemeler düşük koersivite değeri ve yüksek geçirgenlik özelliği sağladıkları için çeşitli enerji uygulamalarında kullanımları yaygınlaşmıştır. Alaşım sistemlerinde Nb ve Mo elementlerinin kullanılmaya başlanması, geleneksel olarak kullanılan Nb ile beraber refrakter molibden katkısı, nanokristalin fazın sıcaklık kararlılığında gelişim sağladığı gözlemlenmiştir [45]. Ayrıca molibden katkısı, üretim ve tavlama sırasında numunelerin oksidasyonunu engellediği tespit edilmiştir [46].

Honeycombe, hızlı katılaştırma yöntemlerinden biri olan püskürtme yöntemini geliştirmiştir. Bu yöntemde çok küçük tanecik ve minimum yüzey oksitlenmesi sağlandığı kaydedilmiştir. Küçük parçacıklar halinde hızlı katılmış ürün üretilmektedir. Ancak, hızlı katılan ve bu nedenle çıkış nozulunda tıkanmalara sebep olur ve pratik bir yöntem değildir. Bu yöntemde en düşük soğuma hızı 10^5 K/s olarak kaydedilmiştir [40].

Ohnaka ve arkadaşları, melt spinning yöntemi geliştirilmesi üzerine çalışmalar yaparak, erimiş metal jetinin, havaya, suya veya su soğutmalı döner iki disk arasına püskürtülmesi ile elde edilen ürünlerin yapısını incelemişlerdir [47].

Ohta ve arkadaşları, melt spinning yöntemi ile yumuşak manyetik malzeme gelişimini araştırmak için Cu katkısının Fe-B-Cu alaşımı üzerine etkisini incelemiştir. Melt spinning yöntemi ile 5 mm genişliğinde 21 μ m kalınlığında üretilen alaşımlara 663 K'de 3600 s ısıtma işlemi uygulanmıştır. $(\text{Fe}_{0.85}\text{B}_{0.15})_{100-x}\text{Cu}_x$ alaşım sisteminde x değerinin 1,0 ile 1,5 değerleri aldığı zaman kristalin tane büyüklüğündeki düşüşle beraber koersivite (H_c) değerinde de belirgin düşüş gözlenmiştir. X'in 1,5 değeri aldığı zaman alaşım sistemi 7 A/m koersivite (H_c), 1,8 T'den daha yüksek B_s değeri göstermiştir. Mevcut alaşım sistemi için %1,0'dan fazla Cu ilave edilmesi, kristalin tanelerin oluşumu ve yumuşak manyetikliğin geliştirilmesi için etkili olduğu belirlenmiştir [48].

Conde ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, Fe-Co-Mo-B-Cu alaşım sisteminde değişken oranlarda Fe ve Co element katkılarının manyetik özellikler ve mikroyapı üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Alaşım kompozisyonunda Fe elementinin bir kısmının yerine Co eklenmesinin doyum manyetizasyonu ve Curie sıcaklığını artırdığını tespit etmişlerdir [49]. Ayrıca, Fe alaşımlarına Mo ilavesinin bu sistemdeki demir oksidasyonunu

geciktirerek amorf alařımların termal stabilitesini, manyetik zelliklerini olumlu ynde etkilediđini ortaya koymuřlardır [50].

Janotova ve arkadařları yaptıkları alıřmada Fe-Co-B-Si alařım kompozisyonuna Cu ve P eklenmesinin etkileri arařtırmıřlardır. 20 μm ve 6 mm olarak melt spinning yntemiyle retilen řerit malzemelerin XRD analizlerinde amorf yapılı oldukları belirlenmiřtir. Fe'nin Co ile ikamesi daha yksek Curie sıcaklıđı ve yumuřak manyetik zelliklerin iyileřtirilmesini sađlarken, Cu ilavesi ise kristalleřme sıcaklıđında dřuř, Curie sıcaklıđında ise artıř sađlamıřtır [51].

Janotova ve arkadařları yapmıř oldukları bir bařka alıřmada kontroll ıřıl iřlemlerle yapı deđiřikliđinin deđiřimini incelemiřlerdir. Yapılan alıřmada amorf yapının Curie sıcaklıđına (T_c) bađımlılıđı, ferromanyetik HMK-Fe fazının kristalleřmesinin bařlangı sıcaklıđı (T_x) ve aynı zamanda faz dnřm oranının maksimum olduđu sıcaklıđı (T_{max}) da analiz etmiřlerdir. Melt spinning yntemi ile 20 μm kalınlıđında ve 6 mm geniřliđinde retilen alařım řeritleri 30 dakika sre ve 673 K'de tavlannmıřtır. Fe-Co-B-Si alařım sisteminde yksek oranda HMK-Fe fazı gzlemlenmiřtir. Bununla beraber, HMK-Fe fazının aslında Co ve Si zeltisi olduđu tespit edilmiřtir. HMK-Fe fazının yanı sıra, az miktarda Fe_3B fazının da bulunduđu tespit edilmiřtir. Fe_3B fazı oranı Co ilavesinin %4'ten %12'ye artırılması ile azalmıřtır. Fe-Co oranındaki deđiřim, kristalleřme bařlangı sıcaklıđı ile Curie sıcaklıđının deđiřmesine neden olduđunu belirtmiřlerdir [52].

Takenaka ve arkadařları, řerit kalınlıđının (Fe,Co)-Si-B-P-Cu alařımını řeridinin manyetik zellikleri zerindeki etkisini arařtırmıřlardır. Melt spinning yntemi ile yaklařık 10-50 mm geniřliđinde ve 15-33 μm arası farklı kalınlıklarda hızlı katılařmıř řeritler retmiřlerdir. retilen řeritler 5 K/s ısıtma hızında 600 s sre ile eřitli sıcaklıklarda tavlannmıřtır. Tavlanan řeritler XRD ve TEM ile incelenmiřtir. Alařımların B_s ve H_c deđerleri VSM ile lmlmřtr. Ayrıca, (Fe,Co)-Si-B-P-Cu alařımında farklı Si ve Co ieriklerinin manyetik zelliklere etkisi arařtırılmıřtır. Si katkısının yksek B_s eldesi iin etkili olduđu, ancak kalın řeritlerde 10 A/m'den dřk koersivite (H_c) eldesinin zor olduđu tespit edilmiřtir. Co katkılı alařımın 30 μm kalınlıktaki řeritte dahi dřk koersivite (7 A/m) ve yksek B_s (1,84 T) gsterdiđi belirlenmiřtir. İyi manyetik zelliklere sahip řeritler, 50 mm geniřliđinde řeritler halinde de bařarılı olarak retilmiřtir [53].

Vlasak ve arkadaşları, ısıt işlemlerin manyetostriksiyon ve elektriksel özellikler üzerine etkisini çeşitli sıcaklıklarda çalışarak araştırmışlardır. 573-973 K arasında değişen sıcaklıklarda 30 dk alaşımlar ısıt işleme tabi tutulmuştur. Alaşım 6 mm genişliğinde 20 µm kalınlığında amorf şeritler olarak üretilmiştir. XRD ile amorf yapıda olduğu kontrol edilmiştir. Vakumda 30 dakika süreyle tavlama, elektrik direnç ölçümleriyle gözlemlenen farklı dönüşüm aşamalarına uygun olarak seçilen sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir; 573, 678, 783, 828, 878, 923 ve 973 K sıcaklıkları kullanılmıştır. Nanokristalizasyonun, artan sıcaklıkla birlikte 5–7 nm kristal bcc-FeCo oluşumuyla 678 K üzerinde başladığı gözlemlenmiştir. Daha yüksek sıcaklıklarda tavlama, ilave kristalin fazların oluşmasına ve ayrıca iç gerilmelerin ortadan kaldırılmasına yol açmaktadır. Hızlı katılaştırılmış malzemeler kararsız olan yapıları gereği ısıt işlemlerle manyetostriksiyon değerinin sıfırdan 17 ppm'e kadar ulaştığı tespit edilmiştir [54].

Khinchin ve arkadaşlarının yapmış oldukları araştırmada, Fe-Co-Nb-B alaşımına Co katkısının termal özelliklere, manyetik ve nanokristalin manyetostriksiyon özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Üretilen alaşımlar 20 µm kalınlığında 10 mm genişliğinde XRD sonucuna göre amorf şerit malzemelerdir. $Fe_{84-x}Co_xNb_7B_9$ kompozisyonu $x=17, 25, 33$ olarak çalışılmıştır. Numunelerde kristallendirme, argon koruyucu gaz atmosferinde 350 ile 700 °C arasında bir saat süreyle tavlama yoluyla elde edilmiştir. İlk kristalleşme sıcaklıkları (T_{X1}) sırasıyla 500, 487 ve 478 °C'dir, bu bilgi belirli orandaki Co ilavesinin kristalizasyona karşı alaşımların stabilitesini azalttığını göstermektedir. Daha düşük tavlama sıcaklıkları için (600 °C'nin altında), etki değiş tokuş enerjisine atfedilebilen orta derecede koersivite alan değerleri gözlenmiştir. 600°C'nin üzerindeki koersivite alanın keskin artışı, tane etkileşimlerinin zayıflamasına yol açan tane kalınlığından kaynaklandığı görülmüştür. Doyum manyetostriksiyon sabitinin hem deneysel olarak elde edilen hem de tahmini değerleri, nanotanelerin hacim fraksiyonunun artması, gerilmeler ve tane büyümesi nedeniyle ana alaşımda Co katkısı ve Co katkısındaki artış dikkat çekici değişiklikler gösterdiği tespit edilmiştir [55].

Skorvanek ve arkadaşları, melt spinning yöntemi ile ürettikleri $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu_6$ 6 mm genişliğinde 20 µm kalınlığında amorf şeritleri kristalizasyon sıcaklığının üzerinde 1 saat süreyle yüksek vakum altında çeşitli sıcaklıklarda düşey ve dikey manyetik alan varlığında ısıt işleme tabi tutmuşlardır. Tavlama sonrası iç yapıda oluşan çok ince nanokristal fazları TEM'de incelenmiştir. Yumuşak manyetik malzemenin iyi özellikleri

düsey manyetik alanda tavlama sırasında daha belirgin olduğu görülmüştür. Nanokristalizasyon sonrası koersivite (H_c) değeri 3-7 A/m olarak tespit edilmiştir. Çapraz manyetik alan tavlama sırasında koersivite değeri 12-21 A/m aralığında değer almıştır. İndüklenen anizotropi sabiti (K_u) tavlama sıcaklığının artmasıyla giderek maksimum değer olan 935 J/m³ değerini almıştır. Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu kompozisyonunda dikey ve düsey manyetik alandaki ısıl işlemin, manyetik malzemenin histerezis eğrisinin şeklini uyarlamak için çok güçlü bir araç olduğunu göstermiştir [56].

Paluga ve arkadaşlarının çalışması Mo katkılı yumuşak manyetik malzeme çalışmalarına hız katmıştır. Ferromanyetik (Fe, Co), paramanyetik (Mo) ve diamanyetik (Cu) elemanların bir kombinasyonu, farklı manyetik durumlardaki amorf manyetik sistemlerin magnetomekanik etkilerinin (dilatasyon, manyetostriksiyon) sıcaklığın ve uygulanan manyetik alanın bir fonksiyonu olarak araştırılmasına olanak sağlamıştır. Yüksek erime noktasına (molibden) sahip olan bir elementin mevcudiyetinden dolayı, ergitilmiş ana alaşım sıcaklığı 1750 K'nin üzerinde tutulmuştur. Manyetik şeritler, 20-22 µm kalınlığında 10 mm genişliğinde melt spinning yöntemiyle 500 mm kalınlığındaki bakır disk üzerinden üretilmiştir. Alaşım kompozisyonundaki değişim ile yüzey yapısındaki değişim 2D X ışınımı kırınım modelleri ile 300K- 1080K sıcaklık aralığında çalışılmıştır. Eşzamanlı olarak Co ve B eklenmesi ile yüzey kristalleşmesinin ortadan kalktığı gözlenmiştir [57].

Bu tez kapsamında, Fe-Co esaslı alaşım yumuşak manyetik malzemelerin en önemli üretim yöntemlerinden biri olan melt spinning yöntemiyle Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu kompozisyonuna sahip amorf şeritler olarak üretilmiştir. 30 °C adım ile 300, 330, 360, 390, 420, 450 °C sıcaklıklarında 2, 5, 10, 20 dakika süre ile ısıl işlem uygulanmış ve sıcaklığın mikroyapısal, termal ve manyetik özelliklere etkisi incelenmiştir. Fe-Co esaslı amorf şeritlerin üretimi 0,6 bar'lık püskürtme gaz basıncı ve 1285 °C sıvı metal sıcaklığı üretim parametreleri kullanılarak melt spinning yöntemi ile 25 µm kalınlığında, 10 mm genişliğinde ve sürekli formda şerit amorf olarak gerçekleştirilmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Fe-Co esaslı nanokristalli yumuşak manyetik malzemeler günümüzde birçok farklı alanda kullanılmaktadır [58]. Bu amaç doğrultusunda çalışmanın temel konusu olan yüksek manyetik doygunluğa sahip $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeritleri üretmek amacıyla gerçekleştirilen deneysel çalışmalar ayrıntılı olarak açıklanmıştır.

2.1. Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada amorf yapıda ve yumuşak manyetik özelliklere sahip, manyetik doygunluğu yüksek demir kobalt esaslı alaşım şeritlerinin üretiminde Tablo 2.1'de özellikleri verilen elementler kullanılmıştır. Alaşımın temel bileşimini oluşturan demir (Fe) ve kobalt (Co) metalleri geçiş metalleri olarak adlandırılır ve diğer elementlerle kıyaslandığında ferromanyetik (Bethe Slater eğrisi) özelliklere sahiptirler. Ferromanyetik olan bu metallere manyetik alan uygulandığında üzerlerinde net bir manyetikleşme oluşmaktadır. Molibden, bor ve bakır katkısı ile atomlar arası bağlar güçlendirilerek kristalizasyona karşı direncin yükseltilmesi ve amorflaşma yeteneğinin artırılması amaçlanmıştır. Üretilen ince şeritlerin yüksek manyetik özellik göstermesi istenildiği için demir (Fe) ve kobalt (Co) içeren Fe-Co-Mo-B-Cu alaşımı seçilmiştir. Alaşımın bileşiminde atomik olarak %38 oranında demir ve kobalt, %8 oranında molibden, %1 oranında bakır ve %15 oranında kristalin bor elementlerini içermektedir (Tablo 2.1).

Tablo 2. 1. Alaşım üretimde kullanılan elementlerin özellikleri.

Element	Atom numarası	Atom ağırlığı (g/mol)	Atom Çapı (nm)	Ergime noktası (°C)	Safılık derecesi (%)
Demir (Fe)	26	55.847	0.252	1539	99.9
Kobalt (Co)	27	58.933	0.250	1495	99.8
Molibden (Mo)	42	95.940	0.278	2625	99.9
Bor (B)	5	10.811	0.180	2300	99.8
Bakır (Cu)	29	63.546	0.256	1083	99.9

Tablo 2. 2. Üretimi gerçekleştirilen alaşımın kimyasal kompozisyonu.

Element	Atomikçe Oran (%)	Ağırlıkça Oran (%)
Demir (Fe)	38	39,63
Kobalt (Co)	38	41,82
Molibden (Mo)	8	14,34
Bor (B)	15	3,03
Bakır (Cu)	1	1,19

2.2. Alaşım Üretimi

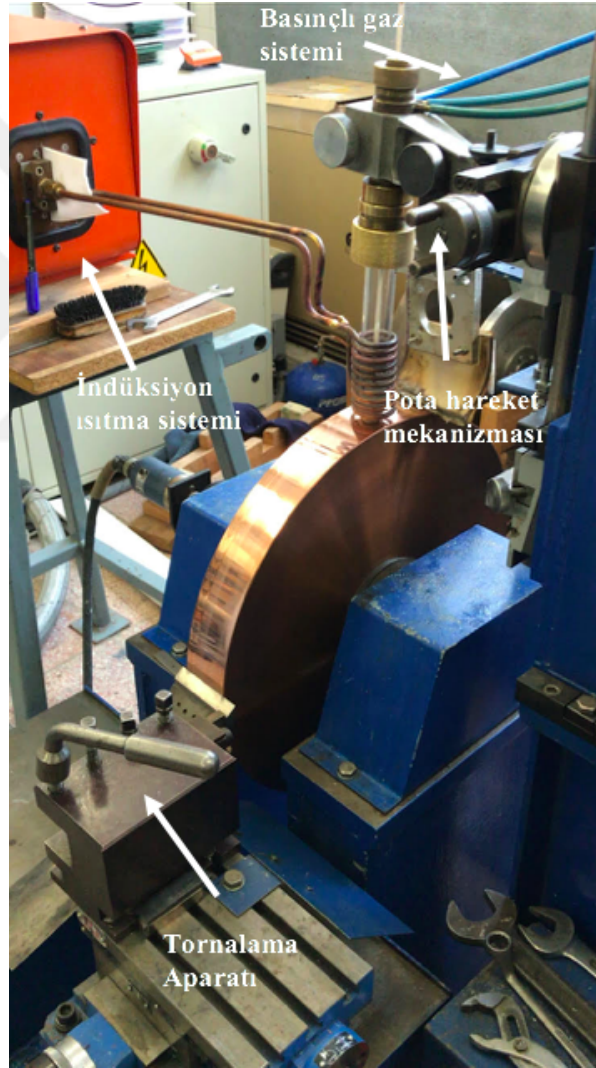
Bölüm 2.1’de elementlerin her birinin ayrıntılı özellikleri ve kimyasal bileşimi verilen Fe-Co esaslı yumuşak manyetik malzemeden şerit üretimi işleminden önce bileşim kompozisyonu oluşturmak için 50 g’lık master alaşımlar üretilmiştir. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ master alaşımının üretilmesinde Slovakya Bilimler Akademisi Fizik Enstitüsünde bulunan indüksiyon ocağı kullanılmıştır. Hassas terazi kullanılarak hazırlanan ve küçük parçacıklar halindeki 50 gram alaşım indüksiyon ocağında argon atmosferi altında kuvarz pota içerisinde ergitilerek master alaşım üretilmiştir. Master alaşım içerisindeki makro veya mikro boyuttaki segregasyonları engellemek amacıyla indüksiyon ocağının manyetik karıştırma mekanizmasından da yararlanılarak ergitme işlemi birkaç defa tekrar tekrarlanarak homojen yapıya sahip $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ master alaşımı üretilmiştir.

2.3. Melt Spinning Düzenegi

Tez kapsamında $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ esaslı amorf yapılı şerit üretme işlemi Slovakya Bilimler Akademisi Fizik Enstitüsünde bulunan ve Şekil 2.1’de gösterimi verilen melt spinning cihazında gerçekleştirilmiştir. Melt spinning yöntemi esas itibariyle bir hızlı katılaştırma prosesi olup, bu yöntemde indüksiyon ısıtma ile eritilen sıvı metal basınçlı gaz yardımıyla (argon gazı) yüksek hızda dönmekte olan ve yüksek ısı iletkenliğe sahip disk (genellikle bakırdan imal edilir) üzerine püskürtülerek şerit formunda malzeme üretilir.

Şekil 2.1’de görülen melt spinning ünitesi genel itibariyle 5 ana bölümden oluşmaktadır. Bu bölümler şunlardır:

- İndüksiyonun ısıtma ünitesi
- Basınçlı gaz gönderme ünitesi
- Metal eritme potasını hareket ettiren ve pota-disk arası mesafeyi ayarlayan pota hareket mekanizması
- Tornalama aparatı
- Kontrol paneli



Şekil 2.1. Şerit üretiminde kullanılan melt spinning düzeneği.

$Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ esaslı şeritlerin üretiminde ergitme sistemi olarak Şekil 2.1'den görüldüğü üzere indüksiyon ergitme sistemi kullanılmıştır. Kullanılan indüksiyon ergitme sistemi 5 kHz frekansa sahipken 15 kW'lık güce sahiptir. Frekansın düşük olması ergitme işleminde parçacıkların içeriden dışarıya olmasını sağlamaktadır. İndüksiyon ergitme sisteminin kontrolü ise kontrol ünitesinden sağlamaktadır.

Basınçlı gaz gönderme ünitesi ise indüksiyon sistemi ile ergitilen alaşımın yüksek hızlarda dönen bakır disk üzerine püskürtülmesinde kullanılmaktadır. Ayrıca, alaşımın ergitilmesi sırasında oksitlenmeyi ve içeriye hava girmesini engellemek amacıyla özel bir sistem tasarımı yapılmıştır. Bu sayede işlem açık atmosferde gerçekleştirilse dahi ergime işlemi sırasında alaşımın oksitlenmesi engellenmektedir.

Melt spinning prosesinin en önemli parametrelerinden biri olan disk ile nozul arasındaki mesafenin ve potanın disk orjini ile yaptığı açığı ayarlamak amacıyla pota hareket mekanizması bulunmaktadır. Pota hareket mekanizması ile disk ile nozul arasındaki mesafe ve açı ayarlanarak şerit kalınlığı ve özellikleri işlem sırasında kontrol edilmektedir.

Birçok yumuşak manyetik malzeme için yüzey özelliklerinin manyetik özellikleri etkilediği bilinmektedir [59, 60]. Bu bilgi doğrultusunda üretilen şeritlerden maksimum ürün performansı elde etmek amacıyla diskin yüzeyi Şekil 2.1'de gösterilen tornalama aparatı ile tormalanmaktadır. Bu işlem her bir üretim öncesi tekrarlanarak aynı yüzey profili elde edilmektedir.

Melt spinning sisteminde indüksiyon sisteminde gücün ve frekansın ayarlanması, sıcaklık kontrolü ve basınçlı gaz gönderme sisteminin kontrol etmek amacıyla kontrol paneli bulunmaktadır. Kontrol paneli üzerinde tüm işlemler manuel olarak gerçekleştirilmektedir.

2.4. Melt Spinning Yöntemi ile Şerit Üretim İşlemleri

Melt spinning işlemi ile $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımından şerit üretme işlemi Şekil 2.1'de sunulan açık atmosferli melt spinning sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şerit üretim işlemi, kuvarzdan imal edilmiş özel tasarım pota içerisine konan $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ master alaşımının, indüksiyon sistemi ile ergitilerek, potanın dip kısmındaki dikdörtgen kesitli, hegzagonal bor nitrürden imal edilmiş ve yüksek sıcaklık yapıştırıcı kullanılarak kuvarz potaya yapıştırılan nozul yardımıyla bakır disk üzerine yüksek saflıktaki (%99,999)

argon gazı ile yüksek basınç altında püskürtülmesi ile gerçekleştirilmiştir. Şerit üretme işlemleri 0,7x10 mm boyutlarında dikdörtgen kesitli nozul, 0,6 bar'lık püskürtme gaz basıncı ve 1285 °C sıvı metal sıcaklığı üretim parametreleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.5. Üretilen Şeritlerin Isıl İşlemleri

Melt spinning işlemi esas itibarıyla bir hızlı katılaştırma tekniği olması ve bu yöntemle çok yüksek soğuma hızlarına ($>10^6$ K/s) ulaşılması amorf veya nanokristal yapılı şerit üretimine imkan sağlamaktadır. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımında çok sayıda elementin kullanılması ve Cu ve Mo gibi kristalleşmeyi engelleyen elementlerin yer alması üretilen şeritlerin amorf yapıda olmasına neden olmuştur. Amorf yapılı $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeritlerini nanokristal yapı oluşturmak amacıyla Şekil 2.2'de gösterilen MTI marka GSL1500X model atmosfer kontrollü tüp fırın kullanılmıştır. Üretilen şeritler yaklaşık 10 cm uzunluğunda kesilerek argon atmosferi altında 30 °C sıcaklık aralıkları ile 300-450 °C arasında 2-20 dk. arasında tavlannmıştır (Tablo 2.3.).



Şekil 2.2. Kontrol atmosferli tüp tipi ısıl işlem fırını

Tablo 2.3. Isıl işlem parametreleri

Numune	Süre, dk.	Sıcaklık, °C					
Seri 1	2	300	330	360	390	420	450
Seri 2	5	300	330	360	390	420	450
Seri 3	10	300	330	360	390	420	450
Seri 4	20	300	330	360	390	420	450

2.6. Şeritlerin Morfolojik İncelemeleri

Melt spinning yöntemi ile üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeritlerindeki metal akış çizgilerini belirlemek ve yüzey pürüzlülüğü ile manyetik özellikler arasındaki ilişkiyi belirlemek amacıyla şeritlerin yüzey morfolojileri incelenmiştir. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin yüzey morfoloji incelemeleri Şekil 2.3’de sunulan Zeiss marka EVO LS10 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Amorf şeritlerin manyetik doygunluğunun yüksek olmasından dolayı analiz işlemleri sırasında elektron demetinin kaymasını engellemek için şeritler çift taraflı karbon bant üzerine yapıştırılarak numune tutucu ile şerit arasındaki iletkenlik tamamen sağlanmıştır.



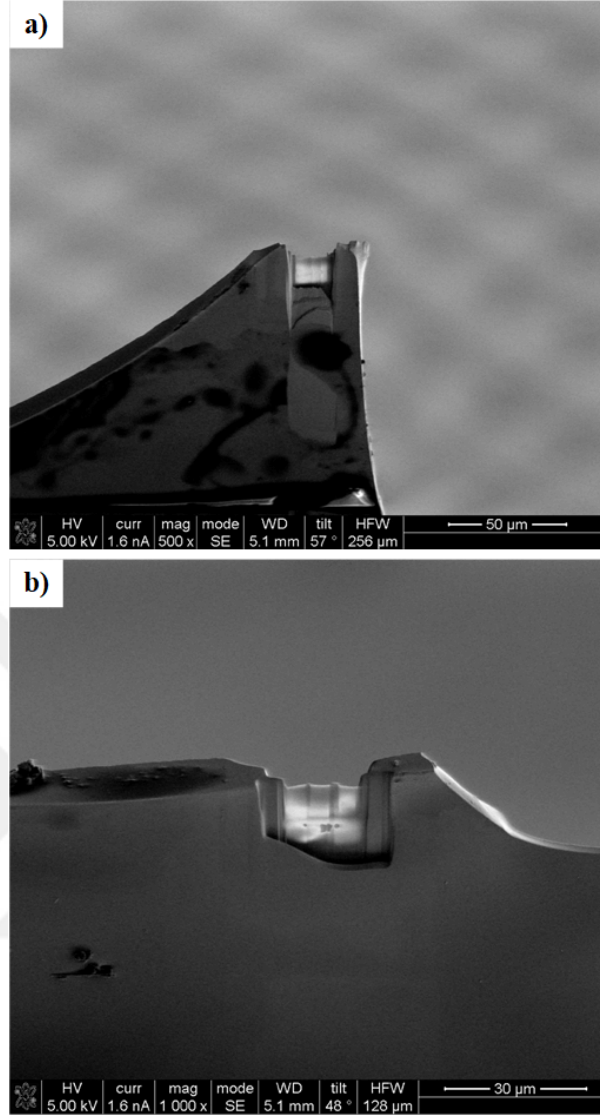
Şekil 2.3. Zeiss marka EVO LS10 model taramalı elektron mikroskobu.

2.7. Şeritlerin Mikroyapısal İncelemeleri

Melt spinning yöntemi ile üretilen ve ısı işlem gören şeritlerin kristalli yapıya geçiş sıcaklıklarının ve manyetik doygunluk, kalıcı mıknatıslık ve koersivite gibi manyetik özelliklerinin mikroyapıya bağlı olarak değişimini ortaya çıkarmak amacıyla geçirimli elektron mikroskobu (TEM) kullanarak mikroyapısal özellikler ortaya çıkarılmıştır. Bu amaç doğrultusunda yaklaşık olarak 25 µm kalınlığında üretilen şeritlerin geçirimli elektron mikroskobu için uygun kalınlıkta olmadığından model odaklanmış iyon demeti kullanılarak uygun kalınlıkta olmadığından Şekil 2.4’de gösterilen ve İhsan Doğramacı Bilkent Üniversitesi Ulusal Nano Teknoloji Araştırma Merkezi (UNAM) bünyesindeki FEI marka Nova 600 Nanolab DualBeam model odaklanmış iyon demeti (FIB) ile TEM için hazır hale getirilmiştir. Bu yöntemle ortalama 25 µm kalınlığındaki numuneler iyon demeti ile herhangi bir etkiye maruz kalmadan 100 nm altında bir kalınlığa getirilerek elektron mikroskobu için hazır hale getirilmiştir. Kesme işlemi sonrası şerit yüzeyinden alınan görüntüler Şekil 2.5’te gösterilmiştir. Kesme işlemi sırasında şeritlerde herhangi bir deformasyon oluşmamıştır.



Şekil 2.4. FEI Model Nova 600 Nanolab Dual Beam model odaklanmış iyon demeti (FIB) cihazı.



Şekil 2.5. FIB yöntemi ile kesilen numuneler: a) 300, b) 330 °C’de 20 dk. tavllanmış numuneler.

FIB yöntemi ile geçirimli elektron mikroskobu için hazırlanan numunelerin yüksek çözünürlükte ve büyütme oranında mikro yapılarının incelenmesi amacıyla, taramalı elektron mikroskobuna göre çok daha yüksek çözünürlükte görüntüler elde edilebilen geçirimli elektron mikroskobu (TEM) kullanılmıştır. Bu amaçla mikroyapı incelemeleri, Bayburt Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan FEI marka Talos F200S 200 kV model geçirimli elektron mikroskobunda (TEM) gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.6).



Şekil 2.6. FEI marka Talos F200S 200 kV model geçirimli elektron mikroskobu (TEM).

2.8. Şeritlerin Yapısal Karakterizasyonu

Melt spinning yöntemiyle üretilen ve farklı sıcaklıklarda sürelerde tavlanan $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeritlerinin kristallilik durumunu belirlemek ve tavlama işlemleri sonucunda yapıda oluşması muhtemel faz yapısını belirlemek amacıyla XRD incelemeleri yapılmıştır. Bu işlemler, KTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan PANalytical X'pert Powder³ model XRD cihazında (Şekil 2.7) $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5418$) ışınımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tüm kırınım desenleri oda sıcaklığından $35 \leq 2\theta \leq 55$ aralığında 0,44 derece/saniye hızında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.7. PANalytical X'pert Powder³ model XRD cihazı

2.9. Şeritlerin Termal Karakterizasyonu

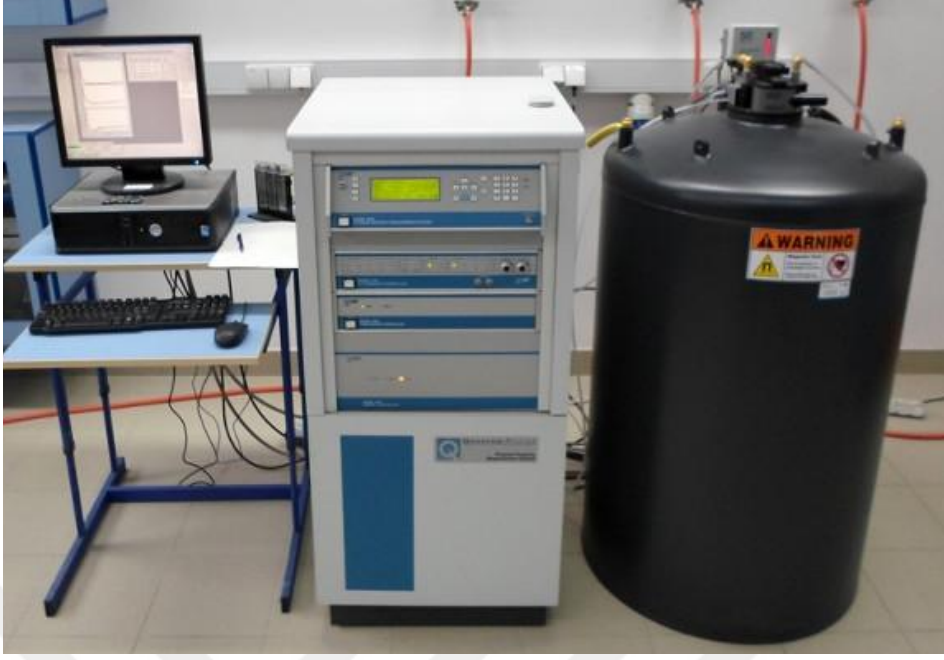
Melt spinning yöntemiyle üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerinin kristalleşme sıcaklığını (T_x) belirlemek ve ısıtma işlemi sonucu T_x sıcaklığındaki değişimlerin izlenmesinde diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazı kullanılmıştır. Bu amaçla, termal analizler için KTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan Hithaci marka DSC 7020 model diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı kullanılmıştır (Şekil 2.8). Gerçekleştirilen termal analizler azot atmosferi altında $1\text{ }^{\circ}C/dk.$ 'lık ısıtma hızıyla $200-450\text{ }^{\circ}C$ sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.8. Hitachi marka 7020 model DSC cihazı.

2.10. Şeritlerin Manyetik Karakterizasyonu

Melt spinning yöntemiyle amorf yapıda üretilen ve 300-450 °C sıcaklık aralığında 2-20 dk. aralığında farklı sürelerde tavlanan $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeritlerinin manyetik özelliklerinin belirlenmesinde Hacettepe Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümünde bulunan Quantum Design fiziksel özellik ölçüm sistemi (PPMS) kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.9). Manyetik ölçümler, PPMS cihazının titreşimli örnek magnetometresi kullanılarak 20000 Oe manyetik alan altında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.9. Quantum Design marka fiziksel özellik ölçüm sistemi (PPMS).

3. BULGULAR VE İREDELEME

Bu tez kapsamında, melt spinning yöntemi ile 0,6 bar'lık püskürtme gaz basıncı ve 1285 °C sıvı metal sıcaklığı üretim parametreleri kullanılarak yaklaşık 25 µm kalınlığında 10 mm genişliğinde Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu kompozisyonuna sahip alaşımın şerit üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu alaşım şeridinin makro fotoğrafı Şekil 3.1'de verilmiştir.



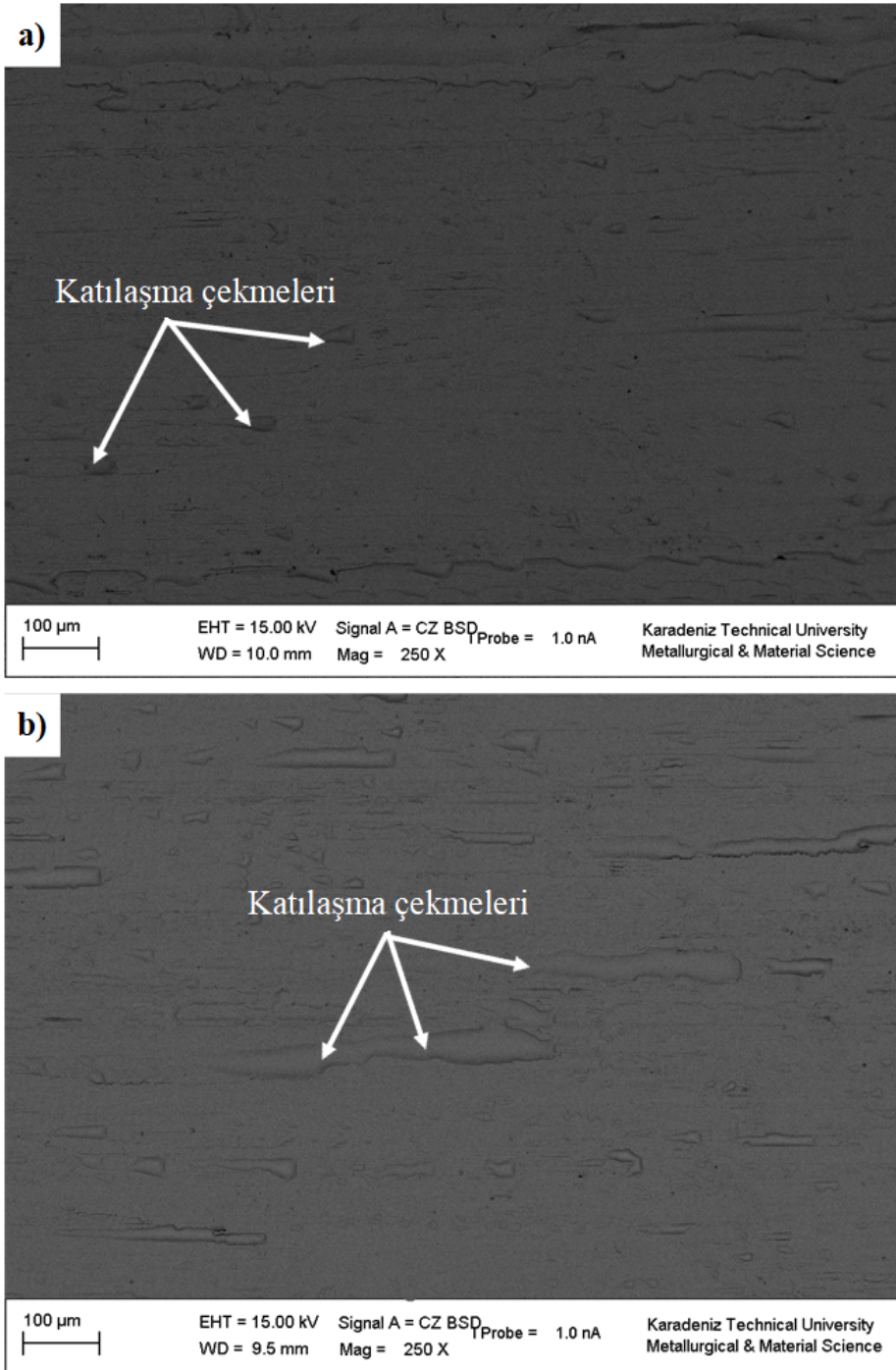
Şekil 3.1. Melt spinning yöntemi ile üretilen Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu şeridin makro fotoğrafı.

Üretilen şeritlerin morfolojik ve yapısal incelemelerin yanında termal ve manyetik özellikleri karakterize edilmiştir. Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu alaşımı şeritleri 30 °C sıcaklık aralıkları ile 300, 330, 360, 390, 420, 450 °C sıcaklıklarda 2, 5, 10, 20 dakika süre ile ısıl işlem uygulanmıştır. Uygulanan ısıl işleme bağlı olarak yapısal, termal ve manyetik özelliklerde meydana gelen değişimler incelenmiş ve bulgular bu bölümde sunulmuştur.

3.1. Melt Spinning Yöntemi ile Üretilen Şeritlerin Yüzey İncelemeleri

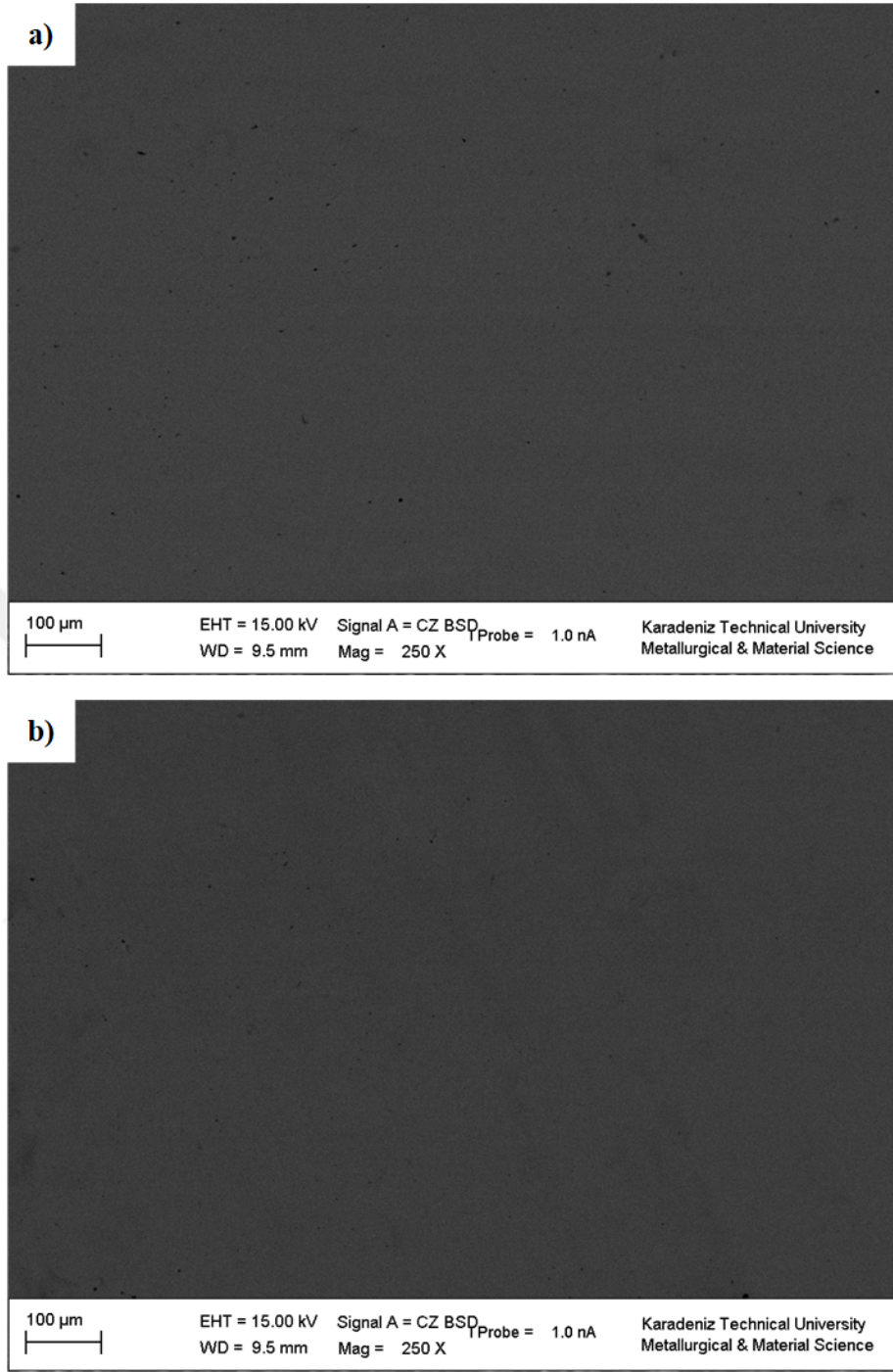
Melt spinning yöntemi ile üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin ilk olarak yüzey özelliklerini belirlemek amacıyla taramalı elektron mikroskopunda (SEM) geri saçılan elektron modunda görüntüler alınmıştır. Bilindiği üzere, geri saçılan elektron modu ile yüzeyde ikinci fazların veya oksit oluşumunun varlığı kolaylıkla tespit edilebilmektedir. Bu nedenle katılaşma esnasında ve ısıtma işlemler sonucunda $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin yüzeyinde oluşması muhtemel oksit tabakalarının varlığı araştırılmıştır. Öte yandan, melt spinning yöntemi ile yüzey düzgünlüğü yüksek ve pürüzsüz şerit üretiminin nozul ile döner bakır disk arasında oluşan eriyik havuzunun şekline ve stabilitesine bağlı olduğu bilinmektedir [61]. Yine literatürden bilindiği üzere, diğer parametrelerin yanında şeritlerin yüzey kalitesi ve düzgünlüğü yumuşak manyetik özellikleri etkilemektedir [60]. Belirtilen bu sebeplerden dolayı üretilen şeritlerin yüzey özellikleri incelenmiştir.

Şekil 3.2’de $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin üretim esnasında disk ile temas eden yüzeyin SEM’de elde edilen görüntüleri sunulmuştur. Şekil 3.2.a’da melt spinning yöntemi ile üretilen ve herhangi bir ısıtma işlemi uygulanmamış şeridin disk ile temas eden yüzeyinin SEM’de alınan görüntüsü verilmiştir. Şekilden de görülebileceği üzere şerit yüzeyinde katılaşma sırasında oluştuğu düşünülen katılaşma çekmeleri bulunmaktadır. Çekme boşlukları üzerinde herhangi bir renk kontrastının bulunmaması katılaşma sırasında oksitlenmenin oluşmadığına işaret etmektedir. Şekil 3.2.b’de 450 °C sıcaklıkta 20 dakika ısıtma işlemi görmüş şeridin disk ile temas eden yüzeyinin görüntüsü verilmiştir. En yüksek tavlama sıcaklığı ve süresinde gerçekleştirilen ısıtma işlemi sonucunda yüzey morfolojisinde herhangi bir değişim gözlenmemiştir. Isıtma işleminin koruyucu argon gazı atmosferinde gerçekleştirilmesi yüzeyde farklı bileşimlerde oksit oluşumunu engellemiştir. 300-420 °C sıcaklıklarda ve 2-20 dk. sürelerde ısıtma işlemine tabi tutulan diğer şeritlerin yüzeylerinde de benzer özellikler elde edilmiştir.



Şekil 3.2. Üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin diskle temas eden yüzeylerinin SEM görüntüleri. (a) Isıl işlem görmemiş şeridin yüzeyi, (b) 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin yüzeyi.

Melt spinning yöntemi ile üretilen $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeridin hava ile temas eden üst yüzeyinin SEM’de elde edilen ve ısıtılmış durumdaki yüzey morfolojisi Şekil 3.3.a ve $450\text{ }^\circ\text{C}$ ’de 20 dk. tavllanmış durumdaki yüzey morfolojisi ise Şekil 3.3.b’de sunulmuştur. Melt spinning yöntemi ile üretilen şeritlerin genel karakteristik özelliği hava ile temas eden üst yüzeylerinde metal akış çizgilerinin bulunmasıdır. Bu akış çizgileri şeridin oluşum yönüne paralel olarak meydana gelen ve belli boyutlardaki çizgisel çukurluklardır. Şekil 3.2’den de görüleceği üzere, üretilen şeritlerin hava ile temas eden yüzeylerinde herhangi bir akış çizgisi tespit edilmemiştir. Burada, metal akış çizgilerinin görülmemesindeki temel sebepler melt spinning işlem parametreleri ile açıklanabilir. $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşım şeritlerinin üretiminde kullanılan nozul ile disk arasındaki mesafenin çok küçük olması, disk üzerinde şeridi oluşturan sıvı metal havuzunun akış kararlılığının yüksek olması söz konusu çizgilerin oluşumunu engellediği düşünülmektedir. Ayrıca, üretilen şeritlerin kalınlığının ortalama $25\text{ }\mu\text{m}$ gibi nispeten düşük olması ve bakır disk yüzeyinin her şerit üretiminden önce tornalama aparatı ile tornalanarak çok düzgün hale getirilmesi metal akış çizgilerinin oluşumunun engellenmesine katkı sağlamıştır. Gerek ısıtılmış işlem uygulanmamış ve gerekse ısıtılmış işlem uygulanmış şeritlerin yüzeylerinde herhangi bir renk kontrastı oluşmamıştır. Bu durum şeritlerin yüzeylerinde oksitlenmenin meydana gelmediğini göstermektedir. Katılma hızının çok yüksek olması açık atmosferde dahi gerçekleştirilen şerit üretiminde oksitlenmenin önüne geçmiştir. Şekil 3.2 ve Şekil 3.3’te verilen SEM görüntülerinde şeritlerin yüzey pürüzlülüklerinin çok düşük olması, $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşım şeritlerinin manyetik özellikleri üzerinde olumsuz etki oluşturmayacağı ve şeritlerden yüksek performans alınmasına olanak sağlayacağı düşünülmektedir.

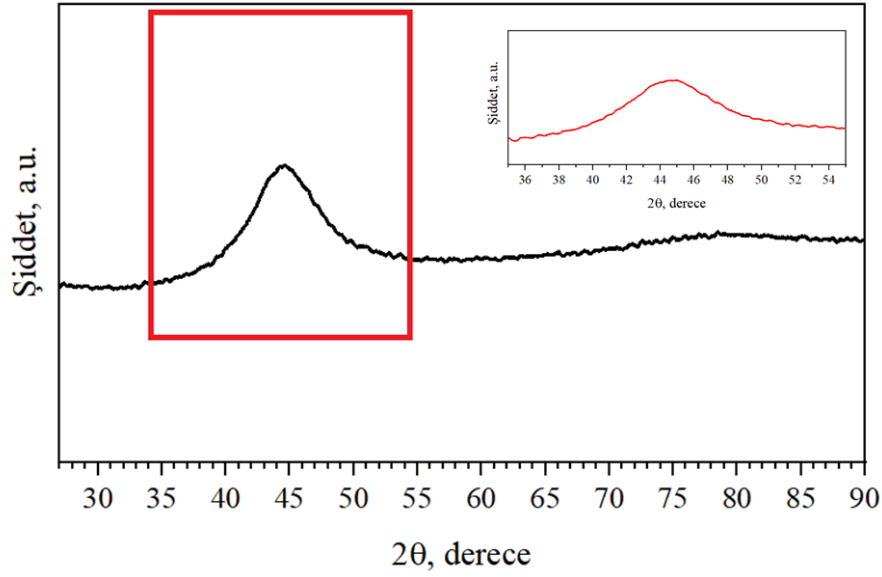


Şekil 3.3. Üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerin hava ile temas eden yüzeylerinin SEM görüntüleri. (a) Isıl işlem görmemiş şeridin yüzeyi, (b) 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin yüzeyi.

3.2. Melt Spinning Yöntemi ile Üretilen Şeritlerin Yapısal İncelemeleri

Bölüm 2.4’de üretim yöntemi ayrıntılı olarak açıklanan $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeritlerinin yapısal özellikleri bu şeritlerin termal ve manyetik performansları üzerinde büyük etkiye sahiptir. Amorf halde üretilen şeritler, mikro yapıdaki tane büyümesini ve bunun özelliklere olan etkisini incelemek için, yaklaşık 10 cm uzunluğunda kesilerek argon atmosferi altında 30 °C aralık ile 300, 330, 360, 390, 420, 450 °C sıcaklıklarda 2, 5, 10, 20 dakika süre ile ısıtılma tabii tutulmuşlardır. Üretilen amorf şeridin T_x (cam geçiş sıcaklığı başlangıcı) sıcaklığının yaklaşık 410 °C olduğu azot atmosferi altında 1 °C/dk.’lık ısıtma hızıyla 200-475 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilen DSC analizlerinden elde edilmiştir. Literatürden bilindiği gibi, T_x sıcaklığının altında yapılan ısıtma işlemleri amorf yapıda gerilme gidermesi sağlarken aynı zamanda kısmi bir kristallenme meydana gelecektir. T_x sıcaklığı üzerinde yapılan ısıtma işlemlerinde ise tam kristalleşme meydana oluşacaktır. Bu nedenle yapılan çalışmalarda T_x sıcaklığının altında ve üzerinde seçilen sıcaklıklarda ısıtma işlemleri yapılarak elde edilen veriler yorumlanmıştır.

İlk olarak melt spinning yöntemi ile açık atmosfer şartları altında üretilen şeritlerin X-ışını analizi yapılmış ve elde edilen kırınım deseni Şekil 3.4’te sunulmuştur. 30°-90° aralığında alınan ölçümlerde 40°-50° arasında geniş bir saçılma görülmektedir. Kırmızı dikdörtgen ile çevrelenen bu bölgenin büyütülmüş ve ayrıntılı görüntüsü yine aynı şekil üzerinde verilmiştir. Amorf yapıda olan alaşımların atomlarının üç boyutlu uzayda uzun mesafelerde rastgele dağılımlarından dolayı X-ışını difraksiyonu geniş açılı saçılma göstermektedir. Kristal yapıya sahip atomlarda ise X-ışınları difraksiyonu geniş açılı saçılma göstermeyeceği için geniş pikler yerine dar açılı tek bir pik gözlenmesi beklenmektedir. Bu bilgiler doğrultusunda, 40°-50° arasında görülen geniş açılı saçılma piki HighScore Plus yazılımı kullanılarak analiz edildiğinde, yapının tamamının amorf yapıdan oluştuğunu ve herhangi bir düzenli kristalli yapının oluşmadığını ortaya koymuştur. Burada; amorf alaşım elde etmek için temel şartlardan biri olan yeterli yüksek soğuma hızında ulaşıldığını göstergesidir. Buna ek olarak, arayer atomlarından biri olan ve 0,18 nm atom yarı çapına sahip ve alaşımda atomikçe %15 oranında bulunan B elementinin Fe-Co esaslı alaşımda Fe ve Co elementlerinin atom yarıçapları arasında yaklaşık %20 oranında fark olması amorf yapının oluşumuna olanak sağlamaktadır. Diğer bir ifade ile, amorf yapı oluşumu için gerekli olan asgari %12’lik atom yarıçapları arası fark şartını sağlamaktadır.



Şekil 3.4. Üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şeridinin X-ışını kırınım deseni.

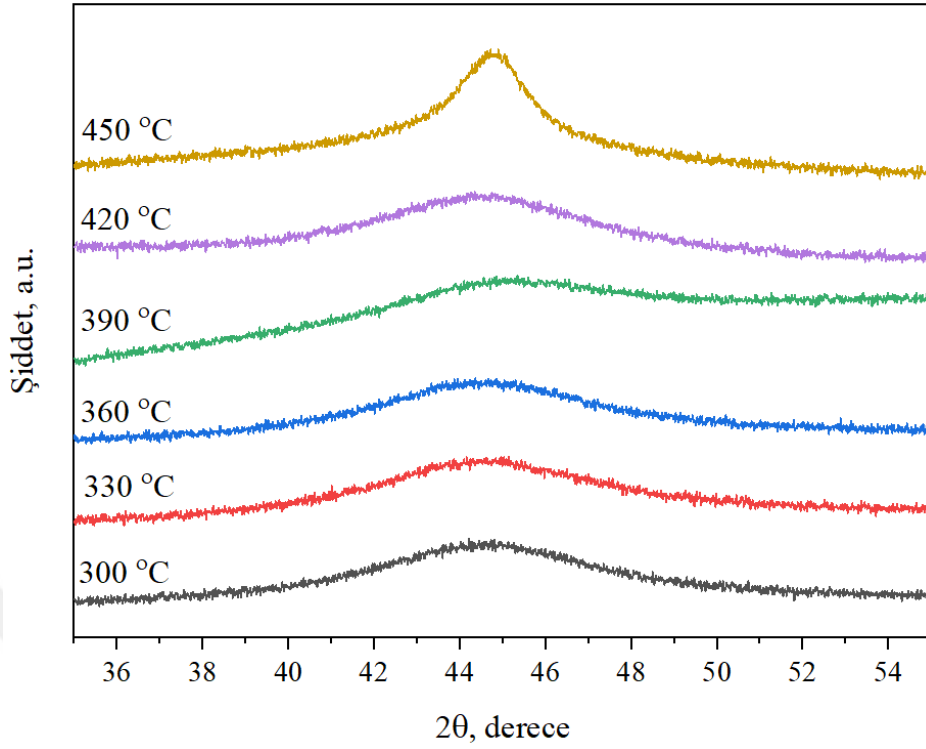
Amorf metalik alaşımlarda tercihli olarak amorf matriste nanokristaller oluşturarak özelliklerin geliştirildiği bilinmektedir. Nanokristal malzemeler en az bir eksenle kristal boyutları 1-100 nm olan tek fazlı ya da çok fazlı malzemeler olarak tanımlanmaktadır. Bu malzemelerin, fiziksel, mekaniksel ve manyetik özellikleri kristalli yapılara göre daha üstündür. Malzemenin yapısındaki fazların nanokristalli olması, mikro boyutlardaki kristallerde görülen ve alaşımların çoğunun özelliklerini olumsuz yönde etkileyen kristal yapı kusurlarının olumsuz etkilerini ortadan kaldırmakta ve kristal yapısı kusursuz gibi davranmaktadır. Kusursuz yapı malzeme özelliklerini iyi yönde etkileyen bir özelliktir. Nanokristallerin oluşumunda malzemenin kimyasal bileşimini oluşturan elementler ve üretim süreci diğer önemli bir faktördür. Amorf metal alaşımında, amorf matriste nano boyutta kristaller bulunan malzemeler iyi manyetik özellikler göstermektedir. Bu durum, amorf metal malzemeler içinde nanokristaller oluşturma çalışmalarını yaygınlaştırmıştır [27, 62, 63]. Herzer tarafından yapılan bir çalışmada, 500-900 °C'ler arasında ısıl işlem uygulanmış Fe esaslı amorf alaşımda, büyüyen nanokristallerin boyutu ile koersivitede artış görüldüğü belirtilmiştir. 50 nm'ye kadar koersivitede artış gözlenmiş ve 150 nm üzerindeki tane boyutları için koersivitenin azalmaya başladığı not edilmiştir [64]. Bu tez kapsamında, ısıl işlemin tane boyutu, termal ve manyetik özelliklere olan etkisi bu bağlamda incelenmiştir. Amorf yapıdaki $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şerit alaşımına nanokristalin yapı oluşturmak için uygulanan ısıl işlem sonucunda faz yapısında ve kristal yapısında meydana gelen değişimleri belirleyebilmek için XRD analizlerinden faydalanılmıştır. Isıl işlem

sıcaklığı ve süresinin yapısal özellikler üzerindeki etkisi Başlık 3.2.1 ve Başlık 3.2.2’de sırasıyla verilmiştir.

3.2.1. Isıl İşlem Sıcaklığının Şeritlerin Yapısal Özellikleri Üzerindeki Etkileri

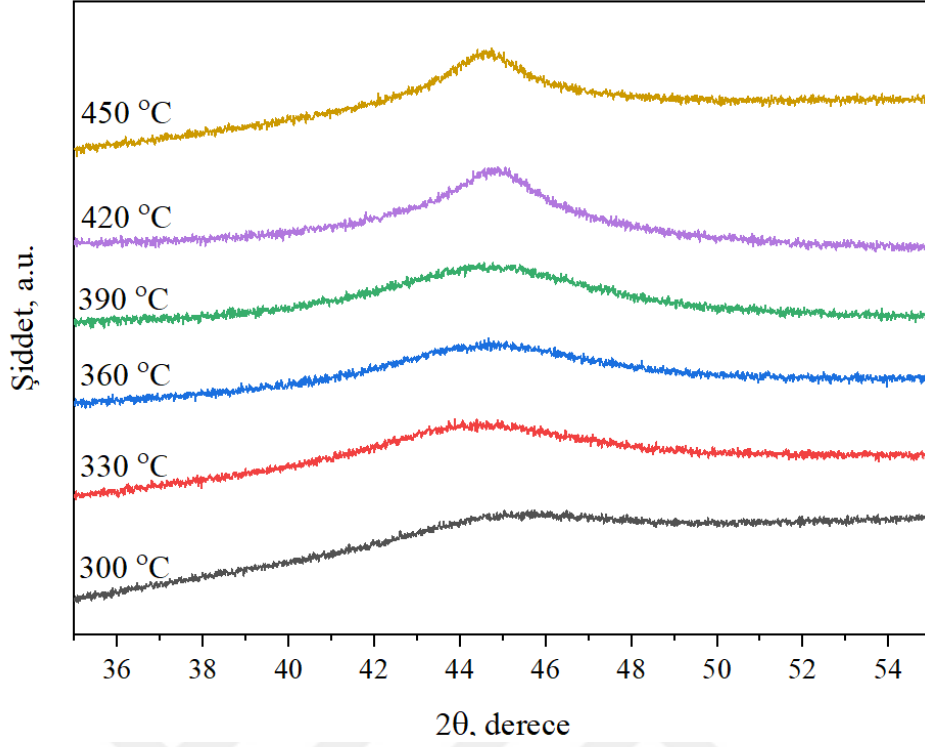
Melt spinning yöntemi ile amorf yapıda üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeritlere ısı işlem sıcaklığı ve süresinin etkisini belirlemek amacıyla koruyucu argon atmosferi altında 300–450 °C arasında 30 °C sıcaklık aralıkları ile 2, 5, 10 ve 20 dakika süre tavlama işlemi uygulanmıştır. Isıl işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak X-ışını kırınım desenlerinde elde edilen değişimler Şekil 3.5-3.8 arasında verilmiştir. Şekil 3.5’de 300–450 °C sıcaklık aralığında 2 dk. sürede gerçekleştirilen ısı işlemin X-ışını kırınım desenlerini göstermektedir. X-ışını kırınım deseni incelendiğinde, 420 °C sıcaklığa kadar önemli bir değişim olmadığı görülecektir. 300 °C’de 2 dk. tavlanan şeridin X-ışını kırınım deseni melt spinning yöntemi ile üretilen ve ısı işlem uygulanmamış şeritlerin kırınım desenine (Şekil 3.4) benzerlik göstermektedir. Bölüm 1.8’de açıklandığı üzere, amorf alaşımlar uzun mesafe atomik dizilimine sahip değildir. Bundan dolayı, XRD analizi sırasında X ışını küçük açı ile saçılmaktadır. Bu durum amorf alaşımların, X-ışını kırınım deseninin geniş pik olarak görülmesini sağlamaktadır. Şekil 3.5’te verilen kırınım desenlerinde 300 °C ısı işlem sıcaklığında geniş pik elde edilirken, artan sıcaklıkla pikin giderek daralmaya başladığı tespit edilmiştir. Amorf pikin genişliğinde artan sıcaklığa bağlı olarak meydana gelen daralma, sıcaklığın etkisiyle birlikte yapıda kararlı kristalli bölgelerin oluştuğunu göstermektedir. Sıcaklığın artması daha fazla kristalli bölgelerin oluşmasını, pik yarı yüksekliği genişliğinin (FWHM) azalmasını, dolayısıyla da kristalli bölgenin çapının artmasını sağlamaktadır. Ayrıca 300, 330, 360 °C sıcaklıklarda piklerde belirgin bir daralma görülmezken, 410 °C olarak belirlenen T_x sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda yapılan ısı işlemlerde ise belirgin bir daralma gözlenmiştir. Burada kristalli malzemelere ait X-ışını kırınım deseninin görülmemesi tavlama süresinin yetersiz olduğunu göstermektedir.

Genel olarak, 300, 330, 360, 390, 420, 450 °C tavlama sıcaklıklarında yapılan ısı işlemlerde X-ışını kırınım desenlerinde keskin pik görülmemesi tam kristalli yapının olmadığını, artan sıcaklığa bağlı olarak pik genişliğinin daralması ise yapıda nanokristal yoğunluğun arttığını göstermektedir. Artan tavlama sıcaklığı ile, ortalama tane boyutu daha fazla artar ve parçacıklar birbiriyle temas eder ve etkileşimleri kuvvetlenir [65].



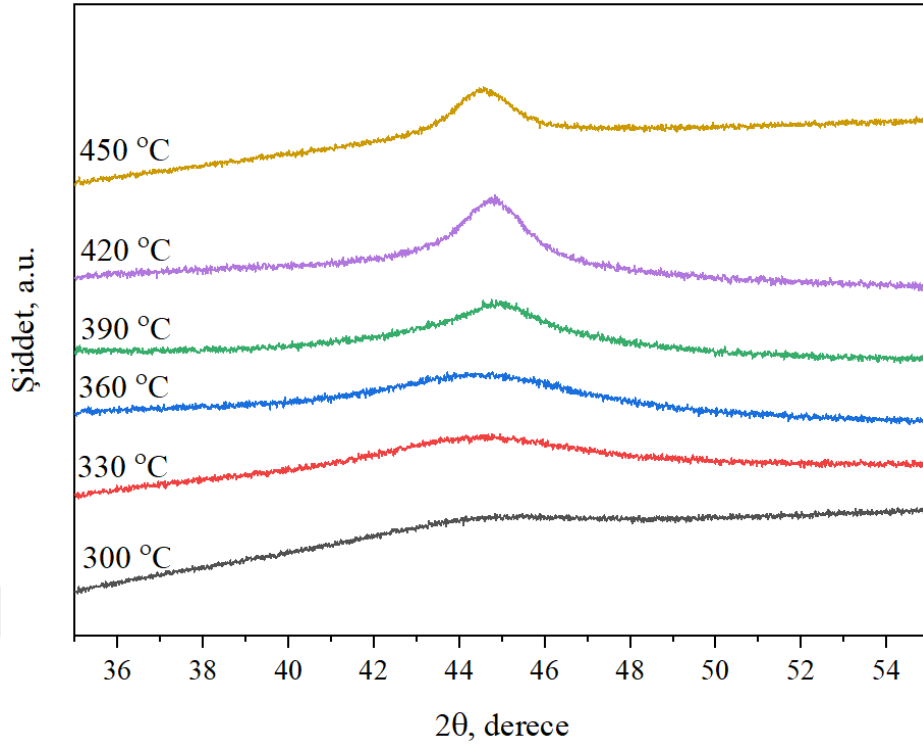
Şekil 3.5. Farklı sıcaklıklarda 2 dk. süre ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Amorf yapıda üretilen şeritlerin argon atmosferinde 300–450 °C sıcaklık aralığında 5 dakika sürede tavlama sonucu elde edilen X-ışını kırınım desenleri Şekil 3.6’da sunulmuştur. Elde edilen sonuçlar aynı sıcaklıklarda 2 dakika ısıtılma uygulanan şeritlerin kırınım desenleri ile benzerlik göstermektedir. Şekil 3.6’dan görüleceği üzere, 40-50° aralığında görülen pik daralması yapıdaki nanokristallerin boyutunun arttığına işaret etmektedir. Ancak, yapılan ısıtılma süresinin yetersiz olması %100 kristal yapının oluşumunu engellemektedir. Tavlama sıcaklığının, kristalleşmenin başladığı sıcaklık (T_x) olan 410 °C’nin üzerinde yapının tamamen kristalli olmaması tavlama süresinin kısa olması ile açıklanabilir. Atomların kararsız halde hareketlerinin zor gerçekleşmesinden dolayı, uzun tavlama süreleri sonucunda ancak tam bir düzenli yapı oluşabilmektedir.



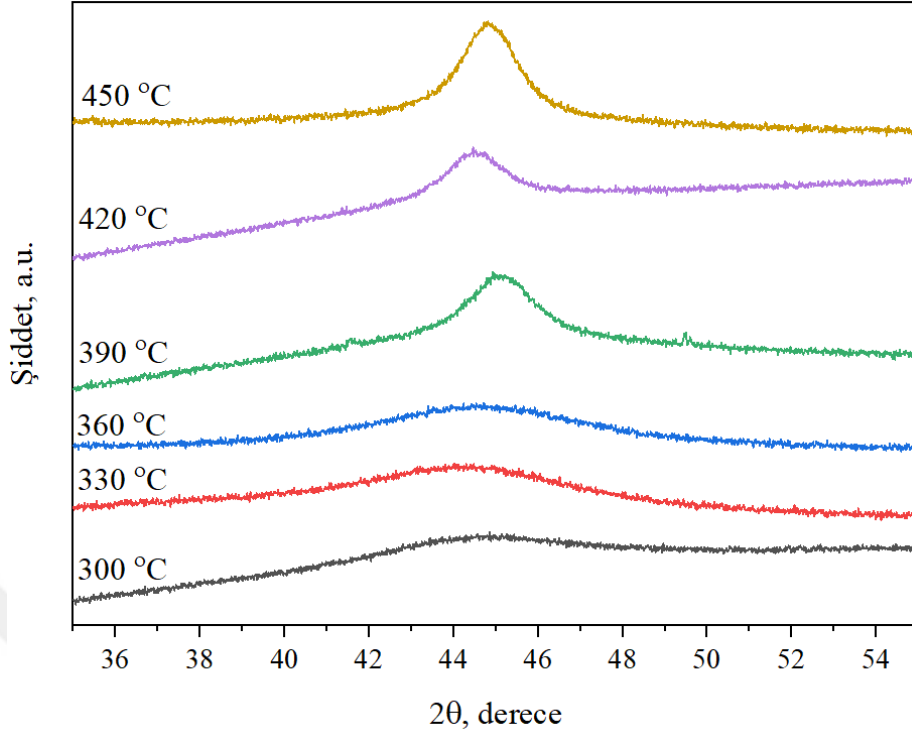
Şekil 3.6. Farklı sıcaklıklarda 5 dk. süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.7’te 10 dk. süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin X ışını kırınım desenleri verilmiştir. Burada 2 dk. ve 5 dk. sürede elde edilen kırınım desenlerinden farklı olarak 10 dakika sürede 390 °C’de sıcaklıkta ısıl işlem uygulanan şeritte 40-50° tarama aralığındaki pikte belirgin bir daralma gözlenmiştir. Bu durum, kristalleşme oranının daha düşük sıcaklıklara doğru, artan ısıl işlem süresi ile artmaya başladığını göstermektedir.



Şekil 3.7. Farklı sıcaklıklarda 10 dk. süre ile ısıtılma tabii tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağı olarak X-ışını kırınım desenleri.

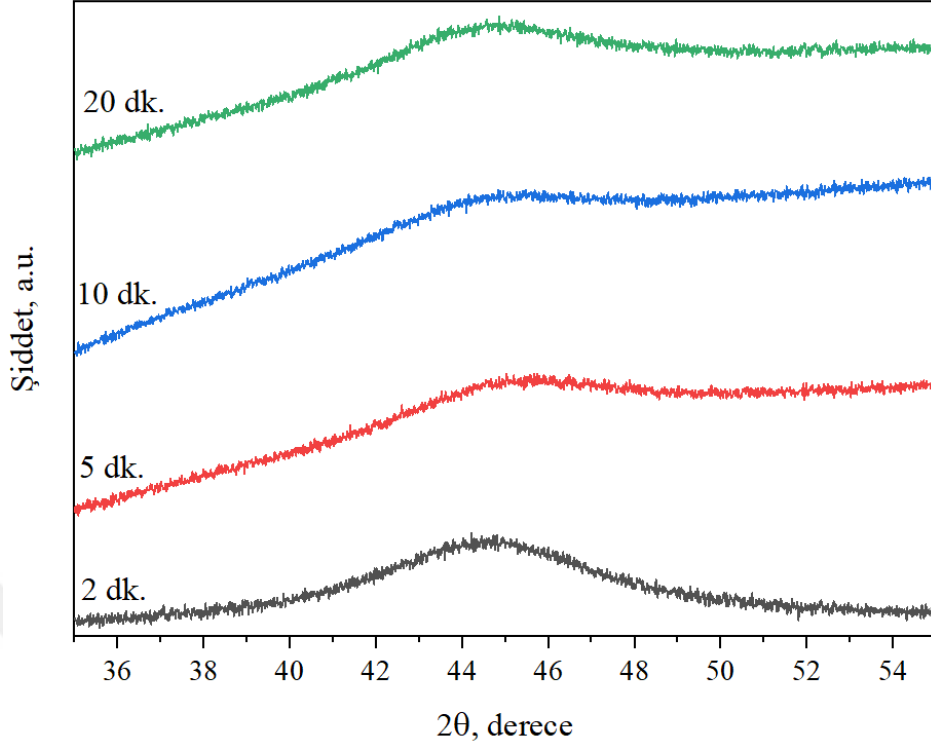
Şekil 3.8’de 20 dk. sürede gerçekleştirilen ısıtılma sonucunda elde edilen X-ışını kırınım desenleri verilmiştir. Şekilden de görüleceği üzere, piklerdeki daralma yine 390 °C sıcaklıkta başlamakta, ancak daralma oranı daha fazla olmaktadır. Isıtılma sıcaklığı ve süresinin artması sünek karakterli Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu alaşım şeritlerinin gevrek özellik sergilemesine neden olduğu gözlemlenmiştir. Tavlama işlemi ile ortaya çıkan bu durum yumuşak manyetik özelliklere sahip şeritlerin kullanılabilirliğini önemli ölçüde azaltmaktadır. Gevrekleşmesinin önemli bir nedeni yapıdaki amorf faz oranının azalması, kristalli faz oranının artması olarak ifade edilmektedir [66].



Şekil 3.8. Farklı sıcaklıklarda 20 dk. süre ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin sıcaklığa bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

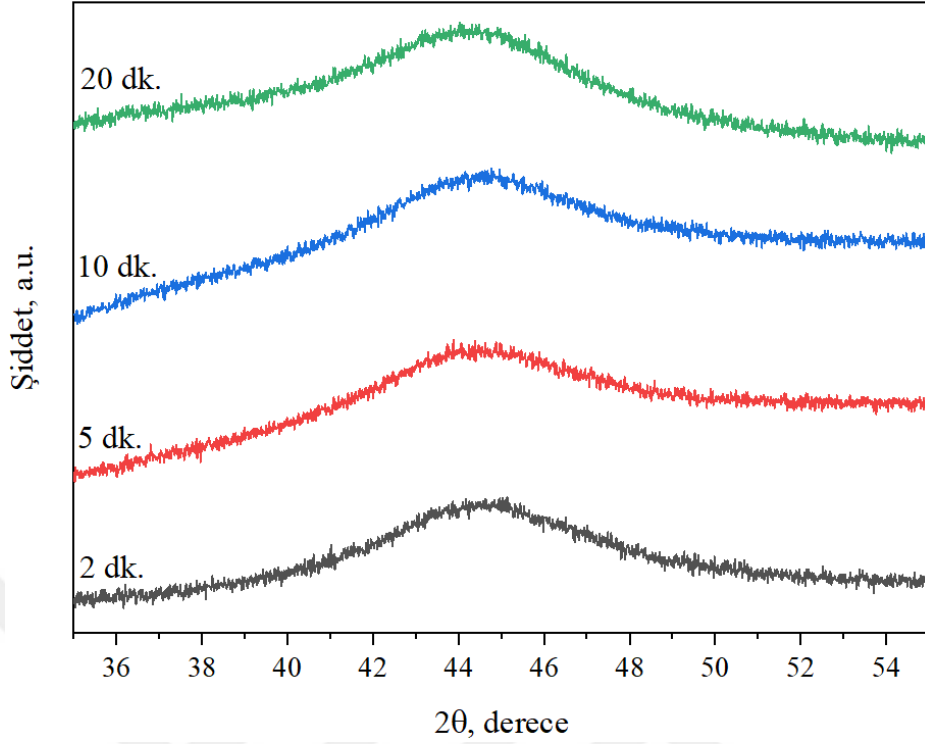
3.2.2. Isıl İşlem Süresinin Şeritlerin Yapısal Özellikleri Üzerindeki Etkileri

Sabit sıcaklıkta ve 2-20 dakika aralığında değişen sürelerde tavlanan Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu alaşım şeritlerinin X-ışını kırınım desenleri Şekil 3.9-3.14 arasında sunulmuştur. Şekil 3.9 300 °C sabit sıcaklıktaki ısıl işlem sonucunu göstermektedir. Şekilden de görüleceği üzere, sıcaklığın nispeten düşük olmasından dolayı ısıl işlem süresinin artmasına rağmen yapısal olarak herhangi bir değişimin gerçekleşmemiştir.



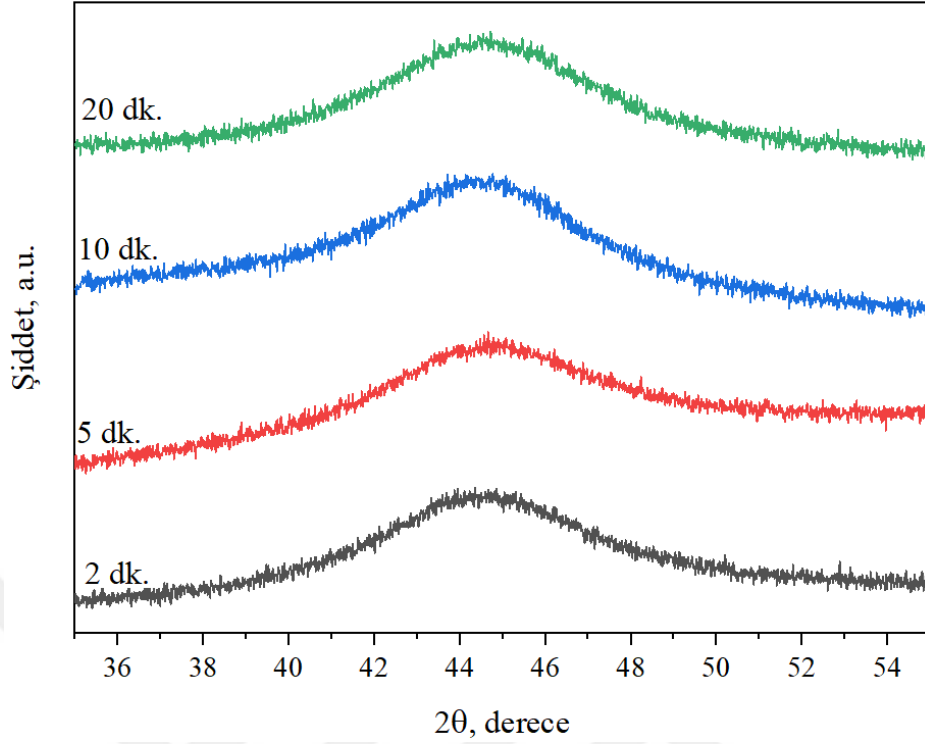
Şekil 3.9. 300 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.10'da 330 °C'de 2-20 dakika arasında ısıl işlem uygulanan şeritlerin X-ışını kırınım desenleri verilmiştir. Şekilden görüleceği üzere, 300 °C'den farklı olarak 330 °C'de tavlanan numunelerde artan sıcaklığın etkisi ile 40-50° tarama aralığında ortaya çıkan pikin genişliğinde bir daralmanın varlığı açıkça ortaya çıkmaktadır. Bu durum belli oranda da olsa bir kristalleşmeye işaret etmektedir. Elde edilen sonuçlar, amorflik derecesinin azalmaya başladığını gösterse de ısıl işlem sıcaklığı ve süresinin yetersiz olmasından dolayı yapının tamamen kristalleşmediğini göstermektedir [67].



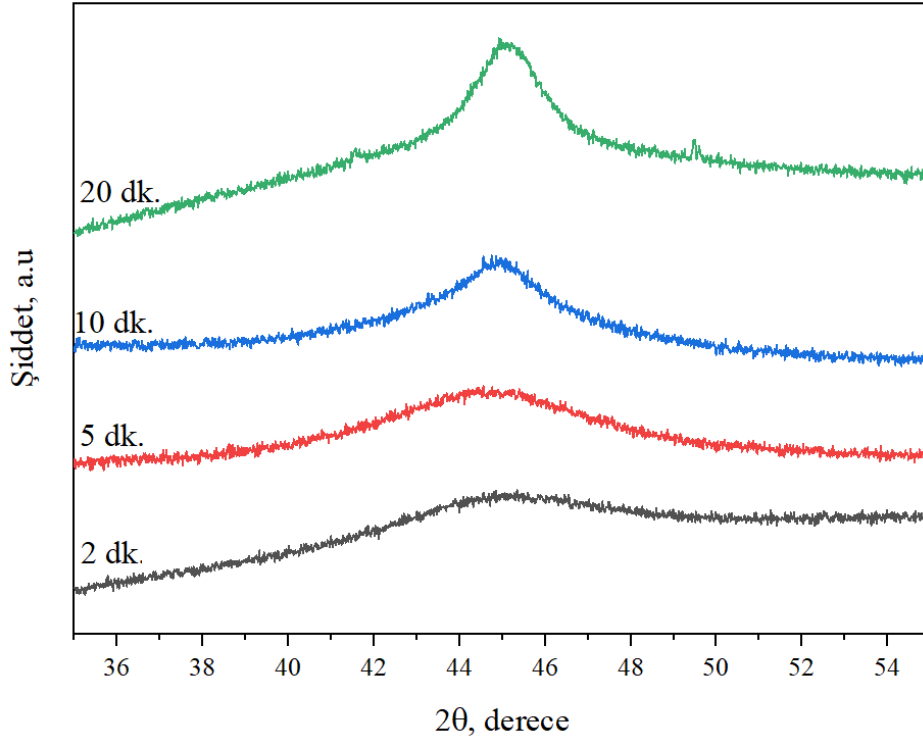
Şekil 3.10. 330 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.11’de 360 °C’de 2-20 dakika arasında ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin X-ışını kırınım desenleri verilmiştir. Şekilde sunulan X-ışını kırınım desenleri incelendiğinde, tavlama sıcaklığının artması ile amorf yapıdan dolayı ortaya çıkan geniş kırınım deseninde daralmanın ortaya çıktığı görülecektir. Bu durum yapıdaki nanokristallerin sayısının artmasına işaret etmektedir.



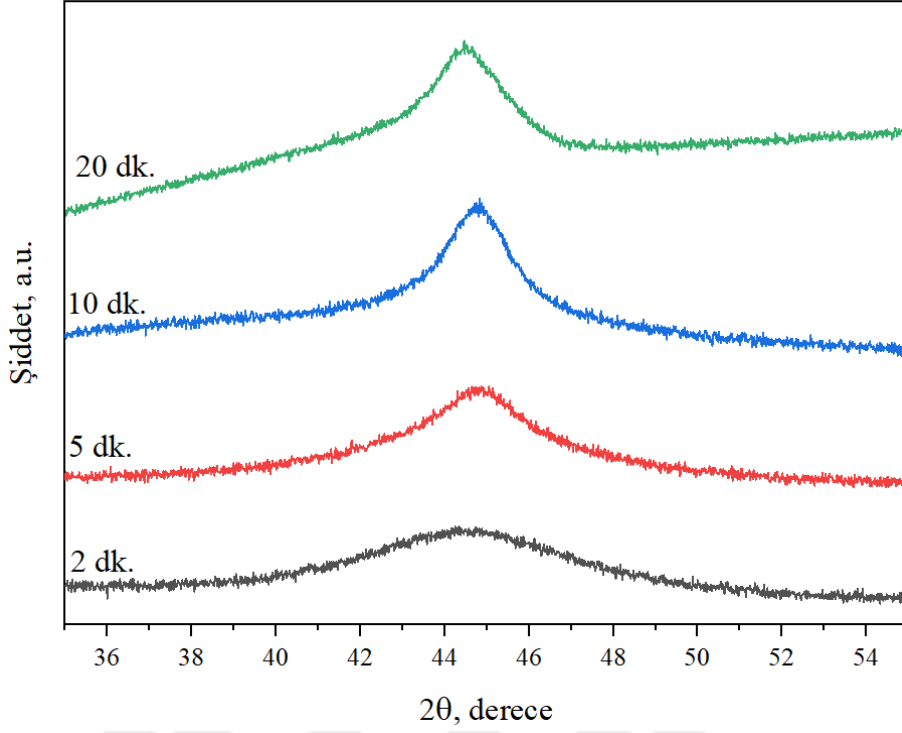
Şekil 3.11. 360 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.12’de 390 °C sabit sıcaklıkta 2, 5, 10 ve 20 dk. süre ile ısıl işlem uygulanan şeritlerin X-ışını kırınım desenleri sunulmuştur. Burada, 360 °C sıcaklıkta yapılan tavlamadan farklı olarak, 390 °C’de 20 dakikalık tavlama işleminde elde edilen pikte çok belirgin bir daralma meydana gelmiştir. Sıcaklığın, kristalleşme sıcaklığına (410 °C) çok yakın olması ve sürenin nispeten yüksek olması amorf yapıdan kristalli yapıya dönüşümü hızlandırmıştır.



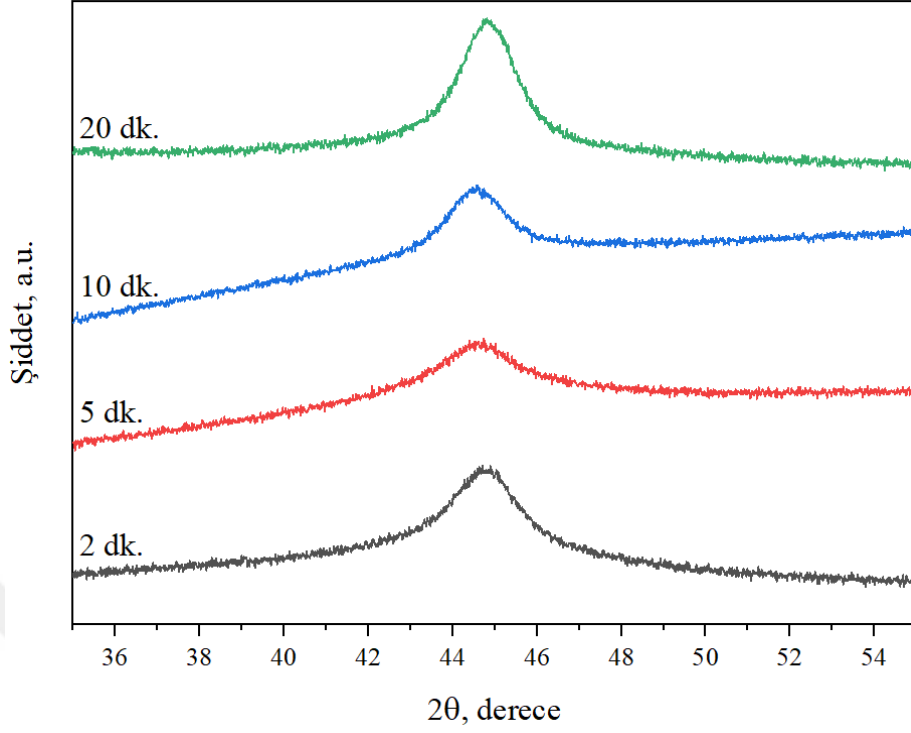
Şekil 3.12. 390 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.13’de 420 °C’de 2-20 dakika aralığında ısıl işlem uygulanan şeritlerin X-ışını kırınım desenleri sunulmuştur. Yapılan ısıl işlem sıcaklığı bu alaşım için kristal dönüşüm sıcaklığı olan 410 °C’nin bir miktar üzerinde olmasına rağmen şeritlerde tam kristalleşme gerçekleşmemiştir. Bu durum ısıl işlem süresinin yetersiz olması ile açıklanabilir. Ancak, artan ısıl işlem süresinin amorf piklerde çok belirgin bir daralmaya, diğer bir ifade ile, kristallilik oranının artmasına sebep olmuştur. Bu durum şekilden açıkça görülmektedir.



Şekil 3.13. 420 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.14’de 420 °C’de 2-20 dakika aralığında ısıl işlem uygulanan şeritlerin X-ışını kırınım desenleri sunulmuştur. Şekilden de görüleceği üzere, ısıl işlem sıcaklığının yüksek olması 2 dakika uygulanan ısıl işlemde dahi elde edilen pikin daralmasını sağlamıştır. Bu durum yüksek sıcaklıkta hızlı bir kristalleşmenin oluşumunu göstermektedir. Literatürde belirtildiğine göre, artan tavlama sıcaklığı ile, ortalama tane boyutu ve sayısı daha fazla artar ve parçacıklar birbiriyle temas eder ve etkileşimleri kuvvetlenir. Bu da yapının amorflik derecesini azaltarak yapıdaki kristallilik oranının artmasını sağlar [65].



Şekil 3.14. 450 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde ile ısıl işleme tabi tutulmuş şeritlerin zamana bağlı olarak X-ışını kırınım desenleri.

3.3. Isıl İşlem Sıcaklığının Mikroyapı Oluşumu Üzerine Etkileri

Son yıllarda yumuşak manyetik malzemeler üzerinde gerçekleştirilen çalışmalar amorf matriste çökelen nano boyuttaki çökeltilerin manyetik özellikler üzerindeki etkisi üzerinde yoğunlaşmıştır [68]. Yumuşak manyetik malzemelerden biri olan Fe-Co esaslı alaşımların manyetik özelliklerinin belirlenmesinde katılaşma işlemi ve katılaşma işlemi sonrası uygulanan ısıl işlemler kritik öneme sahiptir. Bu nedenle, melt spinning yöntemi ile amorf yapıda üretilen $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşım şeridinin amorf matris içerisinde nano kristalli tanelerin oluşturulması, ısıl işlem sonucu oluşan yapıların karakterizasyonu büyük önem arz etmektedir. Bu amaçla, bu tez kapsamında melt spinning yöntemi ile üretilen $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeritler geçirimli elektron mikroskobunda (TEM) analiz edilmiştir. TEM analizleri için numune hazırlamak amacıyla, ilk olarak FIB yöntemi kullanılarak uygun kalınlıkta numuneler kesilmiş, daha sonra TEM’de aydınlık alan modu ile görüntüler elde edilmiştir. Elde edilen görüntüler X-ışını kırınım desenleri ile

ilişkilendirilerek sonuçların doğruluğu araştırılmıştır. Bu amaçla maksimum kristalleşmenin elde edildiği 20 dakikalık süre seçilmiş ve 300, 330, 360, 390, 420 ve 450 °C sıcaklıklarda ısıtma işlemi görmüş şeritler TEM’de analiz edilmiştir.

TEM’de elde edilen bulguları doğrulamak amacıyla, ilk olarak 300-450 °C sıcaklık aralığında 20 dakika argon atmosferi altında tavlanan numunelerin kırınım desenleri kullanılarak tahmini kristal boyutları hesaplanmıştır. Tahmini kristal boyutları sadece kristal büyümesi eğilimini yansıtmakta olup, Denklem 3.1’de verilen Debye-Scherrer formülü kullanılarak, 1–100 nm’lik kristallerin boyutu, kırınım pikinin genişliğinden tahmin edilebilmektedir [69]. Kristal boyutunun hesaplanmasında en yaygın olarak kullanılan Debye– Scherrer formülü aşağıdaki şekilde ifade edilmektedir:

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

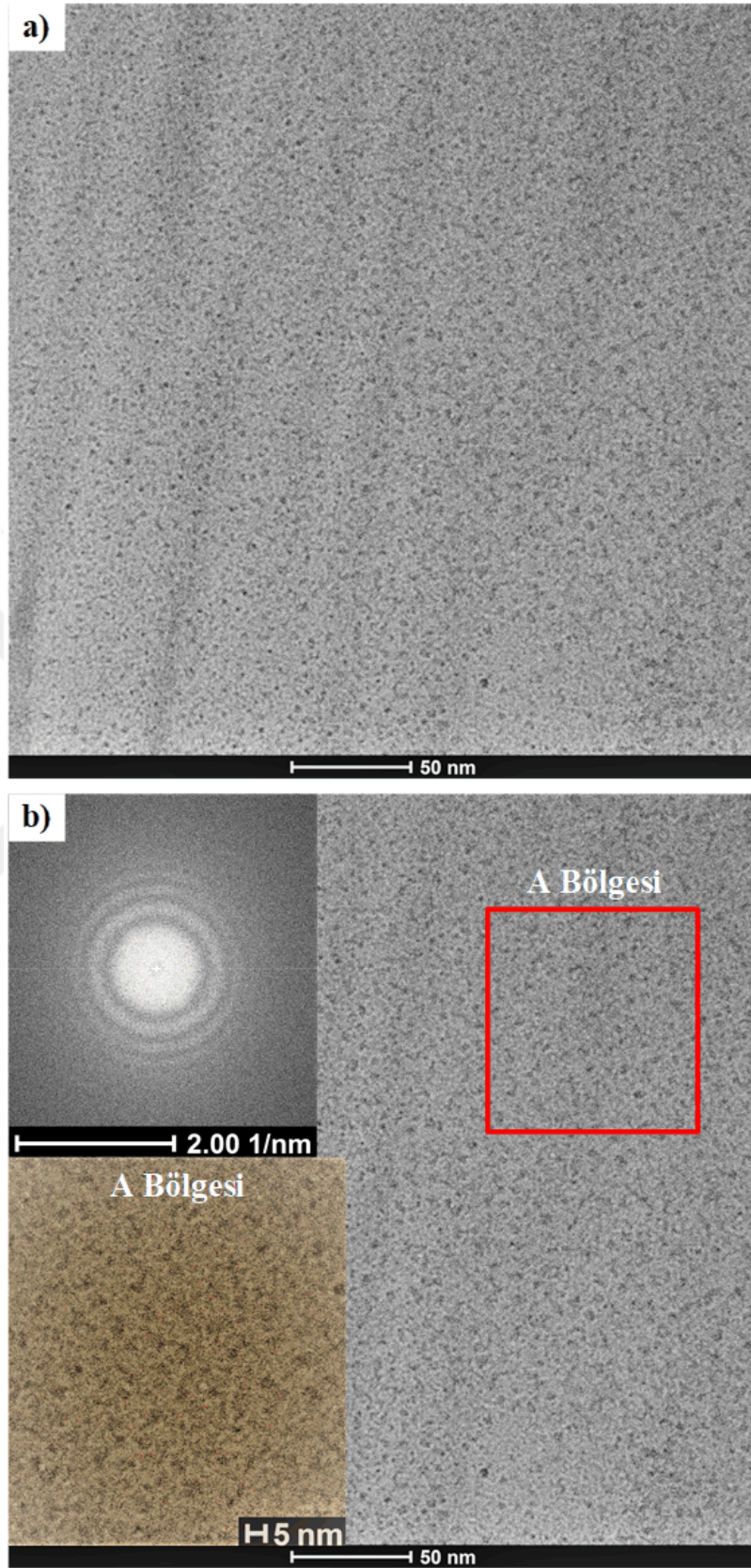
Burada; K, Scherrer sabiti olarak 0,94 alınmaktadır ve λ ise X ışınının dalga boyunu ifade etmektedir. D, kristal boyunu gösterirken, θ , kırınım piki açısının yarısını ve B ise kırınım piki yarı yüksekliğinin genişliğini ifade etmektedir. Debye-Scherrer formülüne göre, tane boyutları literatürde [45,70,71] hesaplandığı yöntemle bulunmuştur. Bulunan tane boyutları ısıtma sıcaklığına bağlı olarak Tablo 3.1’de verilmiştir. Tavlama sıcaklığının 300 °C’den 450 °C’ye artması ile tane boyutu 4,63 nm değerinden 6,68 nm değerine kadar artmıştır.

Tablo 3.1. Debye-Scherrer formülüne göre hesaplanan tane boyutları.

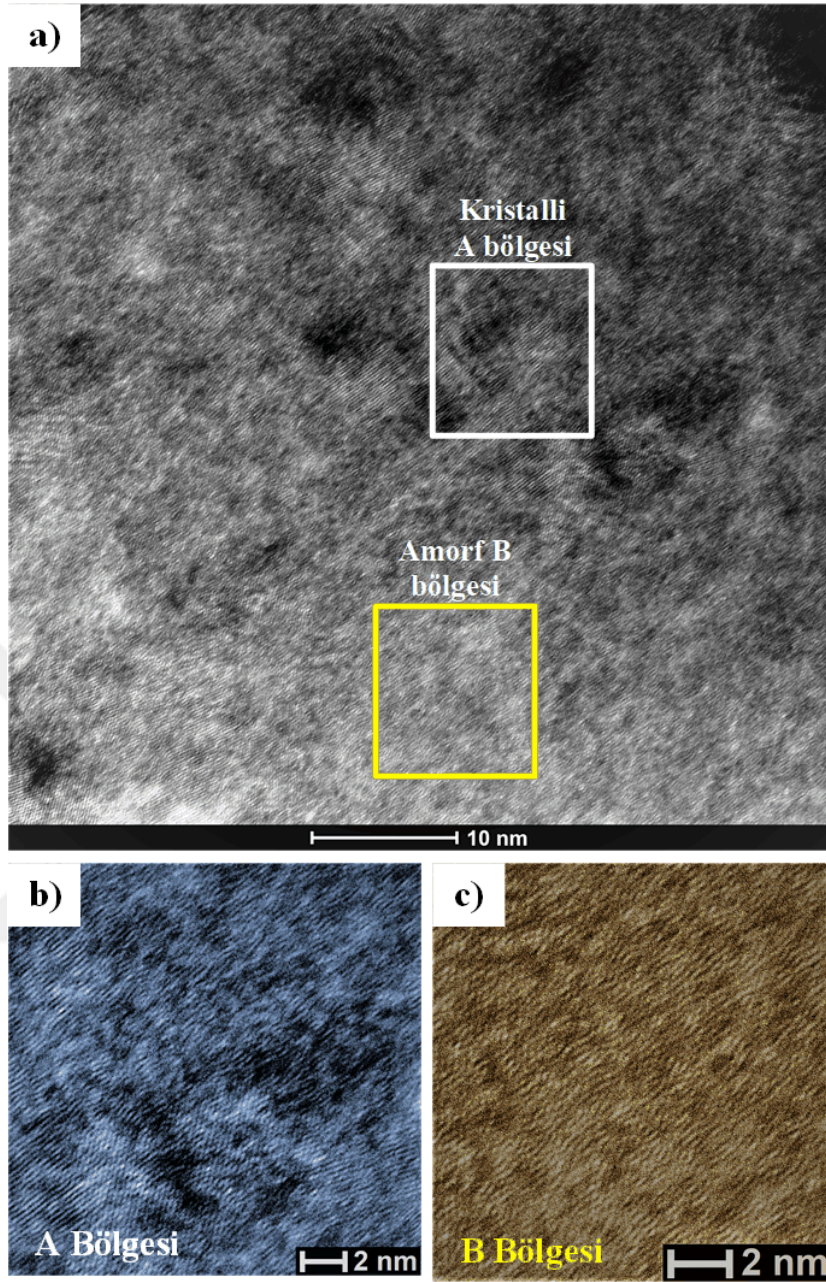
Tavlama Sıcaklığı (°C)	Zaman	θ (derece)	d (Å)	FWHM	Tane Boyutu (D)
300	20 dk.	44,3371	2,04143	1,9356	4.63
330	20 dk.	44,2089	2,04705	1,8878	4.75
360	20 dk.	44,5857	2,03062	1,8204	4.93
390	20 dk.	44,0443	2,03101	1,7795	5.03
420	20 dk.	44,4768	2,03534	1,7501	5.12
450	20 dk.	44,5254	2,03324	1,3431	6.68

Şekil 3.15 ve Şekil 3.16'da 300 °C sıcaklıkta 20 dk. süre ile tavlanan şeride ait geçirimli elektron mikroskobu (TEM) görüntüleri verilmiştir. Şekil 3.15.a'da TEM'de elde edilen aydınlık alan görüntüsü sunulmuştur. Şekilde görülen mikroyapıda açık renkte olan amorf haldeki matris fazıdır. Bu faz üzerinde siyah renkte çökelti formunda homojen olarak dağılmış şekilde bulunan faz ise hacim merkezli kübik yapıya sahip ve aynı zamanda doyum manyetizasyonunu artıran nanokristalli (Fe,Co) fazıdır. Literatürde, siyah renkte kontrast oluşturan bu küçük boyutlu nanokristallerin tamamen rastgele dizilmediği, yanyana gelen nanokristal grupların siyah olarak görüldüğü şeklinde ifade edilmektedir [72]. Şekil 3.15.b'de gösterilen A bölgesinin büyütülmüş görüntüsü üzerinde (Fe,Co) nanokristalinin boyutlarını belirlemek için yapılan ölçümler ile Denklem 3.1'de bulunan değerler birbiriyle örtüşmekte ve ortalama tane boyutu 4,63 nm olarak ölçülmüştür. Literatürde 5-7 nm olarak verilen bu değer, bulunan tane boyutu değerleriyle örtüşmektedir [54]. Şekil 3.15.b'de sol üst köşede verilen difraksiyon deseninde halka şeklinde beyaz bölgelerin bulunması ve üzerinde herhangi bir atomun bulunmaması yapının amorflik derecesinin yüksek olduğunu göstermektedir. Benzer sonuç, aynı işleme tabi tutulmuş şeridin X-ışını kırınım deseninden de elde edilmiştir.

Şekil 3.16'da geçirimli elektron mikroskobunda yüksek büyütmelelerde atomik dizilimi görüntülemek amacıyla aydınlık alan görüntüsü üzerinde atomik örgü fotoğrafı alınmıştır. Şekil 3.16.a'da verilen mikroyapı üzerinde kristalli A bölgesinden alınan görüntünün büyütülmesi sonucunda çökelti bölgelerinde atom dizilimlerinin düzenli olduğu görülmektedir (Şekil 3.16.b). B bölgesinden alınan görüntünün büyütülmesi sonucunda amorf yapının temel karakteristiği olan kısa atom dizilişleri net olarak görülmektedir (Şekil 3.16.c). Amorf bölgelerdeki bu diziliş kristalleşme sıcaklığının başlangıcı olarak ifade edilen T_x sıcaklığını etkilemektedir. Bunun en önemli sebebi ise amorf yapıdaki atomların A bölgesindeki gibi düzenli hale gelmesi için gerekli enerjinin oldukça yüksek olması olarak açıklanabilir [73].



Şekil 3.15. 300 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

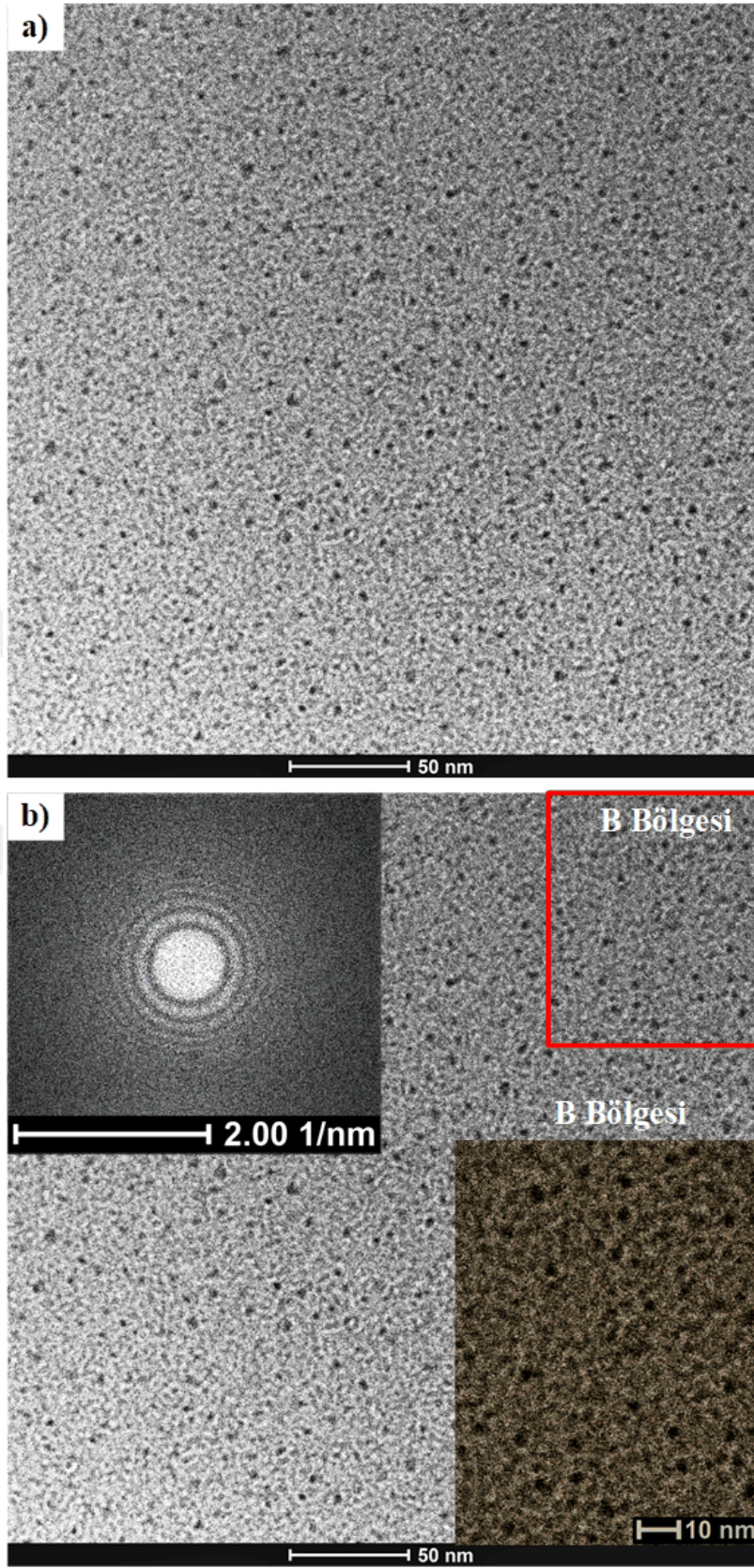


Şekil 3.16. 300 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

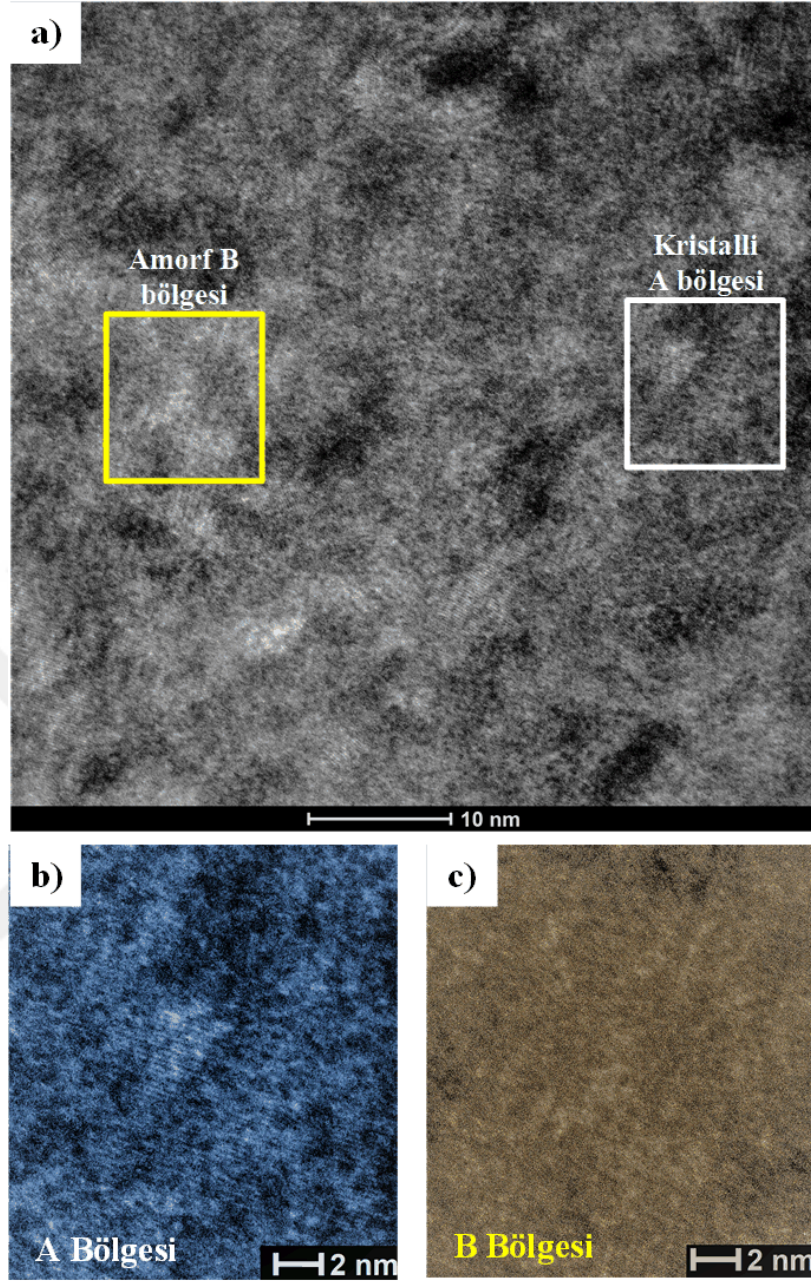
Şekil 3.17'de 330 °C sıcaklıkta 20 dakika ısıtılma tabii tutulan şeride ait aydınlık alan görüntüsü sunulmuştur. Şekil 3.17.a'da verilen aydınlık alan görüntüsü incelendiğinde kısa atom dizilişlerinin bir araya gelmesi sonucu oluşan (Fe,Co) kristalleri görülmektedir. Siyah renkte kontrast oluşturan HMK yapılı (Fe,Co) fazı yapı içerisinde çökelti formunda

parçacıklar şeklinde homojen şekilde dağılmış durumdadır. Şekil 3.17.b’de B bölgesinden alınan görüntü üzerinde yapılan tane boyutu ölçümlerinde ortalama tane boyutu 4,75 olarak ölçülmüştür. 300 °C sıcaklıkta ısıl işlem görmüş şeridin yapısıyla kıyaslandığında, 330 °C sıcaklıkta işleme tabi tutulan şeritte, sıcaklığın artması ile aynı sürede daha fazla atomun hareket etmesi sonucu ortalama tane boyutunda artış meydana gelmiştir. Şekil 3.17.b’de verilen FFT görüntüsünde ise, yapının esas itibariyle amorf olduğunu ortaya koymaktadır. Bu da atomların gelişigüzel dağılım gösterdiğinin en önemli göstergesidir. FFT görüntüsünde beyaz kontrast oluşturan halelerin bulunması amorf yapıya işaret etmektedir [1].

Şekil 3.18’de 330 °C’de 20 dk. tavlanan şeridin kristagrofik yönelmelerini belirlemek amacıyla 10 nm skalaya sahip aydınlık alan görüntüsü verilmiştir. Şekil üzerinde sarı ve beyaz olmak üzere amorf ve kristalli bölgelerden alınan yüksek büyütme görüntüleri Şekil 3.18.b ve 3.18.c’de verilmiştir. Kristalli bölgeden alınan görüntüde uzun atom dizilişleri görülmekte olup, düzlemler arasındaki mesafe HighScore Plus yazılımında Bragg eşitliği [74] kullanılarak 2,04705 Å olarak belirlenmiştir. Atom düzlemleri arasındaki mesafenin 2,04143 Å değerinden (300 °C’de 20 dk. tavlama) 2,04705 Å değerine artması kinetik açıdan incelendiğinde, sıcaklığa bağlı olarak atomların aynı sürede daha kararlı duruma geçmelerinden kaynaklanmaktadır [75]. Amorf bölgeden alınan görüntünün büyütülmüş hali Şekil 3.18.c’de verilmiştir. Şekilden de anlaşılacağı üzere, kısa mesafeli dalgalı atom dizilişleri sergilenmektedir.



Şekil 3.17. 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

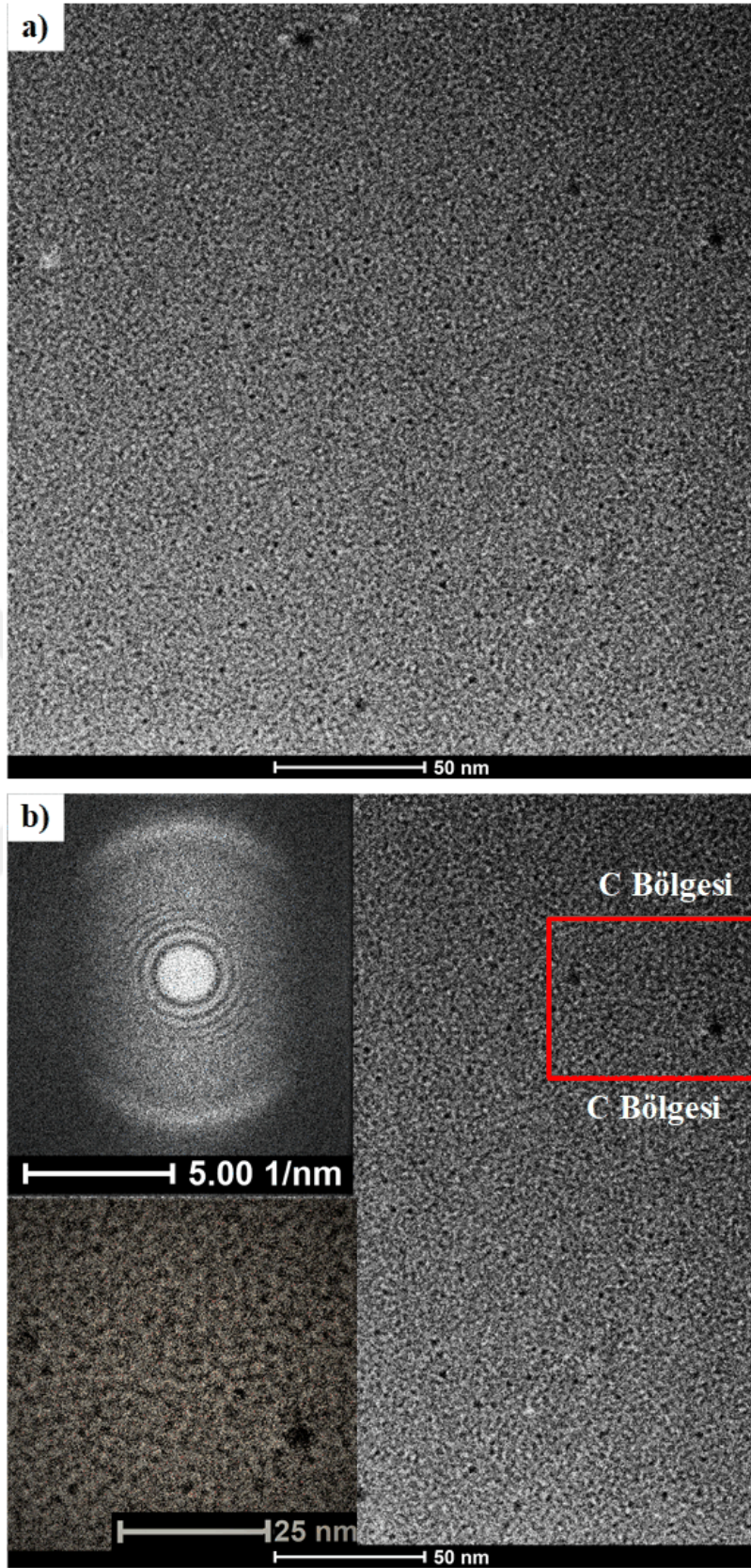


Şekil 3.18. 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

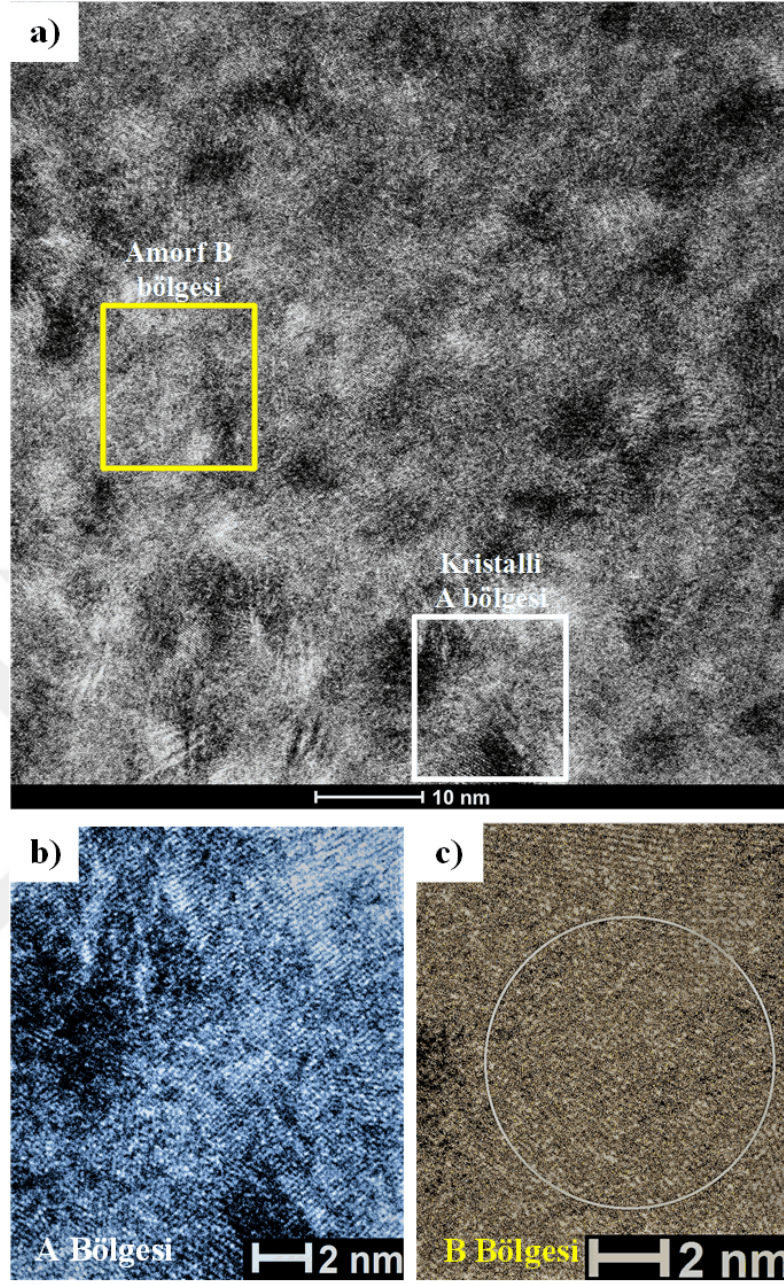
Melt spinning yöntemi ile amorf yapıda üretilen ve daha sonra 360 °C’de sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeridinin mikroyapısal özellikleri Şekil 3.19 ve Şekil 3.20’de ayrıntılı olarak gösterilmiştir. Şekil 3.19.a’da verilen aydınlık alan görüntüsünde, 300 ve 330 °C sıcaklıkta işleme tabi tutulan şeritlere benzer şekilde siyah kontrast oluşturan (Fe,Co) fazı görülmektedir. Burada, 300 ve 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeritlerden farklı olarak, nanokristal faz heterojen bir şekilde amorf matris

içerisinde dağılmaktadır. Bunun sebebi, sıcaklığın yükselmesi ile birlikte atom hareketlerindeki artış, lokal olarak farklılıkların oluşmasına neden olmaktadır. Şekil 3.19.b’de gösterilen C bölgesi üzerinde gerçekleştirilen ölçümler sonucunda HighScore Plus yazılımında bulunan kristal boyutuna benzer şekilde ortalama tane boyutu yaklaşık olarak 4,3 nm olarak belirlenmiştir. Aynı şekil üzerinde verilen X-ışını difraksiyon görüntüsünde diğer görüntülere benzer şekilde amorf yapıyı işaret eden beyaz renkte kontrast oluşturan haleler mevcuttur.

Şekil 3.20.a’da verilen ve yüksek büyütmede alınan aydınlık alan görüntüsünde, 300 ve 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi gören şeritlerden farklı olarak kristal faz yoğunluğu açıkça görülmektedir. Şekil 3.20.b’de büyütülmüş görüntü olarak verilen kristalli bölgede, kristalli fazların en önemli ortak özelliklerinden olan uzun düzenli diziliş gösterilmiştir. Literatürde de belirtildiği üzere (110) düzlemine ait olan (Fe,Co) [74] fazının oluştuğu tahmin edilmektedir. Aynı fazın atom düzlemleri arasındaki mesafe olarak adlandırılan $d_{spacing}$ değeri 2,03062 Å olarak HighScore Plus yazılımı ile belirlenmiştir. 300 ve 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi gören şeritlerden farklı olarak, 360 °C’de tavlanan şeritte kristalleşme yoğunluğunun artması atom düzlemlerinin birbirine yaklaşmasına neden olmaktadır. Şekil 3.20.c’de amorf olarak gösterilen ve daire içerisine alınan bölge kısa ve düzensiz atom dizilişi ile temayüz etmekte ve bu bölge kristalli bölgeler arasında kalmaktadır. 360 °C’de tavlama işlemi gören numune için gözlenen bu durum kristal yoğunluğunun arttığını ve kristalli bölgelerinin büyüdüğünü göstermektedir.



Şekil 3.19. 360 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

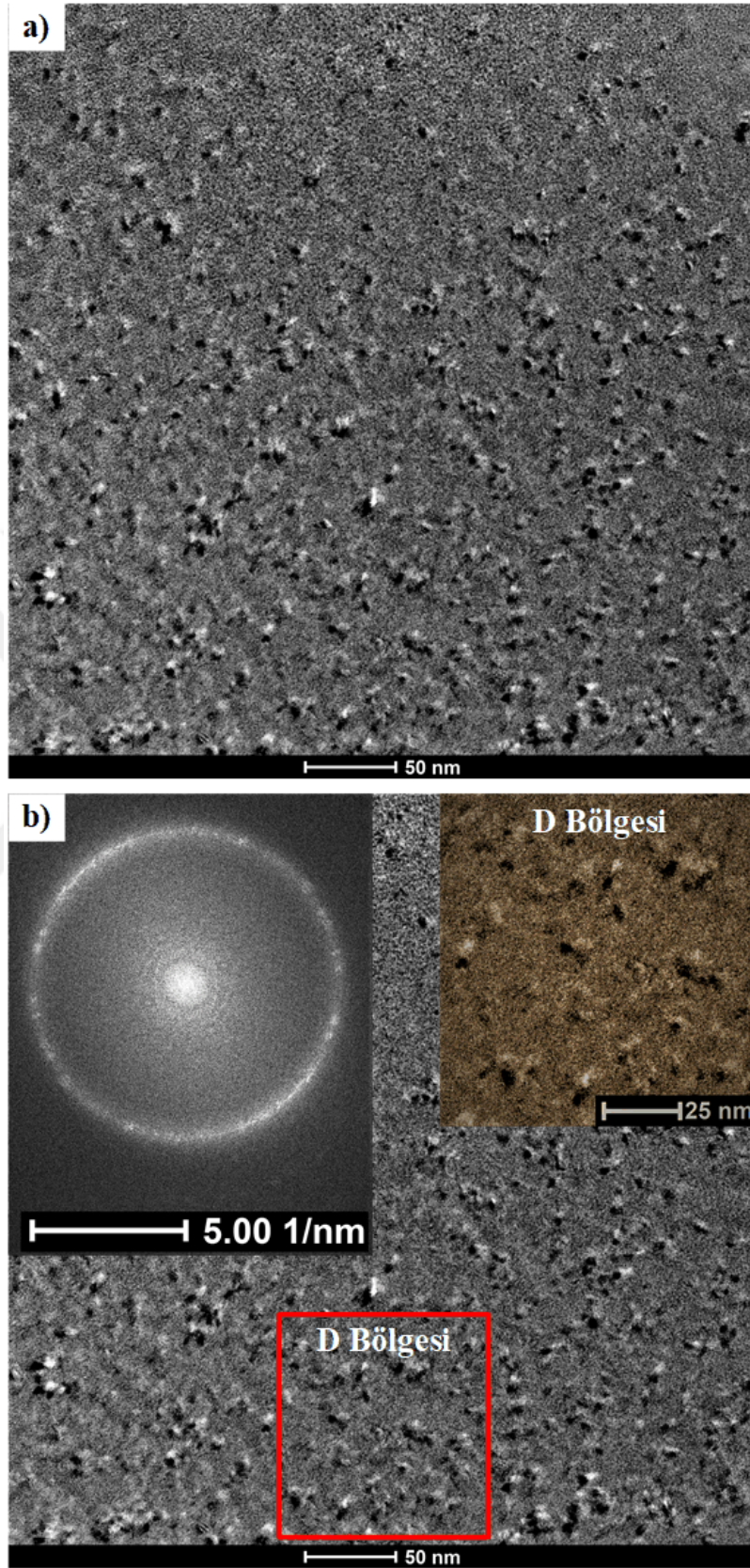


Şekil 3.20. 360 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

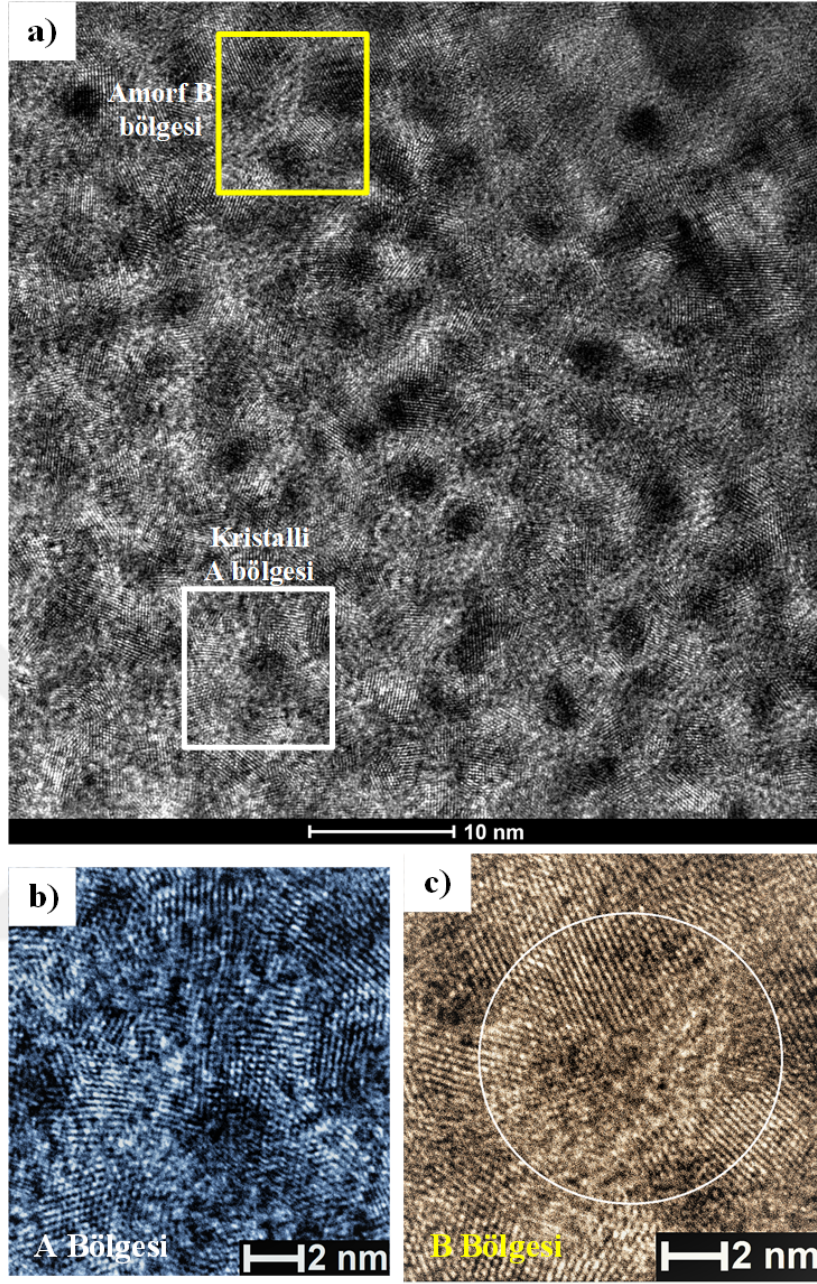
390 °C sıcaklıkta 20 dk. sürede tavlanan $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeridinin TEM’de elde edilen aydınlık alan görüntüsü Şekil 3.21’de gösterilmiştir. Şekil 3.21.a’da sunulan aydınlık alan görüntüsünde, siyah kontrast oluşturan ve gri amorf yapı içerisinde oluşan (Fe,Co) HMK yapıları fazın homojen bir dağılım gösterdiği görülmektedir. Bu görüntünün 300-360 °C arası tavlama sıcaklıklarından elde edilen görüntülerden temel farkı, (Fe,Co)

fazının boyutsal özelliklerinin daha belirgin hale gelmesidir. Tavlama sıcaklığının, T_x sıcaklığının hemen altında olması yapıda kristalli bölge yoğunluğunu artırsa da yapıda halen amorf faz oranı kristalli faz oranına göre çok daha yüksektir. Şekil 3.21.b’de D bölgesinin ayrıntılı görüntüsü sunulmuş olup, bu görüntü üzerinde gerçekleştirilen boyut ölçümlerinde diğer ölçümlerle paralel olarak ortalama kristal boyutu 5,03 nm değerine artmıştır. Tane boyutundaki bu artış tavlama sıcaklığının yükselmesi ile açıklanabilir. Şekil 3.21.b’de verilen FFT görüntüsü ise önceki tavlama işlemlerinden (300, 330 ve 360 °C) tamamen farklıdır. FFT görüntüsü üzerinde amorf yapıya ait beyaz kontrast oluşturan haleler her ne kadar görülsün de hale üzerindeki yoğunlaşmış beyaz renkteki noktalar kristalli yapıyı temsil etmektedir [76].

Şekil 3.22’de 390 °C sıcaklıkta 20 dk. tavlanan amorf yapılu $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımının şeridinin yüksek çözünürlükteki aydınlık alan görüntüsü verilmiştir. Şekil 3.22.a’da, tavlama sıcaklığının 390 °C olmasından dolayı kristal yoğunluğunun arttığı ve uzun atom dizilimlerinin başladığı net bir şekilde görülmektedir. Şekil 3.22.a üzerinden kristalli ve amorf bölgelerden alınan büyütülmüş görüntüler sırasıyla Şekil 3.22.b ve Şekil 3.22.c’de gösterilmiştir. Şekil 3.22.b’de net bir şekilde düzenli yapıyı gösteren atom dizilimleri görülmektedir. Şekil 3.22.c’de amorf bölge, Şekil 3.20.c’de gösterildiği, gibi kristalli bölgeler arasında kalmıştır.



Şekil 3.21. 390 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

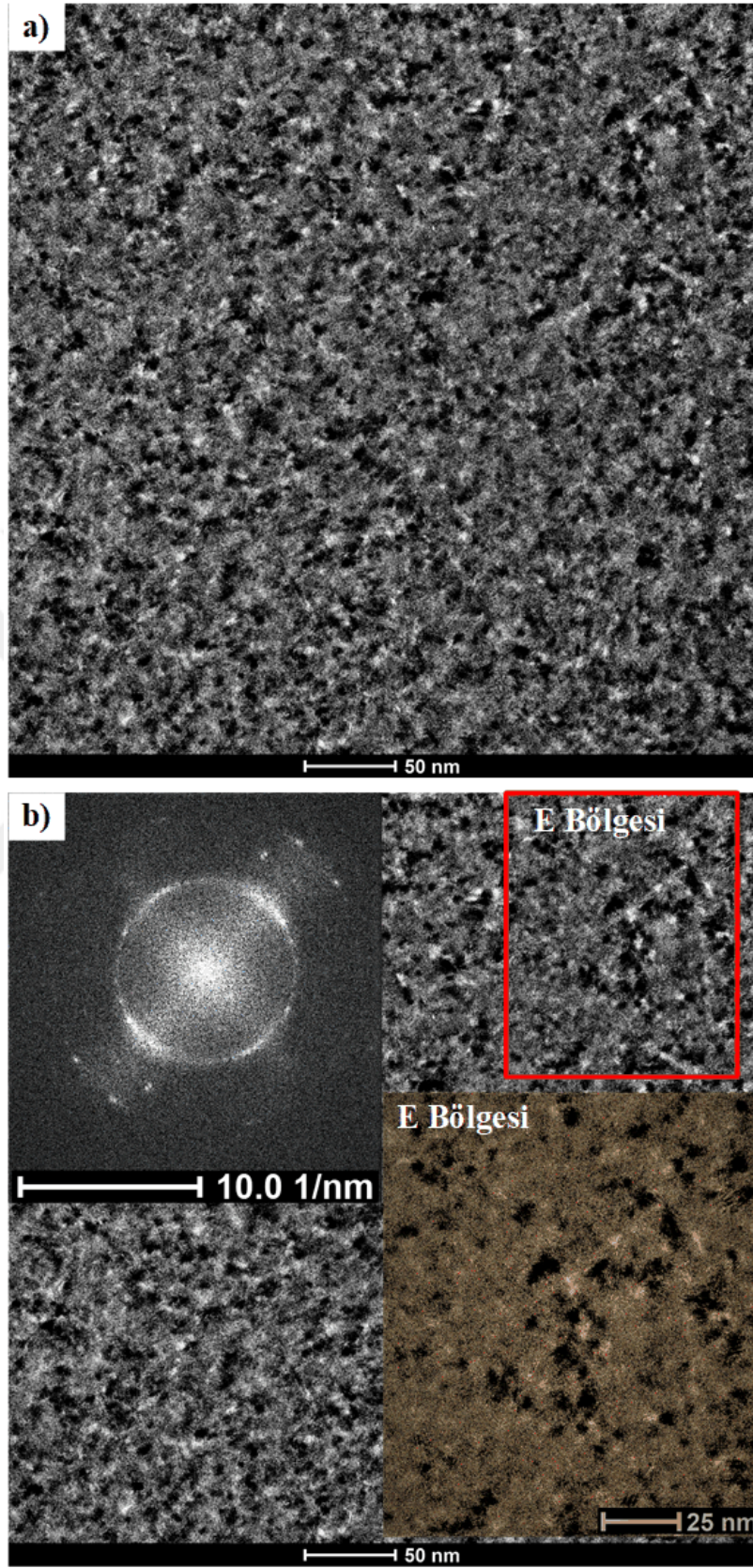


Şekil 3.22. 390 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

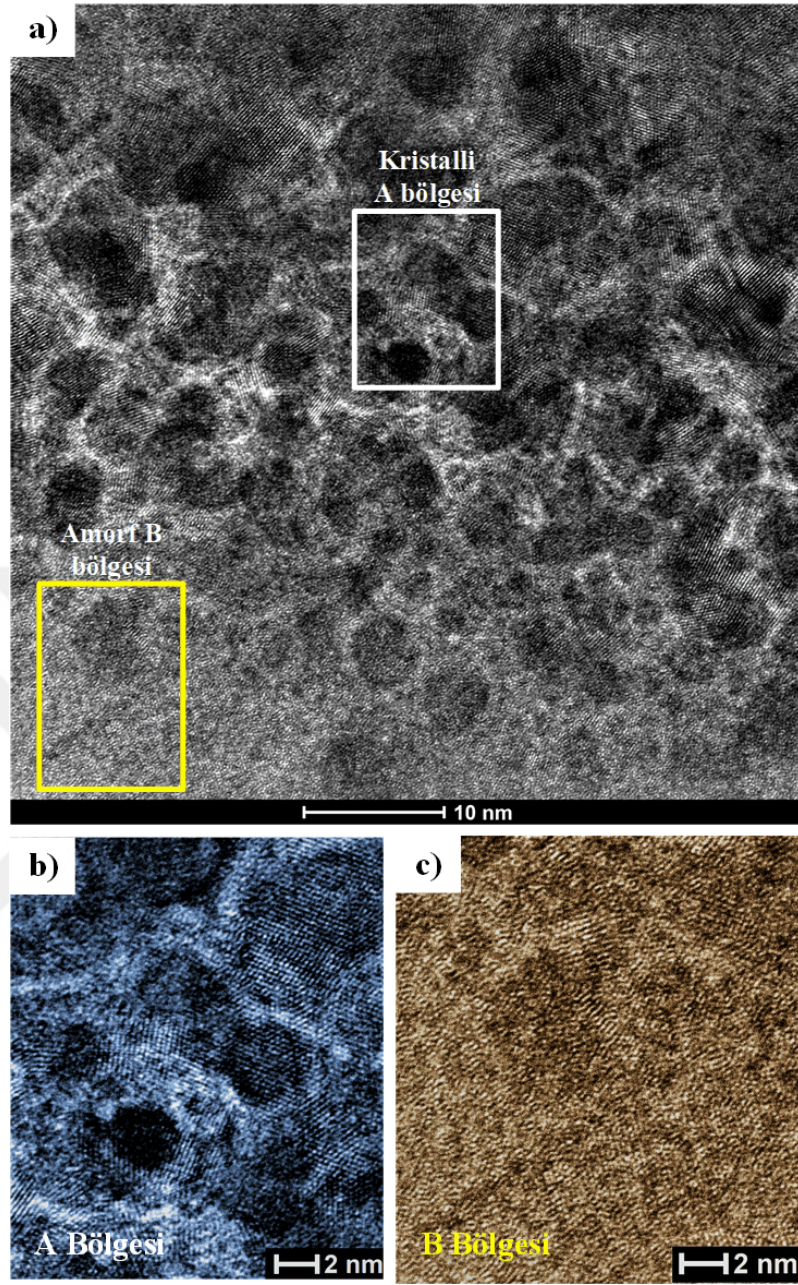
Şekil 3.23'de 420 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM'den elde edilmiş aydınlık alan görüntüsü sunulmuştur. Şekil 3.23.a'da verilen aydınlık alan görüntüsünde siyah kontrast oluşturan kristalli bölgelerin amorf yapı içerisinde bulunduğu ve amorf yapının oranının azaldığı görülmektedir. Amorf yapı oranının azalması tavlama sıcaklığının (410 °C), T_x sıcaklığının üzerinde gerçekleşmesinden kaynaklanmaktadır. Tavlama sıcaklığının, T_x

sıcaklığının hemen üzerinde olması yapı içerisinde kristal oluşum hızının ve dolayısıyla kristalli faz yoğunluğunun artmasını sağlamıştır. Ancak, tavlama süresinin yetersiz olması kristalli yapının oluşmasını engellemektedir. Şekil 3.23.b’de E bölgesi ile gösterilen alanın büyütülmesi ile gerçekleştirilen tane boyutu ölçümleri sonucunda 5,12 nm’lik değer elde edilmiştir. Diğer tavlama işlemlerine benzer şekilde tavlama sıcaklığının artması tane boyutunun artmasına neden olmuştur [27]. Aynı aydınlık alan görüntüsü üzerinde alınan FFT görüntüsü, yapıda nanokristallerin oluştuğunu ancak yapıda halen amorf fazın varlığını ifade etmektedir.

Şekil 3.24’te 420 °C sıcaklıkta 20 dk. tavlanan amorf yapılı $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeridinin yüksek çözünürlükteki aydınlık alan görüntüsü verilmiştir. Bölüm 3.2.1’de ve Şekil 3.8’de verilen X-ışını kırınım desenlerinde 390, 420 ve 450 °C sıcaklıklarında 20 dk. süre ile yapılan ısı işlem sonucu pik yarı yüksekliğinde belirgin daralma olduğu ifade edilmişti. Amorf yapıda 40-50° tarama aralığında ortaya çıkan geniş açılı kırınım deseninde meydana gelen pik daralması amorf matriste artan tane yoğunluğuna işaret etmektedir. Bu nedenle, Şekil 3.24’te gösterilen ve 420 °C’de yapılan ısı işleme ait şerit görüntüsünde ortaya çıkan kristalin faz yoğunluğundaki artış beklenen bir durumdur. Şekil 3.24.a üzerinden alınan kristalli ve amorf bölgelere ait büyütülmüş görüntüler Şekil 3.24.b ve Şekil 3.24.c’de gösterilmiştir. Şekil 3.24.b’de nanokristallerin dizilimlerinin daha düzenli hale geldiği görülürken, Şekil 3.24.c’de gösterilen amorf bölge üzerinde atom dizilimlerinin dalgalı bir düzene sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 3.23. 420 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

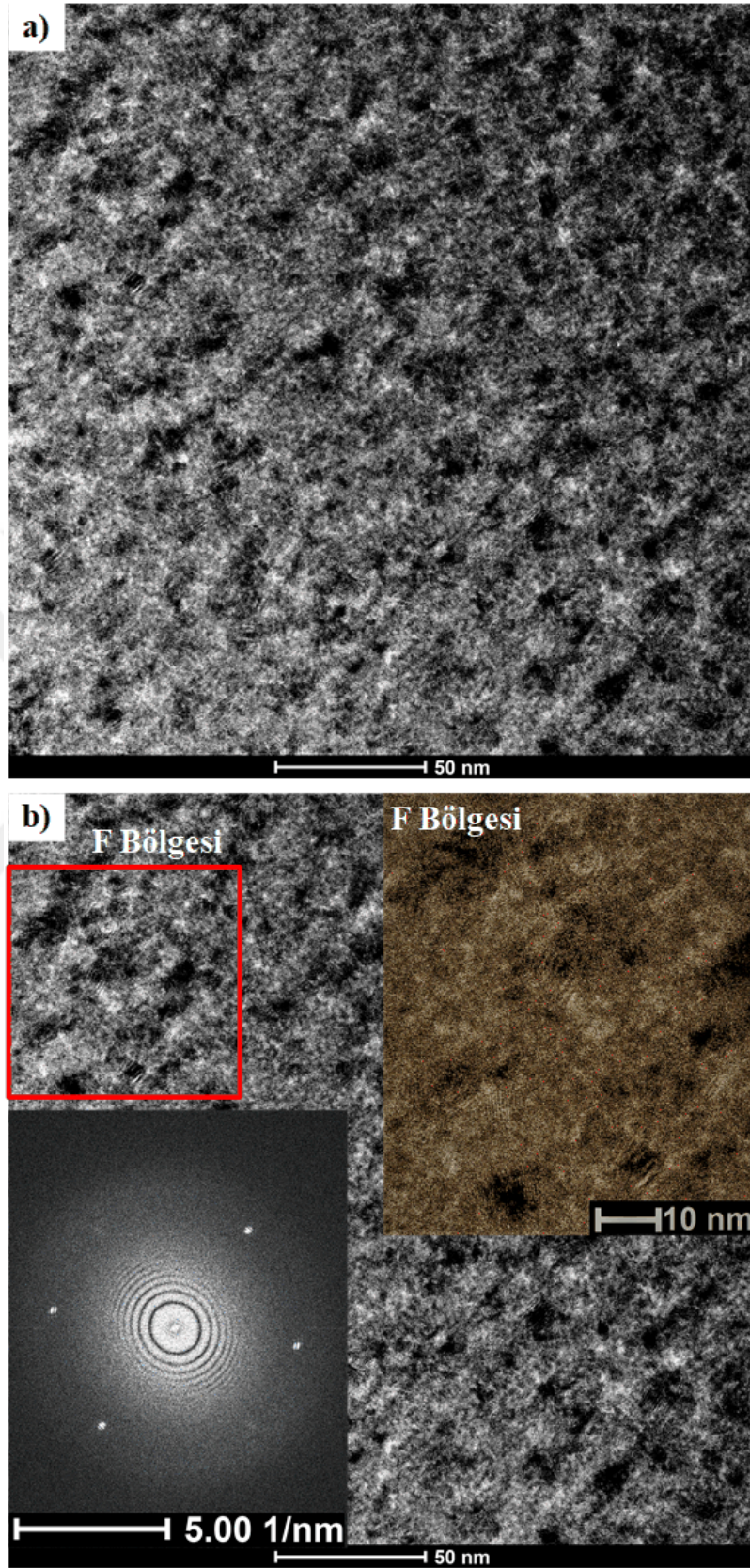


Şekil 3.24. 420 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtıl işlem görmüş şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

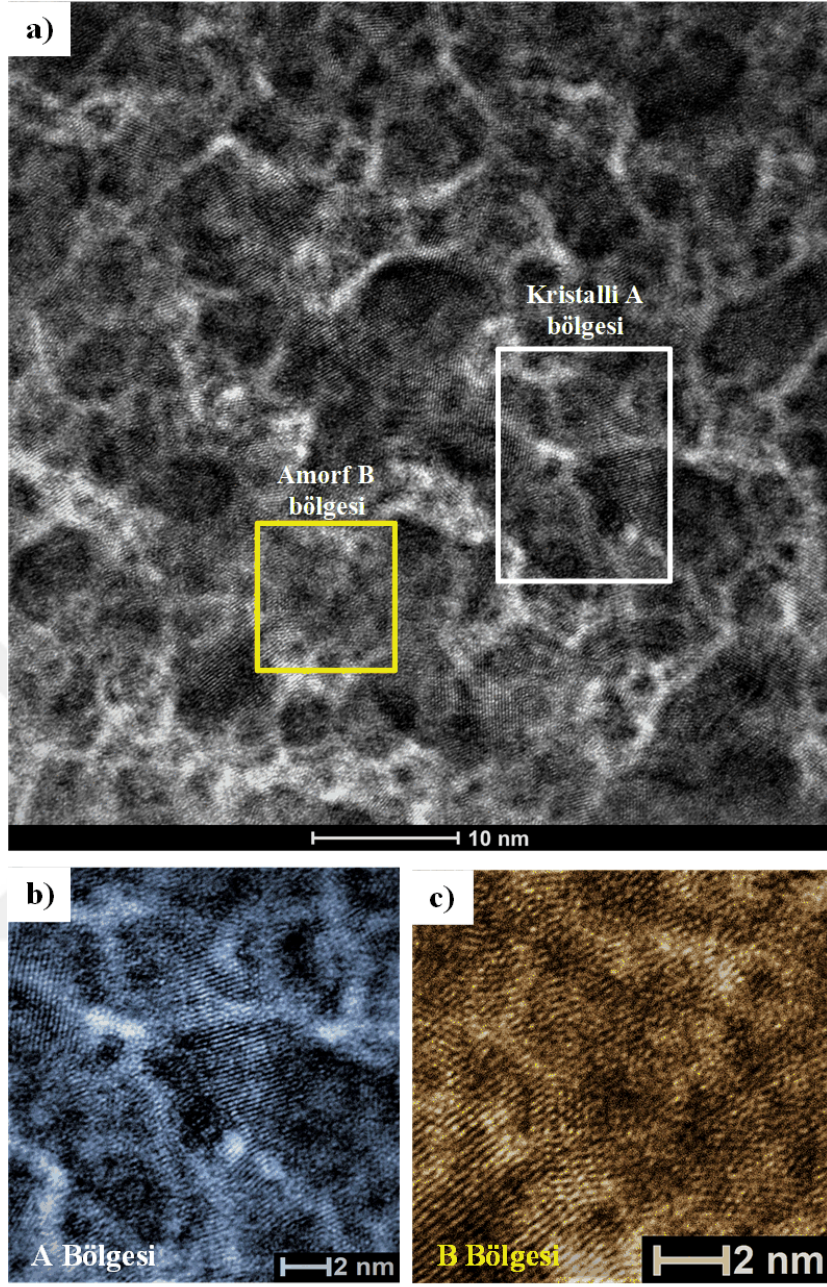
Şekil 3.25.a'da 450 °C'de sıcaklıkta 20 dk. ısıtıl işlem görmüş şeridin TEM'den alınan aydınlık alan görüntüsü verilmektedir. Bu sıcaklıkta 20 dk. ısıtıl işlem gören şeritte nanokristal faz yoğunluğunda keskin bir artış görülmektedir. Şekil 3.25.b'de F bölgesinin

ayrıntılı resmi sunulmuş olup, bu resim üzerinden gerçekleştirilen boyut ölçümleri sonucunda diğer ölçümlerle paralel olarak ortalama tane boyutu 6,68 nm değerine artmıştır. Şekil 3.25.b'de F bölgesine ait FFT görüntüsünde atomların yerlerini aldığı net olarak görülmektedir ve X-ışını kırınım desenindeki pik daralmasının yapı içerisinde artan nanokristal çökmesine işaret ettiği ifade edilebilir.

450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtma işlemi görmüş şeridin yüksek çözünürlüklü aydınlık alan görüntüsü (HRTEM) Şekil 3.26'da verilmiştir. X-ışını kırınım deseninde bu sıcaklıkta keskin bir pik görülmemesi yapı içerisinde amorf matris faz oranının nanokristallere göre hala yoğun olduğuna işaret etmektedir. Bunun nedeni olarak, yapı içerisindeki nanokristallerin bir araya gelecek kadar süreye sahip olamamaları gösterilebilir. 300, 330, 390, 420 °C sıcaklıklarında yapılan ısıtma işlemlere göre düzenli yapının artmış olmasına rağmen tamamen kristalli yapıdan söz etmek mümkün değildir.



Şekil 3.25. 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü. (a) aydınlık alan görüntüsü, (b) büyütülmüş ve X-ışını difraksiyonu görüntüsü.

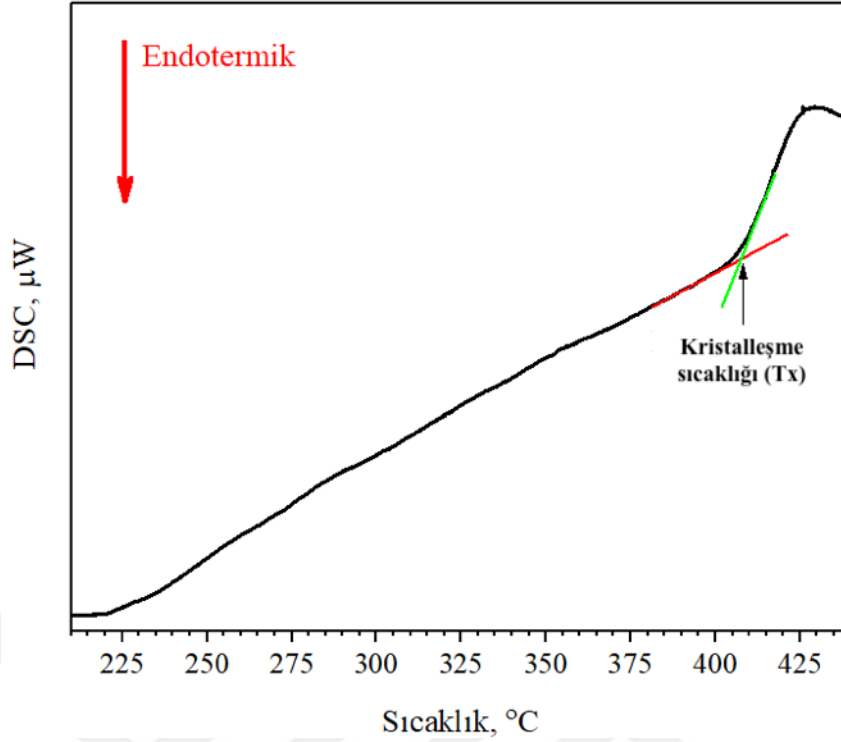


Şekil 3.26. 450 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıtılmış şeridin TEM görüntüsü.
(a) aydınlık alan görüntüsü, (b) kristalli bölge, (c) amorf bölge.

3.4. Isıl İşlemlerin Şeritlerin Termal Özellikleri Üzerine Etkileri

Amorf metallerin mükemmel sertlik, korozyon direnci ve diğer özellikleri endüstrinin dikkatini çekmiş ve bu durum bu malzemelerin ticarileştirilmesini hızlandırmıştır. Ancak, amorf metaller termal olarak dengersiz olma dezavantajına sahiptir, yani ısıl işlem uygulandığında özellikler değişmektedir. Amorf metallerin ısıl stabilitesini arttırmak için çeşitli yöntemler uygulanmaktadır. Diferansiyel kalorimetre (DSC) ölçümü, amorf metallerin ısıl stabilitesini ortaya çıkarılmasını sağlayan yararlı bir yöntemdir. Bu amaçla bu tez kapsamında ısıl işlem uygulanan amorf metal şeritlerin DSC ölçümleri yapılmış ve elde edilen eğriler analiz edilmiştir.

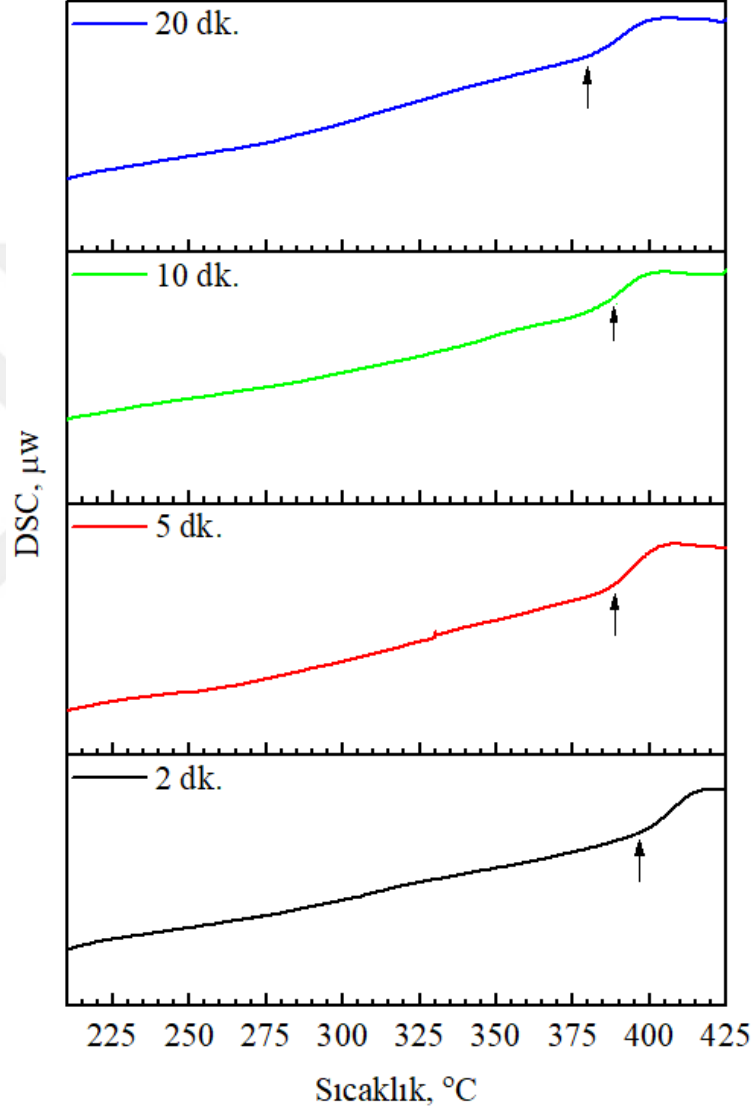
Melt spinning yöntemi ile amorf yapıda üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şeridin farklı ısıl işlem sıcaklıkları ve sürelerinde tavlama sonucu termal özelliklerde meydana gelen değişimler, özellikle kristalleşme sıcaklığının (T_x) değişimin belirlenmesinde Bölüm 2.9'da ayrıntılı olarak açıklanan diferansiyel kalorimetre (DSC) cihazı kullanılmıştır. Melt spinning yöntemi ile üretilen ve herhangi bir ısıl işlem uygulanmamış amorf yapı $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşım şeridinin 200-425 °C sıcaklık aralığında elde edilen DSC eğrisi Şekil 3.27'de gösterilmiştir. T_x sıcaklığının belirlenmesinde literatürde ve standart DSC analiz yazılımlarında uygulanan teğet yöntemi bu çalışmada da benimsenmiş ve Şekil 3.27'de gösterildiği gibi uygulanmıştır. Amorf yapıdaki $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeridinin DSC grafiğinde T_x sıcaklığı yaklaşık 410 °C olarak ortaya çıkmıştır.



Şekil 3.27. Melt spinning yöntemi ile üretilen ve ısıl işlem uygulanmamış amorf yapılı $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ şeridin DSC eğrisi.

Faz dönüşümü, amorf bir malzemenin sıcaklığı arttıkça meydana gelebilmektedir. Bu geçişler, kaydedilen DSC sinyalinin taban çizgisinde bir merdiven şeklinde görünür. Merdiven şeklindeki bu adım, ısı kapasitesinde bir değişiklik meydana gelen numuneden kaynaklanmaktadır; yapıda gerçek bir faz değişikliği olmaz. Sıcaklık arttıkça, amorf yapı içerisinde atomların hareketliliğinin artması ile birlikte atom hareketini tanımlamak amacıyla kullanılan viskoz akış hızı artmaktadır. Bir noktada atomlar kendiliğinden atom düzeni oluşturmak için yeterli hareket özgürlüğü elde ederler ve bu kristalleşme sıcaklığı olarak bilinmektedir. Şekil 3.28’ de 300 °C’de 2, 5, 10, 20 dk. süre ile tavlanan numunelerin DSC eğrileri verilmiştir. Elde edilen kristalleşme sıcaklığı, 2 ile 20 dakika arasında gerçekleştirilen ısıl işlem neticesinde 398 °C’den 378 °C sıcaklığına düşmüştür. Eriyik metalin hızlı katılaştırılması sırasında, atom hareketleri hızlı soğutma ile viskozitedeki hızlı artıştan dolayı yavaşlayarak hareketsiz hale gelir, amorf malzeme yeniden ısıtılarak atomlar hareket ettirilebilir ve bu mekanizma kristalleşme sıcaklığını önemli ölçüde azaltmaktadır [67]. Bu bilgiler ile birlikte kristalleşme sıcaklığı olarak belirlenen 410 °C altında yapılan ısıl işleme karşılık numunelerin göstermiş olduğu termal değişimler izlenmiştir.

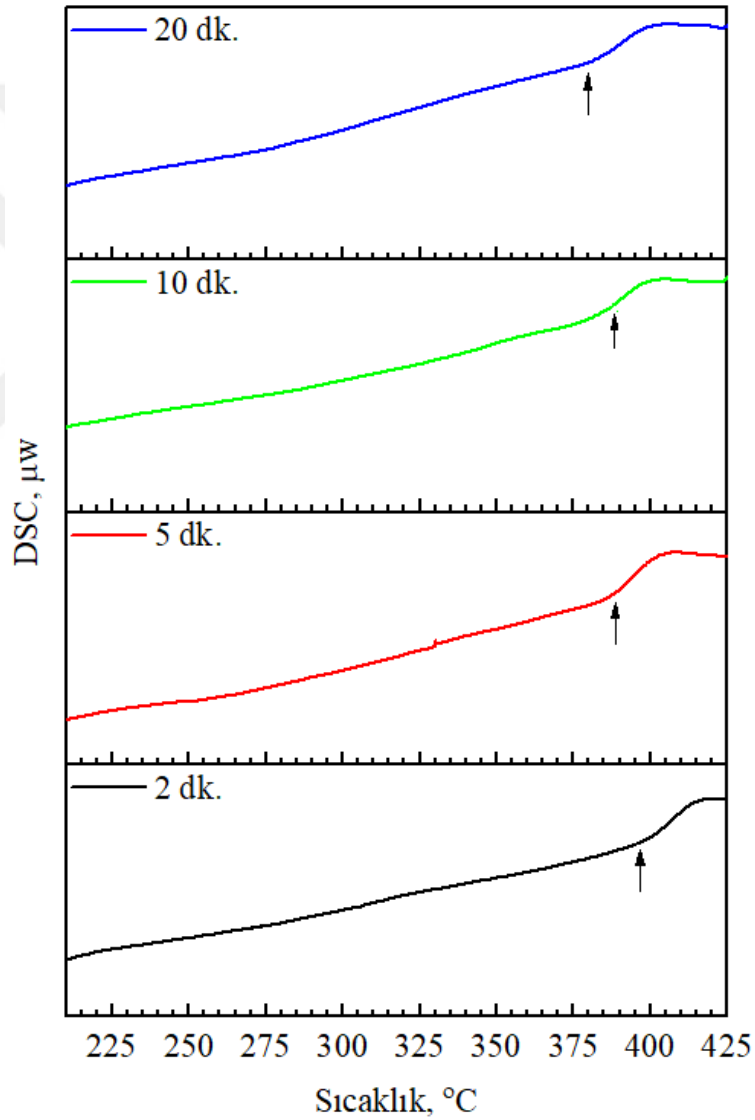
Kristalleşmenin başladığı sıcaklık ok ile her numunenin DSC eğrisinde gösterilmiştir. Eğrilerde tavlama süresi arttıkça amorf malzeme yapısında atomlar düzenlenmeye başlamış ve böylece kristalleşme sıcaklığının sola, düşük sıcaklığa doğru, kaydığı gözlenmiştir.



Şekil 3.28. 300 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.

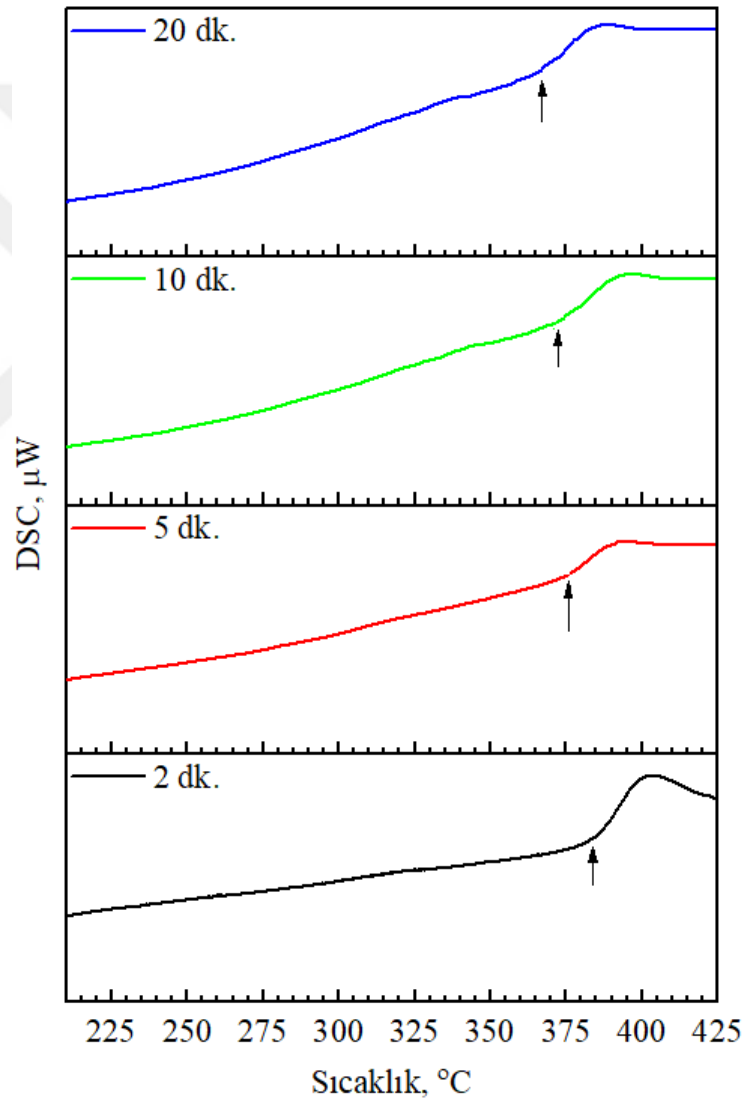
330 °C sıcaklıkta 2-20 dakika arasında ısıl işleme tabi tutulan Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu şeritlerin DSC ölçüm sonuçları Şekil 3.29’da verilmiştir. Kristalleşme için gereken enerji yüksek olduğu için DSC eğrilerinde nispeten keskin pikler görülmektedir. Artan ısıl işlem

süresi ile birlikte piklerde keskinlik azalmakta ve genişleme meydana gelmektedir. Piklerdeki genişleme kristalleşme miktarının arttığına ve kristalleşme için gereken enerjinin azaldığına işaret etmektedir. Ancak kristalleşme hala amorf matrisde meydana geldiği için tamamen kristalleşmeden bahsetmek mümkün değildir, bu nedenle pik görülmeye devam etmektedir. Elde edilen kristalleşme sıcaklığı 2 ile 20 dakika arasında gerçekleştirilen ısıtım işlem neticesinde 379 °C'den 365 °C sıcaklığa azalmıştır.



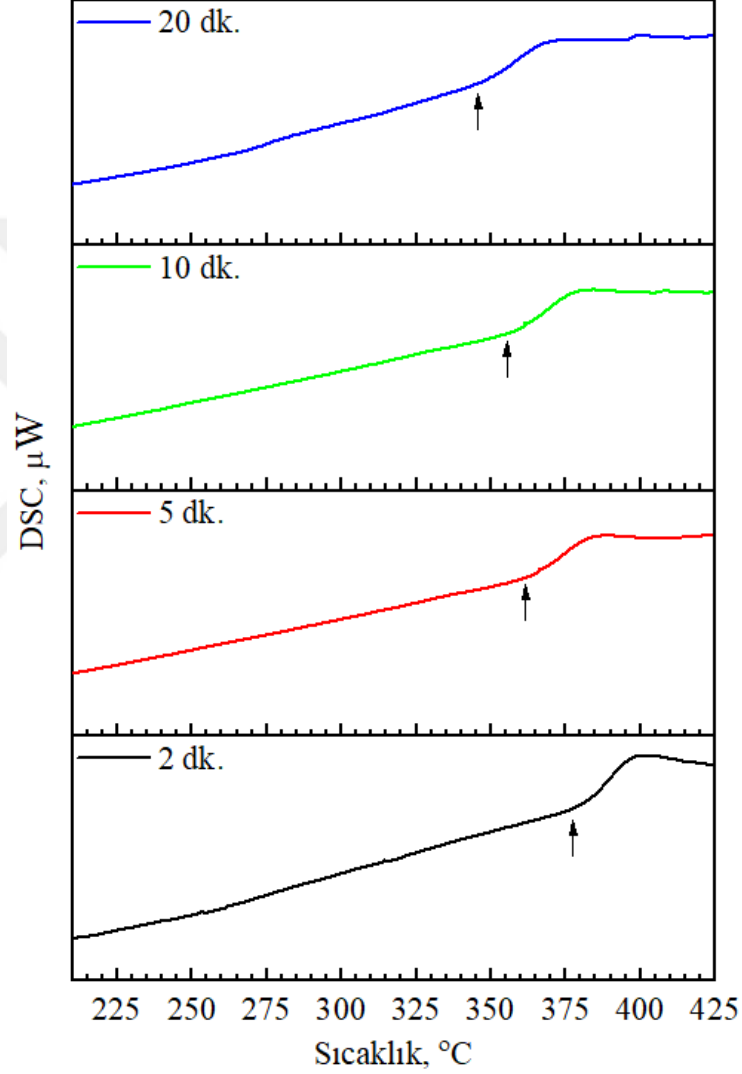
Şekil 3.29. 330 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.

Şekil 3.30'da 360 °C'de 2-20 dakika arasında ısıl işleme tabi tutulan $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şeritlerinin DSC ölçüm sonuçları verilmiştir. Önceki DSC eğrilerine benzer şekilde düşük sürelerde uygulanan ısıl işlemlerde daha belirgin pikler elde edilirken, artan ısıl işlem süresi ile birlikte piklerde yassılaşıma meydana gelmiştir. 360 °C'de 2, 5, 10 ve 20 dk.'lık tavlama süreleri için kristalleşme sıcaklıkları sırasıyla 373, 361, 353 ve 348 °C olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.30. 360 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.

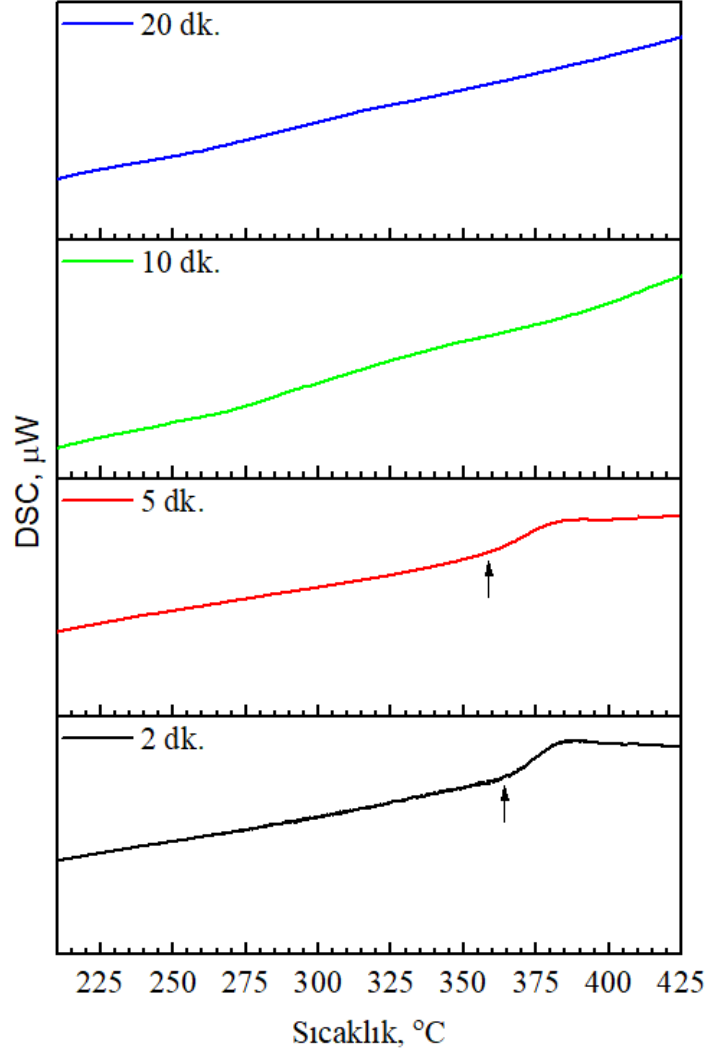
390 °C’de 2-20 dk. arasında gerçekleştirilen ısıl işlemlerle elde edilen DSC eğrileri Şekil 3.31’de sunulmuştur. 2 dk. ile 10 dk. ısıl işlem süreleri için gerçekleştirilen analizlerde teğet yöntemi kullanılarak kristalleşme sıcaklıkları sırasıyla 365 °C ve 359 °C olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.31. 390 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.

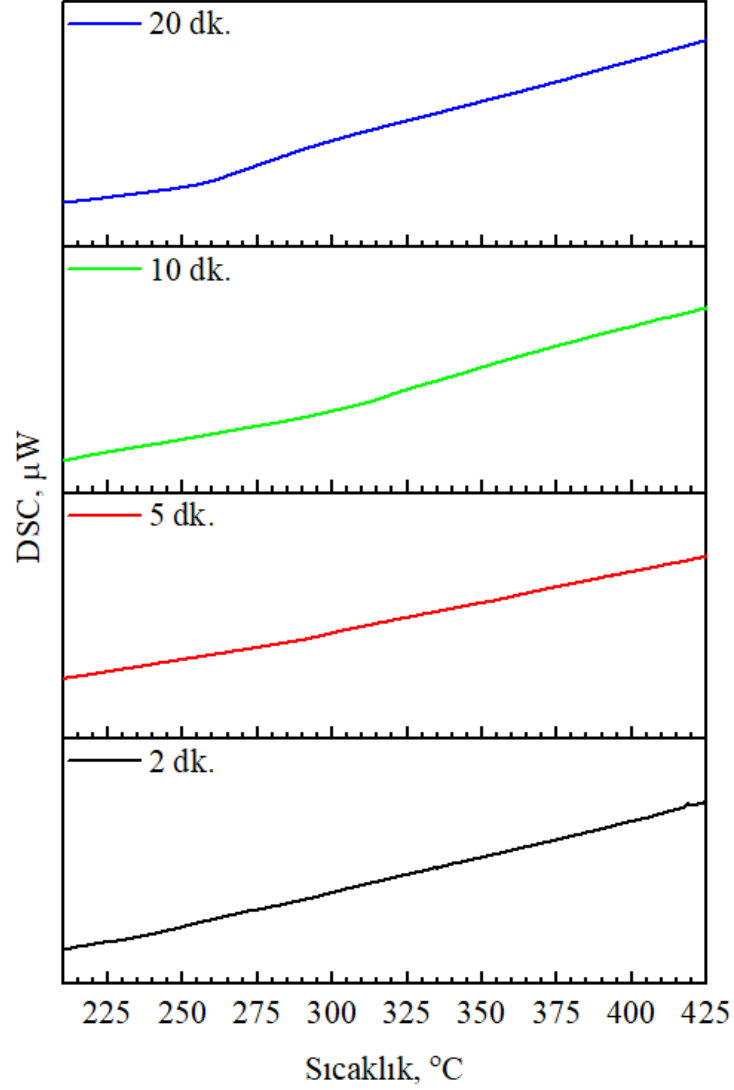
Şekil 3.32’de 420 °C’de 2-20 dk. arasında tavlanan numunelerin DSC eğrileri verilmiştir. 20 dk. ve 10 dk.’lık sürelerde tavlanan şeritlerde herhangi bir pik oluşmamıştır. 420 °C’de 5 dk. ve 2 dk. sürelerde yapılan ısıl işlemlerde ise DSC eğrileri üzerinde geçiş

piklerinin oluştuğu gözlenmiştir. 5 dakikalık tavlama süresi için kristalleşme sıcaklığı 362 °C olurken, tavlama süresinin 10 dakikaya yükseltilmesi ile birlikte bu sıcaklık 355 °C'ye düşmüştür.



Şekil 3.32. 420 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri.

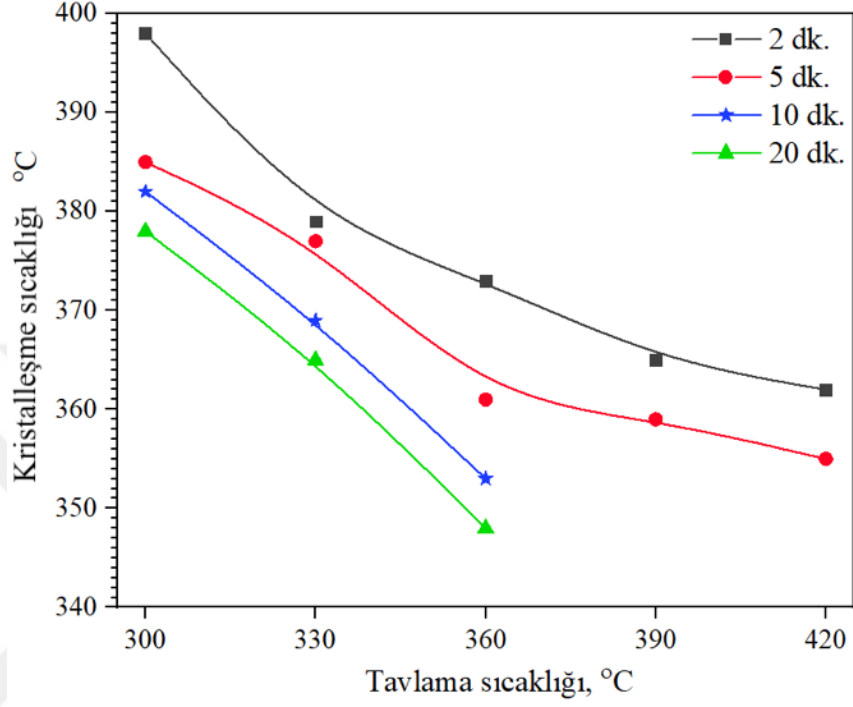
450 °C'de 2-20 dakika aralığında yapılan tavlama işlemi sonucu elde edilen DSC grafikleri Şekil 3.33'te verilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi, herhangi bir dönüşüm piki tespit edilememiştir. Bu durum artan sıcaklıkla birlikte kristalleşmenin yoğunlaştığına işaret etmektedir [68].



Şekil 3.33. 450 °C sabit sıcaklıkta farklı sürelerde tavlanan numunelerin DSC eğrileri

Şekil 3.34'te tavlama sıcaklığı ve süresi ile kristalleşmenin başlama sıcaklığı değişimi beraber gösterilmiştir. Artan tavlama sıcaklığına karşılık kristalleşme başlangıç sıcaklıklarında düşüş net bir şekilde görülmektedir. Amorf matris yapı içerisindeki artan nanokristal fazının artışı kristalleşme sıcaklığının azalmasının en önemli sebebi olduğu düşünülmektedir. Gerçekleştirilen tavlama işlemleri sonrası belirlenenbilen kristalleşme sıcaklığının en yüksek değeri amorf yapıdaki ve herhangi bir ısı işlem uygulanmamış şerit

için 410 °C ve en düşük değeri ise 420 °C sıcaklıkta 5 dakika tavlanan numune için 355 °C olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.34. Tavlama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak kristalleşme sıcaklığının (T_x) değişimi.

3.5. Isıl İşlemlerin Şeritlerin Manyetik Özellikleri Üzerine Etkileri

Isıl işlem uygulayarak malzeme üzerindeki gerilmenin azaltılması, numunelerin manyetik özellikleri üzerinde gözle görülür bir olumlu etkiye sahiptir. Amorf metallere uygulanan gerilme giderme ısıl işlemi, cam geçişi, düşük sıcaklıkta kristalizasyon ve amorf fazda kristal yapı, metastabil kristal yapı oluşumu gibi farklı dönüşümler meydana getirebilir. Bu dönüşümden sonra, malzeme hala belirli bir miktarda amorf faz içermektedir. Amorf yapı içerisinde nanokristal HMK-FeCo fazının oluşumu da manyetostriksiyon artışına yol açmaktadır. Amorf malzemelerin kararsız yapısından dolayı ısıl işlem uygulanması ilk olarak yapıdaki gerilme durumu azaltır, daha sonra kristal oluşumu ve bu kristallerin büyümesi ile gerilme oranı tekrar artış gösterir. Bu tür malzemelerin potansiyel

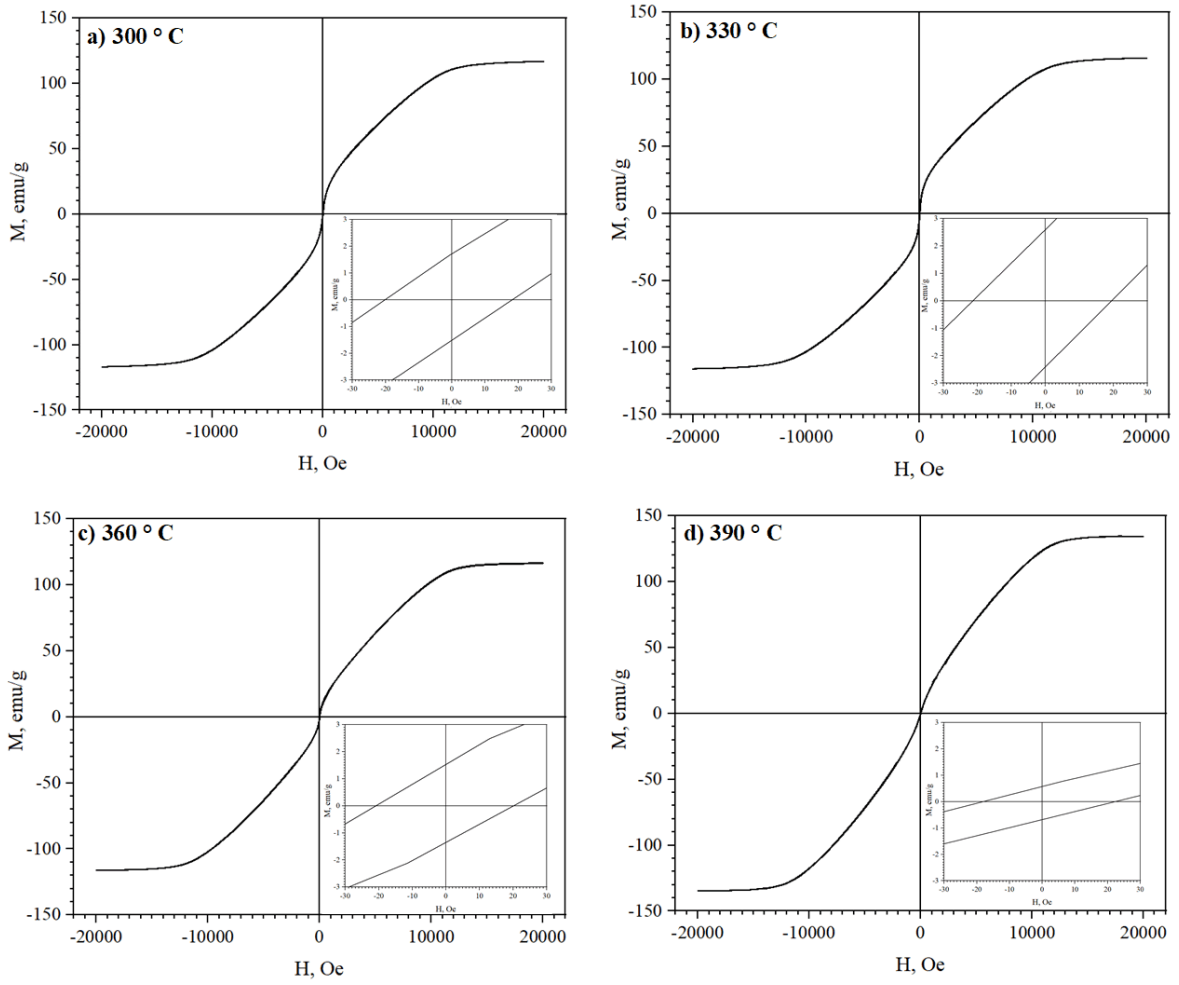
uygulamaları için amorf halde üretilen alaşımın ısıtılma işlemi ile uygun tane boyutu oluşturularak istenen manyetik özelliklerin oluşması sağlanır.

$Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımını şeritlerinde tavlama sıcaklığı ve zamana göre koersivite ve manyetik doygunlukta meydana gelen değişim Tablo 3.2’de verilmiştir. Buna göre, 2 dk. süre ile ısıtılma işlemine tutulan amorf şeritlerin manyetik doygunluğu ve koersivite değerinin 330 ve 360 °C’de birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Kristalleşme sıcaklığından düşük sıcaklıklarda yapılan ısıtılma işlemleri iç gerilmeleri düşürme yönlü olduğu için, 330 ve 360 °C sıcaklıklarda 2 dk.’lık sürede uygulanan ısıtılma işlemleri aynı etkiyi ortaya çıkarmıştır. 300 °C’de yapılan ısıtılma işlemi koersivite artarken, manyetik doygunluk noktasında azalma görülmüştür. Kristalleşme sıcaklığına yakın olan 390 °C’de yapılan ısıtılma işlemi ise koersivitenin düştüğü ve manyetik doygunluğun arttığı görülmüştür. 5 dk. süre ile yapılan ısıtılma işlemleri sonucunda elde edilen sonuçlar incelendiğinde, kristalleşme sıcaklığına yakın sıcaklıkta yapılan ısıtılma işlemi koersivite değerinin azaldığı, buna karşın 300, 330, 360 °C’lerdeki ısıtılma işlemlerinde manyetik doygunluğun 390 °C’ye göre daha yüksek olduğu görülmüştür. 10 dk.’lık tavlama süresinde en yüksek manyetik doygunluk 330 °C’de, en düşük manyetik doygunluk 300 °C’de görülmüştür. Amorf yapı içerisinde atom dizilimlerinin düzenlenmesi ve yeniden gerilmelerin meydana gelmesi bu sonucu doğrulayabileceği düşünülmektedir [77]. Kristalleşme sıcaklığına en yakın sıcaklık parametresi olan 390 °C’de koersivite 19 Oe iken 360 °C’de de koersivitenin 19 Oe olduğu, ancak manyetik doygunluğun 390 °C’de düşük olduğu görülmüştür. Manyetik doygunlukta bu düşüş yapı içerisinde artan nanokristallerin oluşturduğu yeni gerilmelerden kaynaklanmış olma ihtimali yüksektir. Reed switchler ve EAS sistemleri gibi yumuşak manyetik malzemelerin kullanıldığı sensörler için genellikle koersivite değeri nispeten yüksek ve mekanik özellikleri iyi olan malzemeler kullanılmaktadır [69]. Yapılan ısıtılma işlemleri ile iç gerilmelerin düşürüldüğü sıcaklıklarda iyi koersivite değerlerinin elde edildiği görülmüştür.

Tablo 3.2. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerde tavlama sıcaklığı ve süresine bağlı olarak koersivite ve manyetik doygunluk değerlerinin değişimi.

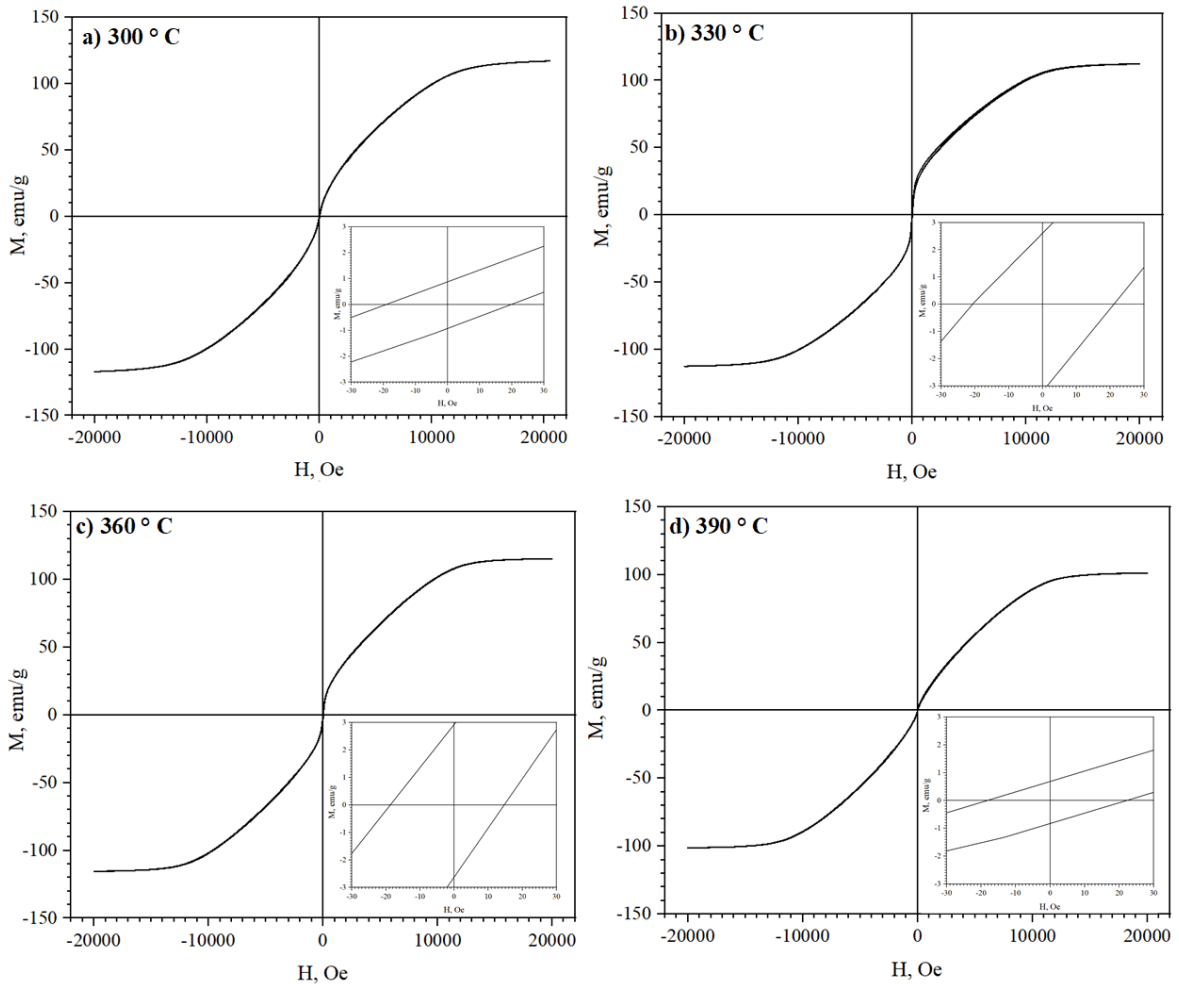
Tavlama Sıcaklığı, °C	Tavlama Süresi, dk.							
	2		5		10		20	
	Ms	Hc	Ms	Hc	Ms	Hc	Ms	Hc
	emu/g	Oe	emu/g	Oe	emu/g	Oe	emu/g	Oe
300	116,7	19	117,1	19	109,1	20	105,2	21
330	115,5	21	112,3	21	162,1	21	128,5	16
360	115,9	21	123,4	20	115,3	19	114,7	19
390	134,4	18	100,8	18	110,7	19	112,1	19

Koersivite ve histerezis kaybı manyetik özellikler, hızlı katılaştırma sırasında oluşan iç gerilmelerden olumsuz yönde etkilenebilir. Isıl işlem iç gerilmeleri gidermek için kullanılan etkin bir yöntemdir. $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ alaşımı şeritlerine uygulanan ısıl işlemlerle manyetik özelliklerdeki ve histerezis eğrilerindeki değişim incelenmiştir. Şekil 3.35'te T_x sıcaklığının altında (300-390 °C) argon atmosferi altında 2 dakika süre ile uygulanan ısıl işlemin şeritlerin manyetik özelliklerine etkisi ölçülmüş ve elde edilen histerezis eğrileri Şekil 3.35'te sunulmuştur. Burada en yüksek manyetik doygunluğa 300 °C'deki ısıl işlem ile ulaşmıştır. 300 °C ısıl işlem sıcaklığında 116,7 emu/g manyetik doygunluk, 19 Oe koersivite değeri elde edilmiştir (Şekil 3.35.a). En yüksek koersivite değeri 390 °C ısıl işlem sıcaklığında 21 Oe olarak ölçülmüştür (Şekil 3.35.d).



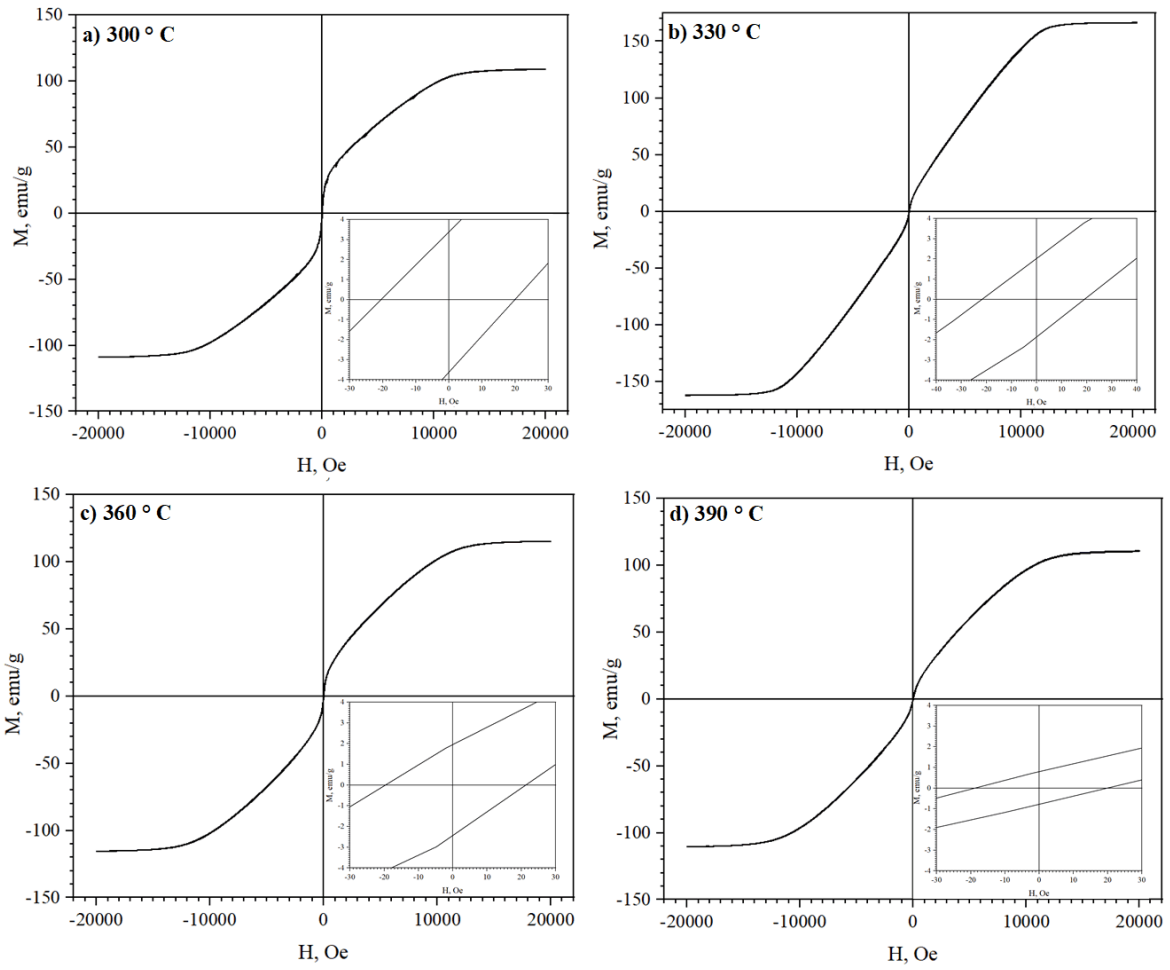
Şekil 3.35. Farklı tavlama sıcaklıklarında 2 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.

Melt spinning yöntemiyle üretilen $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımını 300, 330, 360 ve 390 °C sıcaklıklarda 5 dakika süresince tavlınması sonucu elde edilen M-H grafikleri Şekil 3.36'da verilmiştir. Belirtilen sıcaklık değerleri içerisinde en yüksek manyetik doygunluk değeri 360 °C'de 162,1 emu/g olarak elde edilmiştir. Aynı sıcaklıktaki koersivite değeri ise 21 Oe olarak bulunmuştur. Ancak, koersivite değeri 390 °C ısıtım sıcaklığında azalarak 16 Oe değerini almıştır (Şekil 3.36.c). Bu sıcaklıktaki manyetik doygunluk değeri ise 128,5 emu/g'a ulaşmıştır (Şekil 3.36.d). Yukarıda da belirtildiği gibi koersivite değerindeki azalma tane boyutunun büyümesinden kaynaklanmaktadır.



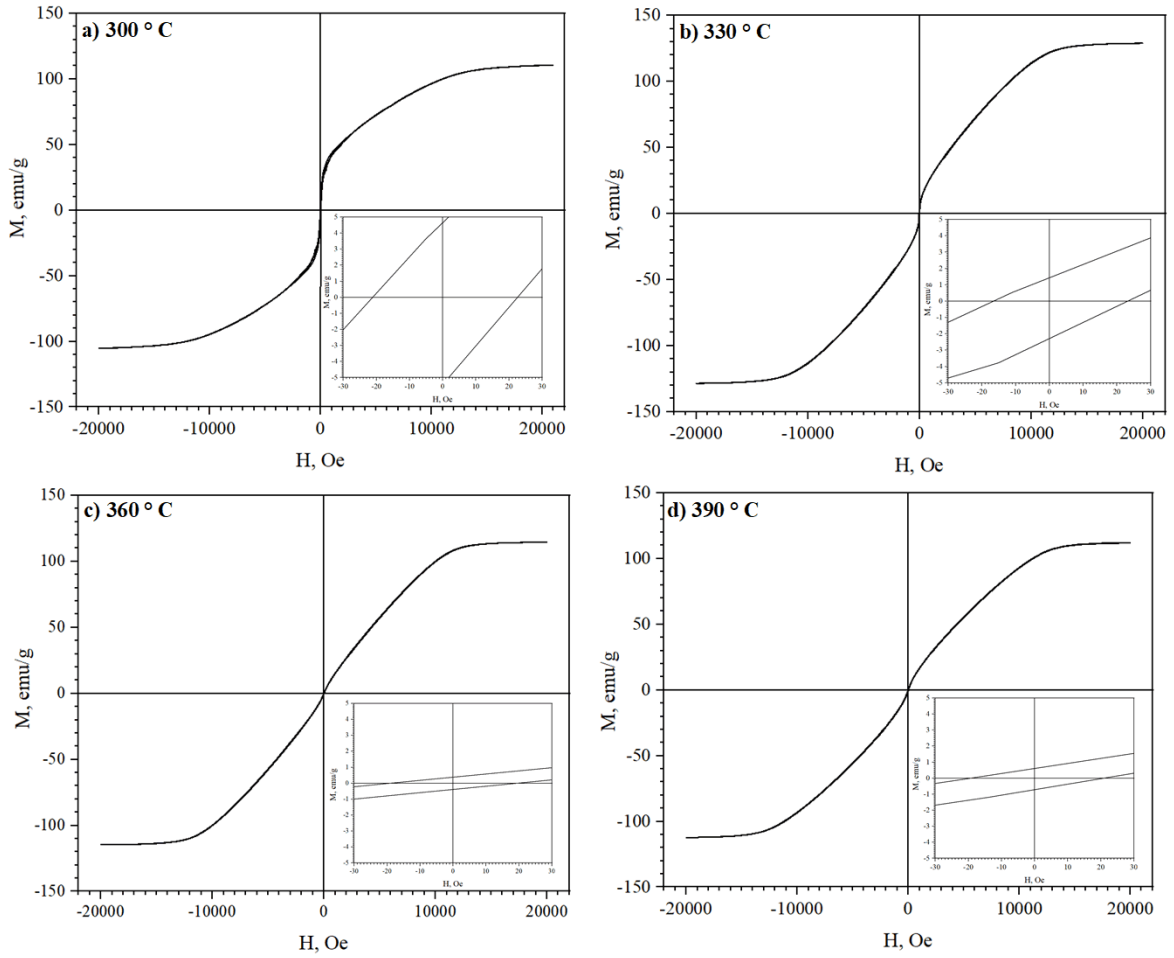
Şekil 3.36. Farklı tavlama sıcaklıklarında 5 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.

Şekil 3.37’de 300-390 °C sıcaklık aralığında 10 dk. süre ile ısıtılma tabi tutulmuş $\text{Fe}_{38}\text{Co}_{38}\text{Mo}_8\text{B}_{15}\text{Cu}$ alaşımı şeritlerin M-H eğrileri verilmiştir. Burada en yüksek koersivite değerine 330 °C’de yapılan ısıtılma ulaşılırken, en düşük koersivite değeri 360 ve 390 °C’de tavlama numunelerden elde edilmiştir. (Şekil 3.37.c ve Şekil 3.37.d). 300, 330, 360 ve 390 °C’de 10 dk. ısıtılma uygulanan şeritlerin manyetik doygunluk değerleri sırasıyla 109,1, 162,1, 115,3, 110,7 emu/g olarak ölçülmüştür.



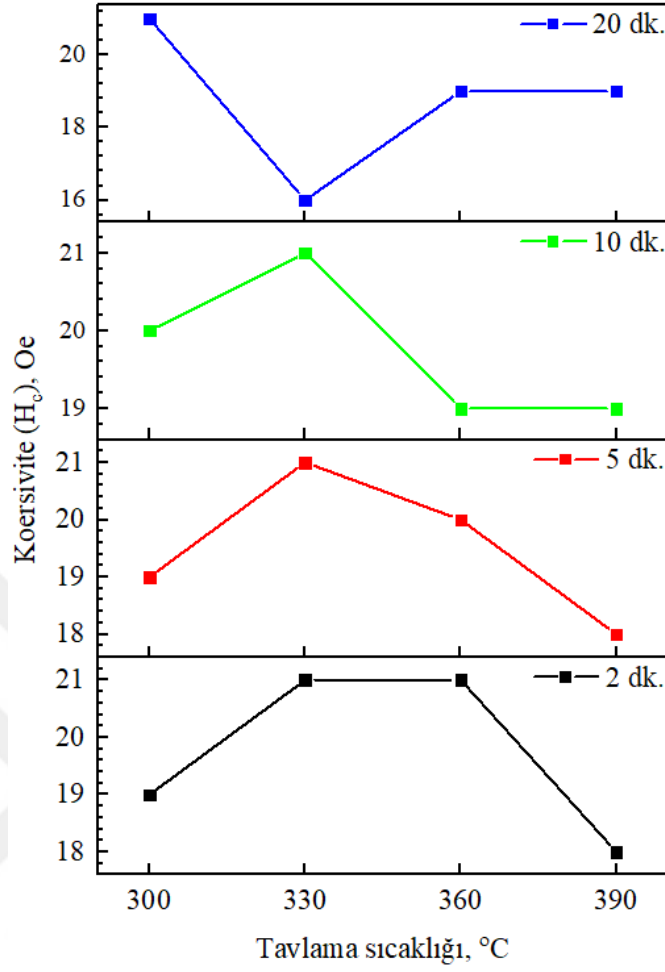
Şekil 3.37. Farklı tavlama sıcaklıklarında 10 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.

Şekil 3.38’de 20 dakika sabit sürede ve 300, 330 360 ve 390 °C’de tavlanan şeritlerin M-H eğrileri verilmiştir. 300, 330 360 ve 390 °C sıcaklıklarda 20 dakika tavlanan numunelerin koersiviteyi sırasıyla 21, 16, 19, ve 19 Oe olarak elde ölçülmüştür. Manyetik doygunluk değerleri 300, 330 360 ve 390 °C sıcaklıklar için sırasıyla 105,2, 128,5 114,7 ve 112, 1 emu/g olarak bulunmuştur. Elde edilen tüm sonuçlar kendi aralarında karşılaştırıldığında minimum koersivite ve maksimum manyetik doygunluk değerlerinin 330 °C sıcaklıkta 10 ve 20 dakika süre ile tavlanan şeritlerde elde edildiği tespit edilmiştir.



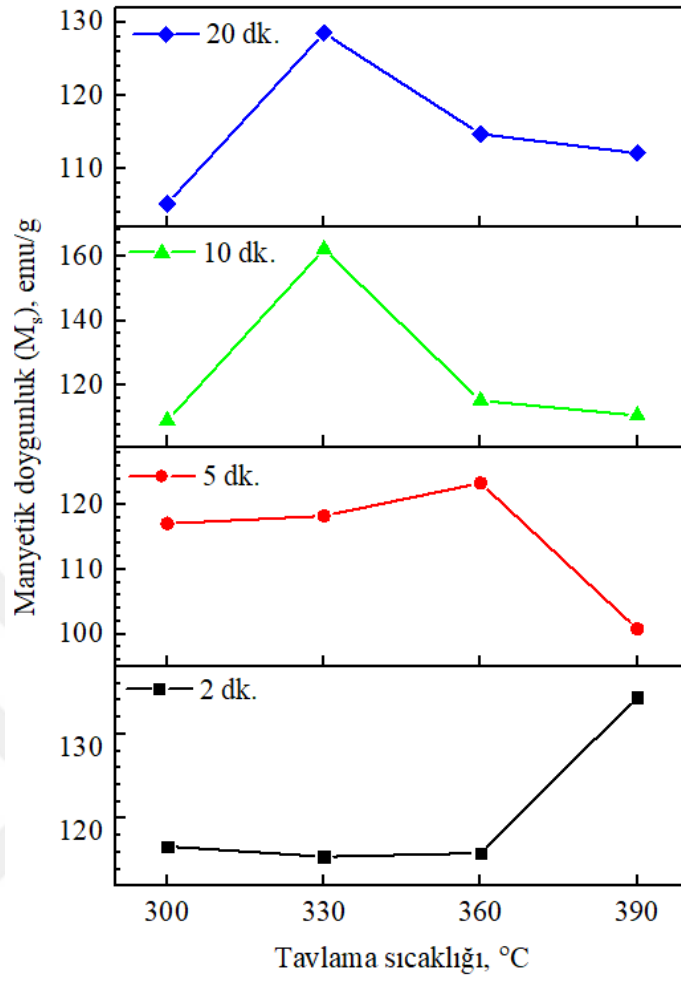
Şekil 3.38. Farklı tavlama sıcaklıklarında 10 dk. tavlanan şeritlerin M-H eğrileri.

Tavlama sıcaklığı ile koersivitenin değişimi daha belirgin olarak Şekil 3.39'daki verilmiştir. Literatürden de bilindiği gibi amorf şeritlerde tane boyutu 20 nm altında olduğu için kristal anizotropiden söz etmek mümkün değildir [71]. Bu nedenle amorf şeritler düşük koersiviteye sahiptirler. Amorf şeritlerde üretim yönteminden kaynaklanan gerilmelerin oluşturduğu manyetoelastik anizotropiden söz edilebilir ve tavlama işlemi ile stres nispeten giderildiği için düşük sıcaklıklarda tavlama ile koersivite azalmaktadır. Yapıda kristalleşme başladıkça oluşan yeni gerilmeler ve domen duvarları nedeniyle koersivite değerinin arttığı ve yumuşak manyetik malzeme özelliğinin kaybolduğu literatürde yapılan çalışmalarda açıklanmıştır [72]. Şekil 3.39'a göre tavlama sıcaklığı kristalleşme sıcaklığından daha düşük olan sıcaklıklarda koersivite artmış ancak, kristalleşme sıcaklığına yakın sıcaklıklarda yeni iç gerilmeler oluşmaya başlamasından dolayı düşmüştür.



Şekil 3.39. Tavlama sıcaklığı ile koersivitenin değişimi.

Manyetik doygunluğun tavlama sıcaklığı ve süresine göre değişimi Şekil 3.40'ta verilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi, şeritler 2 dk. süre ile kristalleşme sıcaklığına yakın sıcaklıkta tavlendiğinde manyetik doygunluk belirgin olarak artmıştır. Buna karşın 5 dk. süre ile tavlama tabi tutulan şeritlerde manyetik doygunlukta azalma 390 °C'de meydana gelmiştir. 10 dk. süre ile yapılan ısıl işlemde ise sıcaklığın 300 °C'den 330 °C'ye yükseltilmesi ile manyetik doygunlukta artış gözlenirken, daha ileri sıcaklık artışında ise manyetik doygunlukta düşüş gözlenmiştir.



Şekil 3.40. Tavlama sıcaklığı ile manyetik doygunluğun değişimi.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ (% atomik) kompozisyonuna sahip alaşım, hızlı katılaştırma yöntemi olarak bilinen ve açık atmosfer ortamında çalışan melt spinning yöntemi ile sürekli formda şerit halinde üretilmiş ve üretilen şeritlerin manyetik özelliklerini geliştirmek amacıyla belirli sıcaklık ve sürelerde ısıtım işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda açıklanmıştır:

1. Melt spinning yöntemi ile üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ kompozisyonuna sahip alaşım 10 mm genişliğinde ve 25 μm kalınlığında sürekli şerit formunda üretilmiştir.
2. Morfoloji incelemelerinde şerit yüzeyinde katılma çekmeleri görülmüştür ve yüzeyde oksit tabakası tespit edilmemiştir.
3. Melt spinning yöntemi ile üretilen $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şerit alaşımların XRD analizi sonucunda keskin bir pik sergilemeyen, geniş tek bir pike sahip kırınım deseni gözlenmiştir. Amorf yapıya özel olan bu kırınım deseni $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ kompozisyonuna sahip şerit alaşımının amorf yapıda başarılı olarak üretildiğini kanıtlamıştır.
4. Üretilen amorf yapılı şeritlerin kırınım deseninde görülen geniş pikler sıcaklık ve zamana bağlı olarak daraldığı belirlenmiştir. Pikteki maksimum daralma 450 °C ısıtım sıcaklığında 20 dk. süre ile tavlanan kısmi amorf şeritlerde görülmüştür.
5. X ışını kırınım deseni incelemelerine göre, 30 °C adım ile 300, 330, 360, 390, 420, 450 °C sıcaklıklarında 2, 5, 10, 20 dakika süre ile ısıtım işlemi uygulanan $Fe_{38}Co_{38}Mo_8B_{15}Cu$ şeritlerin ısıtım sıcaklığı arttıkça amorf matris içinde nanokristal tane boyutunun arttığı görülmüştür. 300°C sıcaklıkta 20 dk. ısıtım işlemi tabii tutulmuş şeritlerde en düşük tane boyutu 4,63 nm, 450°C sıcaklıkta 20 dk. ısıtım işlemi tabii tutulmuş amorf şeritlerin ise tane boyutu 6,68 nm olarak hesaplanmıştır.
6. Üretim işlemleri sonunda belirlenen kristalleşme sıcaklığının en yüksek değeri amorf yapıdaki ısıtım uygulanmamış numune için 410 °C ve en düşük değeri 420 °C sıcaklıkta 5 dakika tavlanan numune için 355 °C olarak belirlenmiştir.

7. Isıl işlem uygulanan şeritlerde meydana gelen manyetik değişimleri incelemek için PPMs cihazında gerçekleştirilen ölçümlerde, en düşük koersivite değeri 330 °C sıcaklıkta 20 dk. ısıl işlem uygulanan şeritte 16 Oe ve en yüksek manyetik doygunluk değeri 330 °C sıcaklıkta 10 dk. ısıl işlem uygulanan şeritte 162,1 emu/g olarak bulunmuştur.



5. ÖNERİLER

Alařımı oluřturan elementlerin camsı geiř sıcaklıđına olan etkisi daha iyi camlařma kabiliyeti sađlayan alařımlar üretmek için arařtırılabilir.

Amorf řeritlerin yüksek sıcaklıklar altında yapılan ısıl iřlemler sonrası oluřan gevrek yapıyı önlemek için alařım kompozisyonuna yapılacak element katkıları arařtırılabilir.

Isıl iřlem manyetik alan altında yapılarak ısıl iřlemin manyetik özelliklere olan etkisi incelenebilir.



6. KAYNAKLAR

1. Suryanarayana, C., Metallic glasses, Bulletin of Materials Science, 6,3 (1984) 579-594.
2. Inoue, A., Amorphous and Nanocrystalline Materials Preparation, Properties, and Applications, Springer-Verlag Berlin Heide, 2001.
3. Lieberman, H., Production Of Amorphous Alloy Ribbons And Effects Of Apparatus Parameters On Ribbon Dimensions, IEEE Transactions on Magnetics, 5,3 (1976) 285-290.
4. Suryanarayana C., Bulk Metallic Glasses, CRC Press, 2017.
5. Duwez, P., Willens, R.H. ve Klement W., Continuous Series of Metastable Solid Solutions in Silver-Copper Alloys, Journal of Applied Physics, 31,6 (1960) 1136-1137.
6. Bitoh, T., Makino, A., Hatanai, T., Inoue, A. ve Masumoto, T., The relationship between the crystallization process and the soft magnetic properties of nanocrystalline Fe–M–B–Cu (M=Zr, Nb) alloy, Journal of Applied Physics, 81,8 (1997) 4634-4636.
7. Mader, S. ve Nowick, A.S., Metastable Co–Au Alloys: Example Of An Amorphous Ferromagnet, Applied Physics Letters, 7,3 (1965) 57-59.
8. Coey J., Magnetism and Magnetic Materials, Cambridge University Press, 2010.
9. Chen, H.S. ve Miller, C.E., A Rapid Quenching Technique for the Preparation of Thin Uniform Films of Amorphous Solids, Review of Scientific Instruments, 41,8 (1970) 1237-1238.
10. Turnbull, D., Under What Conditions Can A Glass Be Formed, Contemporary Physics, 10,5 (1969) 473-488.
11. Fiorillo, F., Bertotti, G., Appino, C. ve Pasquale, M., Soft Magnetic Materials, Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering, (1999) 1-42.
12. Sunday, K.J. ve Taheri, M.L., Soft Magnetic Composites: Recent Advancements In The Technology, Metal Powder Report, 72,6 (2017) 425-429.
13. Kulik, T., Ferenc, J., Kolano-Burian, A., Liang, X. ve Kowalczyk, M., Magnetically Soft Nanomaterials For High-Temperature Applications, Materials Science and Engineering: A, 449-451 (2007) 397-400.
14. Ripka, P., Security Applications Of Magnetic Sensors, Journal of Physics: Conference Series, 450 (2013).

15. Lacheisserie, G.D., *Magnetism Materials and Applications*, Springer, 2005.
16. Bhattacharya, S., Lass, E.A., Poon, S.J. ve Shiflet, G.J., High thermal stability of soft magnetic (Fe,Co)–Mo–B–C–P–Si metallic glasses, *Journal of Alloys and Compounds*, 488,1 (2009) 79-83.
17. Han, Y., Inoue, A., Kong, F.L., Chang, C.T., Shu, S.L., Shalaan, E. ve Al-Marzouki, F., Softening and good ductility for nanocrystal-dispersed amorphous Fe–Co–B alloys with high saturation magnetization above 1.7 T, *Journal of Alloys and Compounds*, 657 (2016) 237-245.
18. Pfeifer, F., Ni-Fe and Co-Fe-alloys, *Magnetism and Magnetic Materials* 19, (1980) 190-207
19. MacLaren, J.M., Schulthess, T.C., Butler, W.H., Sutton, R. ve McHenry, M., Electronic structure, exchange interactions, and Curie temperature of FeCo, *Journal of Applied Physics*, 85,8 (1999) 4833-4835.
20. Wang, F., Inoue, A., Kong, F.L., Han, Y., Zhu, S.L., Shalaan, E. ve Al-Marouki, F., Formation, thermal stability and mechanical properties of high entropy (Fe,Co,Ni,Cr,Mo)-B amorphous alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 732 (2018) 637-645.
21. Wang, F., Inoue, A., Han, Y., Zhu, S.L., Kong, F.L., Zanaeva, E., Liu, G.D., Shalaan, E., Al-Marzouki, F. ve Obaid, A., Soft magnetic Fe-Co-based amorphous alloys with extremely high saturation magnetization exceeding 1.9 T and low coercivity of 2 A/m, *Journal of Alloys and Compounds*, 723 (2017) 376-384.
22. Suga, H., *Glassy, Amorphous and Nano-Crystalline Materials*, Springer Netherlands, 2011.
23. Highmore, R.J., Eutectics and the formation of amorphous alloys, *Nature*, 339 (1989) 363–365
24. Willy, H.J., Zhao, L.Z., Wang, G. ve Liu, Z.W., Predictability of bulk metallic glass forming ability using the criteria based on characteristic temperatures of alloys, *Physica B: Condensed Matter*, 437 (2014) 17-23.
25. Bourhis, E.L., *Glass: Mechanics and Technology*, Wiley VCH, 2014.
26. Wang, W.H., Dong, C. ve Shek, C.H., Bulk metallic glasses, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 44,2-3 (2004) 45-89.
27. Krassimir, R., *Glassy Metals*, Springer, 2016.
28. Miller, C.C., The Stokes-Einstein Law for Diffusion in Solution. 106,740 (1924) 724-749.
29. Sakurai, Y., Hamakawa, Y., Shirae, K., Masumoto, T., ve Suzuki, K., *Current Topics in Amorphous Materials: Physics & Technology*, Elsevier, 2013.

30. Haruyama, O., Inoue, A., Thermal Stability of Zr-Based Glassy Alloys Examined by Electrical Resistance Measurement, Materials Transactions, JIM, 37 (1996) 1741-1747.
31. Gheiratmand, T. ve Hosseini, H.R.M., Finemet nanocrystalline soft magnetic alloy: Investigation of glass forming ability, crystallization mechanism, production techniques, magnetic softness and the effect of replacing the main constituents by other elements, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 408 (2016) 177-192.
32. Weinberg, M. C., Zelinski, B. J., Uhlmann, D. R., ve Zanolto, E. D, Critical cooling rate calculations for glass formation, Journal of Non-Crystalline Solids, 123,1-3 (1990) 90-96.
33. Beiser, A., Concepts of Modern Physics, 6th Edition McGraw-Hill Higher Education, 2011.
34. Hamill, D.N., X-ray Diffraction: exposing the bare bones of solid forms, 2011.
35. Shokrollahi, H. ve Janghorban, K., Soft magnetic composite materials (SMCs), Journal of Materials Processing Technology, 189,1-3 (2007) 1-12.
36. Tumanski, S., Handbook of Magnetic Measurements, CRC Press, Warsaw University of Technology Poland, 2011.
37. Kronmuller, H., ve Parkin, S. Handbook of magnetism and advanced magnetic materials, Wiley-Interscience, 2007.
38. Jiles, D., Introduction to Magnetism and Magnetic Materials Springer US, 1991.
39. Davies, H.A., Amorphous metallic alloys, (1983) 13.
40. Liebermann, H.H., Rapidly Solidified Alloys: Processes Structures Properties Applications, CRC Press, 1993.
41. Satish Kumar Thandalam, S.R., Shalini Sundarrajan, Synthesis, microstructural and mechanical properties of ex situ zircon particles ($ZrSiO_4$) reinforced Metal Matrix Composites (MMCs): a review, Journal of Materials Research and Technology, 4,3 (2015) 333-347.
42. Kamal, M.M., Review: Chill-Block Melt Spin Technique: Theories and Application, Bentham Science Publishers, 2012.
43. Lavernia, E.J., The rapid solidification processing of materials: science, principles, technology, advances, and applications, Journal of Materials Science, (2009) 287-325.
44. ABendijk, A., Delhez, R., Katgerman, L., De Keijser, T. H., Mittemeijer, E. J., ve Van Der Pers, N. M., Characterization of Al-Si-alloys rapidly quenched from the melt, Journal of Materials Science, 15,11 (1980) 2803-2810.

45. Filippov, B. N., Shulika, V. V., Potapov, A. P., ve Vil'danova, N. F., Magnetic properties and temperature stability of a molybdenum-doped Finemet-type alloy Tech. Phys. 59 (2014) 373–377.
46. Dmitrieva, N. V., Lukshina, V. A., Volkova, E. G., Potapov, A. P., ve Filippov, B. N., Fe- and co-based nanocrystalline soft magnetic alloys modified with Hf, Mo, and Zr: Magnetic properties, thermal stability, and structure. Alloys (Fe_{0.6}Co_{0.4})₈₆Hf₇B₆Cu₁ and (Fe_{0.7}Co_{0.3})₈₈Hf₇B₄Cu₁, The Physics of Metals and Metallography, 114 (2013) 138-144.
47. Ohnaka, I., Fukusako, T., ve Matui, T., Preparation of amorphous wires, Journal of Japan Institute of Metals, 45 (1981) 751–762.
48. Ohta, M., ve Yoshizawa, Y., Improvement of Soft Magnetic Properties in (Fe_{0.85}B_{0.15})₁₀₀xCu_x Melt-Spun Alloys Materials Transactions, JIM, 48,9 (2007) 2378-2380.
49. Conde, C. F., Conde, A., Janičkovič, D., & Švec, P., Composition dependence of Curie temperature and microstructure in amorphous Fe–Co–Mo–Cu–B metallic glasses, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 304,2 (2006) e739-e742.
50. Conde, C. F., Borrego, J. M., Blázquez, J. S., Conde, A., Švec, P., ve Janičkovič, D., Magnetic and structural characterization of Mo-Hitperm alloys with different Fe/Co ratio, Journal of Alloys and Compounds, 509,5 (2011) 1994-2000.
51. Janotová, I., Švec, P., Mat'ko, I., Janičkovič, D., ve Švec Sr, P. The structure of rapidly quenched Fe–Co–B–Si based systems and the influence of addition of Cu and P, Journal of Alloys and Compounds, 615 (2014) S198-S202.
52. Janotova, I., Zigo, J., Svec, P., Matko, I., Janickovic, D. ve Svec, P., Analysis of phase transformations in Fe–(Co)–B–Si–(P), Journal of Alloys and Compounds, 643 (2015) S265-S269.
53. Takenaka, K., Setyawan, A. D., Zhang, Y., Sharma, P., Nishiyama, N., ve Makino, A., Production of Nanocrystalline (Fe, Co)-Si-B-P-Cu Alloy with Excellent Soft Magnetic Properties for Commercial Applications, Materials Transactions, JIM, 56,3 (2015) 372- 376.
54. Vlasák, G., Pavúk, M., Mraňko, P., Janičkovič, D., Švec, P. ve Butvinová, B., Influence of heat treatment on magnetostrictions and electrical properties of (Fe₁Co₁)₇₆Mo₈Cu₁B₁₅, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 320,20 (2008) e837-e840.
55. Khinchi, S. S., Modak, S. S., Kraus, L., Svec, P., Mazaleyrat, F., ve Kane, S. N., Influence of Co content and thermal annealing on structural, magnetic and magneto elastic properties of nanocrystalline Fe–Co–Nb–B alloys., Physica B: Condensed Matter, 405 (2010) 2803-2806.
56. Škorvánek, I., Marcin, J., Turčanová, J., Kováč, J. ve Švec, P., Improvement of soft magnetic properties in Fe₃₈Co₃₈Mo₈B₁₅Cu amorphous and

- nanocrystalline alloys by heat treatment in external magnetic field, Journal of Alloys and Compounds, 504 (2010) S135-S138.
57. Paluga, M., Švec, P., Janičkovič, D., Mrafko, P., ve Miglierini, M., Surface and volume effects in rapidly quenched Fe-Mo-Cu-B system, Journal of Physics: Conference Series, 144,1 (2009).
 58. Hasegawa, R., Present status of amorphous soft magnetic, J. Magn. Magn. Mater., 215–216 (2000) 240–245.
 59. Fukunaga, H., Kawaguchi, H., Ohta, Y., Takehashi, H., Ogasawara, H., ve Fukuhara, M., Effects of insulation and surface roughness on high frequency magnetic properties up to 10 MHz in thin amorphous ribbons, Materials Science and Engineering: A, 181–182 (1994) 884-887.
 60. Todd, I., Davies, H. A., Gibbs, M. R. J., Leccabue, F., ve Watts, B. E., The effect of ambient gases on surface quality and related properties of nanocrystalline soft magnetic ribbons produced by melt spinning, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (1999) 196–197.
 61. Srinivas, M., Majumdar, B., Phanikumar, G., & Akhtar, D., Effect of Planar Flow Melt Spinning Parameters on Ribbon Formation in Soft Magnetic Fe_{68.5}Si_{18.5}B₉Nb₃Cu₁ Alloy, The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, 370,42 (2011).
 62. Cao, C.C., Wang, Y.G., Zhu, L., Meng, Y., Dai, Y.D. ve Chen, J.K., Evolution of structural and magnetic properties of the FeCuBP amorphous alloy during annealing, Journal of Alloys and Compounds, 722 (2017) 394-399.
 63. Fu, C., Xu, L., Dan, Z., Qin, F., Makino, A., Chang, H. ve Hara, N., Annealing effect of amorphous Fe-Si-B-P-Cu precursors on microstructural evolution and redox behavior of nanoporous counterparts, Journal of Alloys and Compounds, 726 (2017) 810-819.
 64. Herzer, G., Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets, IEEE Transactions on Magnetism, 26,5 (1990) 1397-1402.
 65. Long, J., McHenry, M. E., Laughlin, D. E., Zheng, C., Kirmse, H., ve Neumann, W., Analysis of hysteretic behavior in a FeCoB-based nanocrystalline alloy by a Preisach distribution and electron holography, Journal of Applied Physics, 103 (2008) 07e710.
 66. Inoue, A., Tomioka, H. ve Masumoto, T., Mechanical properties of ductile Fe-Ni-Zr and Fe-Ni-Zr (Nb or Ta) amorphous alloys containing fine crystalline particles, Journal of Materials Science, 18,1 (1983) 153-160.
 67. Chen, S.F., Hung, C.Y., Wang, S.J., Chen, S.H. ve Chen, C.C., Influence of annealing treatment on soft magnetic properties of Fe₇₆Si₁₀B₁₀Cr₂Y₂ amorphous ribbon, Journal of Alloys and Compounds, 627 (2015) 333-336.

68. Herzer, G., Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials, Acta Materialia, 61,3 (2013) 718-734.
69. Langford, J. I., ve Wilson, A. J. C., Scherrer after sixty years: A survey and some new results in the determination of crystallite size, Journal of Applied Crystallography, 11,2 (1978) 102-113.
70. Fu, B. Y., He, D. Y., ve Zhao, L. D., Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Fe-based amorphous coatings, Journal of Alloys and Compounds, 480,2 (2009) 422-427.
71. Jiang, D., Zhou, B., Jiang, B., Ya, B. ve Zhang, X., Study on soft magnetic properties of Finemet-type nanocrystalline alloys with Mo substituting for Nb, physica status solidi (a), 214,10 (2017) 1700074.
72. Ping, D.H., Wu, Y.Q., Hono, K., Willard, M.A., McHenry, M.E. ve Laughlin, D.E., Microstructural characterization of (Fe_{0.5}Co_{0.5})₈₈Zr₇B₄Cu₁ nanocrystalline alloys, Scripta Materialia, 45,7 (2001) 781-786.
73. Egami, T., Structural relaxation in amorphous Fe₄₀Ni₄₀P₁₄ B₆ studied by energy dispersive X-ray diffraction, Journal of Materials Science, 13,12 (1978) 2587-2599.
74. Yu, E.J., Sik Shim, J., Kim, I., Kim, J., Hee Han, S., Jung Kim, H., Kim, K.H. ve Yamaguchi, M., Development of FeCo-based thin films for gigahertz applications, 41, 2005.
75. Sen, U.K. ve Mitra, S., Improved electrode fabrication method to enhance performance and stability of MoS₂-based lithium-ion battery anode, Journal of Solid State Electrochemistry, 18,10 (2014) 2701-2708.
76. Sundar, R.S. ve Deevi, S.C., Soft magnetic FeCo alloys: alloy development, processing, and properties, International Materials Reviews, 50,3 (2005) 157-192.
77. Schroers, J., Masuhr, A., Johnson, W.L. ve Busch, R., Pronounced asymmetry in the crystallization behavior during constant heating and cooling of a bulk metallic glass-forming liquid, Physical Review B, 60,17 (1999) 11855-11858.
78. Pilarczyk, W. ve Zarychta, A., The influence of heat treatment on the structure and thermal properties of metallic glasses, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 125,3 (2016) 1453-1459.
79. Zaluska, A., Rudkowska, G., Rudkowski, P. ve Strom-Olsen, J.O., Microstructure and magnetic properties of semi-hard Fe-Co-B-Cu alloys formed by rapid solidification, IEEE Transactions on Magnetics, 30,6 (1994) 4948-4950.
80. Alben, R., Becker, J. J., ve Chi, M. C., Random anisotropy in amorphous ferromagnets, Journal of Applied Physics, 49,1653 (1978).

81. Suzuki, K., ve Cadogan, J. M., Random magnetocrystalline anisotropy in two-phase nanocrystalline systems, American Physical Society, 58,5 (1998).



ÖZGEÇMİŞ

Merve GENÇTÜRK 1990 yılında Trabzon’da doğdu. 2008 yılında Trabzon Tefvik Serdar Anadolu Lisesi’nden mezun oldu ve 2008-2009 eğitim döneminde İngiltere Wimbledon Dil Okulu ve Malvern Kolej’de İngilizce Dil Eğitimi aldı. 2010 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde Lisans eğitimine başladı. 2013-2014 güz döneminde Erasmus Değişim Programı bursuyla İspanya Oviedo Üniversitesi’nde değişim öğrencisi olarak eğitim aldı. 2015 güz döneminde Karadeniz Teknik Üniversitesi’nden “Metalurji ve Malzeme Mühendisi” unvanı ile mezun oldu. Aynı yıl K.T.Ü Fen Bilimleri Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans öğrenimine başladı. İyi derecede İngilizce bilmektedir.