

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN FeCoNi
ALAŞIMINA Cr ve Nb EKLENMESİNİN YAPISAL, MORFOLOJİK
ve MANYETİK ÖZELLİKLERE ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ALİCAN YAKIN

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**MERSİN
OCAK- 2022**

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN FeCoNi
ALAŞIMINA Cr ve Nb EKLENMESİNİN YAPISAL, MORFOLOJİK
ve MANYETİK ÖZELLİKLERE ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ALİCAN YAKIN

ORCID ID: 0000-0002-3013-5286

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

Doç. Dr. Tuncay ŞİMŞEK
ORCID ID: 0000-0002-4683-0152

**MERSİN
OCAK- 2022**

ÖZET

MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN FeCoNi ALAŞIMINA Cr ve Nb EKLENMESİNİN YAPISAL, MORFOLOJİK ve MANYETİK ÖZELLİKLERE ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Bu çalışmada eşmolar orana sahip FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr alaşımları mekanik alaşımlama yöntemi ile başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Nb ve Cr elementlerinin FeCoNi alaşımının yapısal, morfolojik ve manyetik özelliklerine etkisi detaylı bir şekilde araştırılmıştır. Sentezlenen dört farklı alaşımın yapısal özellikleri X-Işınları Kırınımı (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile birlikte Enerji Dağılımlı X-Işınları Kırınımı (EDS) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Yüksek ve düşük sıcaklık manyetik özellikleri VSM (Titreşimli Numune Manyetometresi) yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir. Nb elementinin amorf faz oluşumuna, Cr elementinin ise kristalizasyona katkı sağladığı XRD analizleri ile belirlenmiştir. FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiCrNb alaşımlarının 20 sa öğütme işleminden sonra kristalit boyutları sırasıyla 9,7; 3,1; 8,3 ve 4,4 nm olarak hesaplanmıştır. FeCoNi ve FeCoNiCr alaşımları için SEM görüntüleri incelendiğinde tane boyutlarının sırasıyla yaklaşık olarak 137 ve 117 μm , tane şekillerinin ise düzensiz ve katmanlı olduğu görülmektedir. FeCoNiNb ve FeCoNiNbCr alaşımlarına ait parçacık boyutlarının ise 54-79 μm aralığında olduğu, parçacık şekillerinin ise küresel benzeri ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Cr elementinin diğer elementlerde çözünürlüğünün düşük olması bu elementin tane sınırlarında çökerek sert bir yapı oluşturmaya neden olmaktadır. Oluşan sert yapının bilye darbelerine uzun süre dayanarak partikül boyutunun yavaş bir şekilde düşmesine ve partikül şekillerinin katmanlı ve düzensiz olmasına katkı sağladığı gözlenmiştir. Öğütme süresine bağlı olarak, alaşımların latis parametrelerinin ve latis gerinimlerinin artışının, katı çözelti fazlarının oluşmasından, yoğun plastik deformasyonlardan ve latis bozukluklarından kaynaklandığı tespit edilmiştir. 10 sa öğütülmüş FeCoNi numunelerinin oda sıcaklığında yapılmış VSM ölçümleri, doyum mıknastıslanmasının 150,4 emu/gr, koersivite değerinin ise 36 Oe olduğunu göstermektedir. FeCoNiNb, FeCoNiCr alaşımlarının oda sıcaklığındaki Ms değerleri sırasıyla 8 ve 61 emu/gr, Hc değerleri 192 ve 12 Oe olarak ölçülmüştür. Bütün alaşım elementlerinin bir arada öğütüldüğü FeCoNiCrNb yüksek entropi alaşımının oda sıcaklığındaki Ms ve Hc değerleri ise sırasıyla 26,8 emu/gr ve 82 Oe olarak hesaplanmıştır. 800 K sıcaklığa kadar ısıtılan numunelerin Ms değerlerinin azaldığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Mekanik alaşımlama, yumuşak manyetik malzemeler, yüksek entropi alaşımları, nanokristaller

Danışman: Doç. Dr, Tuncay ŞİMŞEK, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale Meslek Yüksek Okulu, Raylı Sistemler Makine Programı, Kırıkkale

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECTS OF Cr AND Nb ADDITIONS ON THE STRUCTURAL, MORPHOLOGICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF FeCoNi ALLOY PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING METHOD

In this study, FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr alloys with equimolar ratio were successfully synthesized by the MA method. The effects of Nb and Cr elements on the structural, morphological and magnetic properties of FeCoNi alloys were investigated in detail. The structural properties of the resulting alloys were characterized using XRD (X-Ray Diffractometer) and SEM (Scanning Electron Microscopy) as well as EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) methods. High and low temperature magnetic properties were analyzed by using the VSM (Vibrating Sample Magnetometer) method. It is clearly seen from the XRD graphs that Nb element enhances the amorphous phase formation while the Cr addition improves the crystallization. The crystallite sizes of FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr and FeCoNiCrNb alloys after 20 hours of milling were calculated as 9.7, 3.1, 8.3 and 4.4 nm, respectively. When the SEM images for FeCoNi and FeCoNiCr alloys are examined, it is seen that the mean particle sizes are about 137 and 117 μm , respectively, and the particle morphologies are in irregular and layered shape. It has been observed that the particle sizes of FeCoNiNb and FeCoNiNbCr alloys varies in the range of 54-79 μm , and the particle shapes are spherical and irregular. The low solubility of the Cr element in other elements causes this element to precipitate at the grain boundaries and form a hard structure. It has been investigated that this rigid structure resists ball impacts for a long time, contributing to a slow decrease in particle size and results in layered and irregular particle shape. It has been determined that the increase in the lattice parameters and lattice strains depending on the milling time, is caused by the formation of solid solution phases, intensive plastic deformations and lattice defects. VSM measurements of 10 h milled FeCoNi samples at room temperature show that the saturation magnetization is about 150.4 emu/gr and the coercivity value is 36 Oe. The M_s and H_c values of FeCoNiNb and FeCoNiCr alloys at room temperature were measured as 8 and 61 emu/gr, 192 and 12 Oe, respectively. The M_s and H_c values of the FeCoNiCrNb high-entropy alloy, in which all alloying elements were milled together, at room temperature were calculated as 26.8 emu/gr and 82 Oe, respectively. It was determined that the M_s values of the samples heated up to 800 K decreases gradually.

Keywords: Mechanical alloying, soft magnetic materials, high entropy alloys, nanocrystals

Advisor: Assoc. Dr. Tuncay ŞİMŞEK, Kırıkkale University, Kırıkkale Vocational School, Rail Systems Machinery Program, Kırıkkale

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca gerek deneylerin yürütülmesinde gerekse bilgi, tecrübesi ve yorumları ile bana yol gösteren değerli danışman hocam Doç. Dr. Tuncay ŞİMŞEK' e sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Yine tez deneylerinin yürütülmesi ve numunelerin karakterizasyonu konusunda yardımlarını esirgemeyen değerli hocam Doç. Dr. Barış AVAR sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca tez deneylerinin ve manyetik analizlerinin yapılması hususunda gerekli yardımlarını esirgemeyen kıymetli hocam Dr. Öğr. Üyesi Telem ŞİMŞEK' e, değerli katkılarından dolayı Dr. Arun K. CHATTOPADHYAY' a ve laboratuvar imkanlarını sağlayan değerli hocam Prof. Dr. Şadan ÖZCAN' a içten teşekkürlerimi sunarım. Tez deneylerinin analizlerinin yürütülmesi için laboratuvar imkanlarını sunan Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi'ne ve laboratuvar çalışmalarına katkı sunan teknik elemanlarına teşekkürlerimi sunarım. Hayatım boyunca bana destek oldukları gibi tez çalışmam boyunca maddi-manevi gerekli desteklerini esirgemeyen beni akademik yolda yürümem için cesaretlendiren değerli aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Yine tez çalışmam esnasında karşılaştığım bütün olumsuz koşulları atlatmam ve akademik yolda yürümem konusunda sürekli yanımda olan beni destekleyen, cesaretlendiren ve gerekli yardımlarını esirgemeyen kıymetli kız arkadaşım Şenay GÜR'e en içten teşekkürlerimi sunarım. Akademik yolda ilerlemem için beni teşvik eden, bana ilham veren ve yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇKAPAK	i
ONAY	ii
ETİK BEYAN	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLolar DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
KISALTMALAR ve SİMGELER	xii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI	3
2. 1. Mekanik Alaşımılama	3
2.1.1. Uygulama Alanları	3
2.1.2. Mekanik Alaşımılamanın Genel Özellikleri	4
2.1.3. Mekanik Alaşımılama Mekanizması	4
2.1.4. Mekanik Alaşımılama İşlem Parametreleri	5
2.1.4.1. MA İşleminde Kullanılan Hammaddeler	6
2.1.4.2. Öğütücü Değirmen Tipi	6
2.1.4.3. Öğütücü Hazne	8
2.1.4.4. Öğütme Hızı	8
2.1.4.5. Öğütme Zamanı	8
2.1.4.6. MA İşleminde Kullanılan Bilyeler	8
2.1.4.7. Bilye- Toz Oranı	9
2.1.4.8. Öğütme Atmosferi	9
2.1.4.9. Sıcaklık	9
2.2. Yüksek Entropi Alaşımılaları	10
2.2.2. Çekirdek Etkileri	13
2.2.2.1. Yüksek Entropi Etkisi	13
2.2.2.2. Latis Distorsiyonu	14
2.2.2.3. Yavaş Difüzyon Etkisi	14
2.2.2.4. Kokteyl Etkisi	15
2.2.3. Yüksek Entropi Alaşımılalarının Tasarımı	17
2.2.4. Yüksek Entropi Alaşımılalarında Faz Oluşumları	20
2.2.4.1. Katı Eriyik Çözeltiler	20
2.2.4.2. İntermetalikler	21
2.2.4.3. Amorf Fazlar	23
2.2.5. YEA' larda Faz Dönüşümleri	25
2.2.6. Yüksek Entropi Alaşımılalarının Özellikleri	26
2.2.6.1. Mekanik ve Aşınma Direnci	26
2.2.6.2. Korozyon Direnci	28
2.2.6.3. Fonksiyonel Özellikler	29
2.2.6.4. Manyetik Özellikler	30
2.3. Manyetizasyon	32
2.3.1. Diyamanyetizma	32
2.3.1.2. Paramanyetizma	33
2.3.1.3. Ferromanyetizma	33
2.3.2. Manyetik Malzemeler	35
2.3.2.1 Yumuşak Manyetik Malzemeler	36
2.4. Literatür Çalışmaları	39

	Sayfa
3. MATERYAL ve YÖNTEM	64
3.1. Deneyde Kullanılan Başlangıç Tozları	64
3.2. Mekanik Alaşımlama Deneyleri ve Mekanik Alaşımlama Parametreleri	65
3.3. Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri	66
3.3.1. X- Işınları Kırınımı Yöntemi (XRD)	67
3.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu- Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (SEM-EDS)	68
3.3.3. Titreşimli Numune Magnetometresi (VSM)	69
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	71
4.1. XRD Analizi Sonuçları	71
4.2. SEM ve EDS Sonuçları	85
4.3. Manyetizma Sonuçları	105
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	113
KAYNAKLAR	118
ÖZGEÇMİŞ	126

TABLÖLAR DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Yüksek entropi alaşımlarının kullanım alanları ve kullanım özellikleri	11
Tablo 2.2. Bazı YEA ve diğer malzeme gruplarının termal iletkenlik ve elektrik dirençleri	29
Tablo 2.3. MA yöntemi ile sentezlenmiş olan yumuşak manyetik özellikli YEA	31
Tablo 3.1. FeCoNi deney setinin toz karışım oranları	65
Tablo 3.2. FeCoNiNb deney setinin toz karışım oranları	65
Tablo 3.3. FeCoNiCr deney setinin toz karışım oranları	65
Tablo 3.4. FeCoNiNbCr deney setinin toz karışım oranları	65
Tablo 3.5. Alaşım grupları için uygulanan parametreler	66
Tablo 4.1. Alaşım elementleri arasındaki negatif entalpi farkı (ΔH_{mix} , kJ/mol) ve elementlerin atomik yarıçapları ve erime noktaları	72
Tablo 4.2. Öğütme sürelerine bağlı olarak Ms, Hc, Mr/Ms değerleri	108

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Mekanik alaşımlamanın uygulama alanları	4
Şekil 2.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması	5
Şekil 2.3. Farklı değirmenlerde zamana bağlı ortalama tane boyutu grafiği	7
Şekil 2.4. (a) Normal kafes yapısı, (b) İkili alaşımlarda kafes yapısı, (c) Yüksek entropi alaşımlarında kafes yapısının gösterimi	11
Şekil 2.5. Entropi değerine ($\Delta S_{\text{karışım}}$) göre alaşımların sınıflandırılması ve malzeme gruplarının entropi değerlerine göre grafiği	13
Şekil 2.6. Beş temel elementli (a) hmk, (b) ymk yapıli kafesler	14
Şekil 2.7. CoCrCuNiFeAlx alaışımında X değerlerine karşılık sertlik değeri ve faz dönüşümleri	16
Şekil 2.8. Bazı YEA' ların 17-4 ve 316 paslanmaz çelikleriyle birlikte sertlik değerleri	16
Şekil 2.9. $\Delta H_{\text{karışım}} - \delta$ değerlerine karşılık oluşan fazların gösterimi	18
Şekil 2.10. Ω ve δ değerlerinin bazı YEA' lar ile ilişkisinin iki boyutlu haritası	19
Şekil 2.11. (A) CoCrCuFeNi ve CoCrCuFeNiNb alaşımlarının XRD şekilleri ve (B) CoCrCuFeNiNb, (C) CoCrCuFeNi alaşımlarının SEM görüntüleri	22
Şekil 2.12. Amorf, kristalit ve yığın camsı metalik alaşımlar için zaman-sıcaklık dönüşüm diyagramı	24
Şekil 2.13. YEA' ların diğer malzeme gruplarıyla birlikte elastisite modülü - yoğunluk grafiğinde gösterimi	26
Şekil 2.14. YEA' ların diğer malzeme gruplarıyla birlikte dayanım - yoğunluk grafiğinde gösterimi	27
Şekil 2.15. YEA ve diğer malzeme gruplarının korozyon oranları %3,5NaCl çözeltisi 25°C	28
Şekil 2.16. YEA ve diğer malzeme gruplarının korozyon oranları 0,5 M H ₂ SO ₄ çözeltisi 25°C	28
Şekil 2.17. Cr eklentisine karşılık Ms ve Hc değerlerinde meydana gelen değişim	31
Şekil 2.18. Diyamanyetik malzemelerde manyetik momentler	33
Şekil 2.19. Paramanyetik malzemelerin manyetik moment yönelimleri	33
Şekil 2.20. Ferromanyetik malzemelerin manyetik moment yönelimleri	34
Şekil 2.21. Ferromanyetik malzelerin histerisiz eğrisi	34
Şekil 2.22. Piyasada kullanılan bazı yumuşak manyetik malzemelerin dairesel grafiği	37
Şekil 2.23. Bazı alaşım gruplarının Ms değerlerine karşılık gelen μ değerleri	37
Şekil 2.24. Bazı yumuşak manyetik malzemenin gelişimi	39
Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan Glove-Box cihazı	64
Şekil 3.2. Deneyde Kullanılan Öğütme cihazı	66
Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan XRD cihazı	67
Şekil 3.3. Kullanılan SEM cihazı görüntüsü	68
Şekil 3.4. Deneylerde kullanılan VSM cihazı	70
Şekil 4.1. Başlangıç tozlarının XRD grafiği	71
Şekil 4.2. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNi alaışımına ait XRD grafikleri	73
Şekil 4.3. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiNb alaışımına ait XRD grafikleri	73
Şekil 4.4. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiCr alaışımına ait XRD grafikleri	74
Şekil 4.5. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiNbCr alaışımına ait XRD grafikleri	74
Şekil 4.6. (a)FeCoNi, (b)FeCoNiNb, (c) FeCoNiCr, (d) FeCoNiNbCr alaşımlarına ait pik konumları	76
Şekil 4.7. FeCoNi alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri	77
Şekil 4.8. FeCoNiNb alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri	78
Şekil 4.9. FeCoNiCr alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri	78
Şekil 4.10. FeCoNiNbCr alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri	80

	Sayfa
Şekil 4.11. FeCoNi alaşımasının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi	80
Şekil 4.12. FeCoNiNb alaşımasının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi	80
Şekil 4.13. FeCoNiCr alaşımasının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi	81
Şekil 4.14. FeCoNiNbCr alaşımasının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi	81
Şekil 4.15. FeCoNi alaşımına ait dislokasyon yoğunluğu grafiği	82
Şekil 4.16. FeCoNiNb alaşımına ait dislokasyon yoğunluğu grafiği	83
Şekil 4.17. FeCoNiCr Alaşımına ait dislokasyon yoğunluğu grafiği	83
Şekil 4.18. Sırasıyla FeCoNiNbCr alaşımlarına ait dislokasyon yoğunlukları	84
Şekil 4.19. Başlangıç tozlarının SEM görüntüleri	86
Şekil 4.20. Nb ve Cr başlangıç tozlarının SEM görüntüleri	87
Şekil 4.21. (1sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri	88
Şekil 4.22. (3sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri	88
Şekil 4.23. (5sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri	89
Şekil 4.24. (10sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri	89
Şekil 4.25. (20 sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri	90
Şekil 4.26. FeCoNi alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği	90
Şekil 4.27. FeCoNi alaşımına ait elementel harita	91
Şekil 4.28. FeCoNi alaşımasının EDS grafiği	92
Şekil 4.29. (1sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri	93
Şekil 4.30. (3 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri	93
Şekil 4.31. (5 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri	94
Şekil 4.32. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri	94
Şekil 4.33. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri	95
Şekil 4.34. FeCoNiNb alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği	95
Şekil 4.35. FeCoNiNb alaşımasının EDS grafiği	96
Şekil 4.36. (1sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri	97
Şekil 4.37. (3sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri	97
Şekil 4.38. (5sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri	98
Şekil 4.39. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri	98
Şekil 4.40. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri	99
Şekil 4.41. FeCoNiCr alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği	99
Şekil 4.42. FeCoNiCr alaşımasının EDS grafiği	100
Şekil 4.43. (1sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri	101
Şekil 4.44. (3sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri	102
Şekil 4.45. (5sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri	102
Şekil 4.46. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri	103
Şekil 4.47. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri	103
Şekil 4.48. FeCoNiNbCr alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği	104
Şekil 4.49. FeCoNiNbCr alaşımasının elementel dağılım haritası	104
Şekil 4.50. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımasının EDS grafiği	105
Şekil 4.51. (a)FeCoNi, (b)FeCoNiNb, (c)FeCoNiCr, (d)FeCoNiCrNb alaşımlarına ait histerisiz eğrileri	107
Şekil 4.52. (10 sa) öğütülmüş (a)FeCoNi (b) FeCoNiNb (c) FeCoNiCr (d) FeCoNiCrNb alaşımlarının 500 Oe alan varlığında ölçülmüş ZFC-FC eğrileri	110
Şekil 4.53. 10 saat öğütülmüş (a)FeCoNi, (b) FeCoNiNb, (c)FeCoNiCr ve (d)FeCoNiCrNb nanokristal örneklerinin sıcaklığa bağlı olarak Ms değerleri	112

KISALTMALAR ve SİMGELER

Kısaltma/Simgesi	Tanım
AC	Alternatif Akım
Å	Angstrom (10^{-10} m)
AFM	Antiferromanyetik
APT	Atom Prob Tomography
B	Yarı Pik Genişliği (Radyan)
BMG	Yığma Camsı Metalikler
Cm	Santimetre
CPA	Tutarlı Potansiyel Yaklaşım
°C	Santigrat
D	Ortalama Kristal Boyutu
DC	Doğru Akım
DFT	Diferansiyel Yoğunluk Teorisi
DLM	Düzensiz Yerel Moment
DR	Dendritik
DSC	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
EBSD	Elektron Geri Saçılım Kırınımı
EDS	Enerji Dağılımlı X ışınları Spektroskopisi
FC	Field-Cooled (Alanlı Soğutma)
FM	Ferromanyetik
GO	Grafen Oksit
ΔG	Gibbs Serbest Enerji Miktarı
Hc	Koersivite
HEMG	Yüksek Entropili Camsı Metalikler
HMK	Hacim Merkezli Kübik
HPS	Hegzagonal Sıkı Paket
HV	Vickers Sertlik Değeri
ΔH	Entalpi Değişim Miktarı
I	Manyetik Akı
ID	İnterdendritik
IM	İnter Metalikler
INCO	Uluslararası Nikel Şirketi
K	Kelvin
MA	Mekanik Alaşımlama
MPMS	Manyetik Özellik Ölçme Sistemi
Mr	Kalıcı Manyetizasyon
Ms	Doyum Manyetizasyonu
N	Bobin Sarım Sayısı
Nm	Nanometre (10^{-9} m)
PBE	Perdew, Burke ve Ernzerho
R	Gaz Sabiti
RPM	Dairesel Hız Birimi (Tur/Dakika)
XRD	X- Işınları Kırınımı
Sa	Saat
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu

Kısaltma/Simgesi	Tanım
SPS	Kıvılcım Plazma Sinterleme
SQUİD	Süperiletken Kuantum Girişim Cihazı
STEM	Taramalı Geçirimli Elektron Mikroskobu
ΔS	Entropi Değişim Miktarı
T_c	Curie Sıcaklığı
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
T_g	Camsı Geçiş Sıcaklığı
T_m	Erime Sıcaklığı
T_{rg}	Düşürülmüş Camsı Geçiş Sıcaklığı
ΔT	Sıcaklık Farkı
VEC	Valans Elektron Yoğunluğu
VSM	Titreşimli Numune Magnetometresi
YEA	Yüksek Entropi Alaşımı
YEBÖ	Yüksek Enerjili Bilyeli Öğütme
YMC	Yığın Metalik Camlar
YMK	Yüzey Merkezli Kübik
ZFC	Zero-Field Cooled (Sıfır Alanlı Soğutma)
ZSD	Zaman Sıcaklık Dönüşüm
ZSDD	Zaman Sıcaklık Dönüşüm Diyagramları
λ	X Işını Dalga Boyu
δ	Atomik Boyut Farkı
μ	Manyetik Geçirgenlik
σ	Dayanım (Mukavemet)

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmelerin hızla devam etmekte olduğu günümüzde, üstün özellik gösteren malzeme ihtiyaçları da her geçen gün artmaktadır. Dolayısıyla üstün özellik gösteren malzeme ihtiyaçlarının giderilmesi amacıyla nano boyutta malzeme sentezleme yöntemleri geliştirilmiştir [1]. Bu yöntemlerden biri olan mekanik alaşımlama (MA) ilk olarak 1966' da Benjamin ve arkadaşları tarafından INCO (İnternational Nickel Company)' da geliştirilmiş ve kullanılmıştır. MA yüksek enerjili öğütücülerde parçacıkların kırılma soğuk kaynaklanma ve tekrar kırılma süreçlerini kapsayan bir katı hal toz proses tekniği olarak tanımlanmaktadır [2,3]. MA yöntemi ile sentezlenen malzemeler, birçok bakımdan diğer sentez yöntemleriyle elde edilen malzemelerden daha üstün özellikler sergilemektedir. MA yöntemi birbiri içerisinde çözünemeyen katı-sıvı veya katı- katı malzemelerin alaşımlanmasının sağlamakla birlikte tamamen homojen yapıda malzeme sentezine de olanak vermektedir [4]. Bunun yanında MA ile normal ergitme yöntemleriyle alaşımlanması zor veya olanaksız elementlerin alaşımlanması yapılabilmektedir. Ayrıca ergime sıcaklığı birbirinden çok farklı olan intermetalikler MA ile elde edilebilmektedir [5,6]. Bütün bunlara ek olarak malzeme biliminde yepyeni bir alan açan yüksek entropi alaşımları (YEA)'da MA yöntemi kullanılarak oldukça saf bir şekilde sentezlenebilmektedir. YEA' ların yüksek dayanım, sertlik, yüksek sıcaklık dayanımı, tokluk, yapı kararlılığı, aşınma ve yüksek korozyon direnci gibi günümüz endüstrisinin ihtiyaç duyduğu malzeme özelliklerine sahip olduğu bilinmektedir. Sahip olduğu bu üstün özellikler sebebiyle de oldukça fazla kullanım alanına sahiptir. Alışlagelmiş alaşım tiplerinde bu üstün özelliklerin birkaçının veya daha fazlasının bir arada bulunma ihtimali ya çok azdır ya da hiç yoktur. Örneğin taşımacılık ve enerji sektörlerini düşündüğümüzde, bu alanlarda yüksek dayanım, yüksek çalışma sıcaklıkları ve düşük yoğunluk talep edilmektedir. Bununla birlikte YEA'lar uygun koşullar sağlandığı takdirde yüksek saflık, homojenlik ve yoğunlukta malzeme sentezine olanak vermektedir. Ayrıca sıradan alaşımlarda mümkün olmayan birden fazla üstün özelliğin bir arada tek bir alaşımda bulunma özelliği nedeniyle YEA' lar ön plana çıkmaktadır. Sahip oldukları bütün bu üstün özellikleri nedeniyle YEA' lar bilim dünyasında bilim insanları tarafından ilgiyle karşılanmakta ve bu alan bilim insanları tarafından 15 yılı aşkın bir süredir çalışılmaktadır. Bu alaşımlarda, final alaşımı iyi kontrol edilebildiği ve öngörülebilir olduğu için bu alaşımlar istenen özellikte sentezlenebilirler. YEA' lar sıradan alaşım türlerinden daha yüksek dayanım, korozyon direnci, sıcaklık dayanımı, tokluk, sertlik, yüksek manyetik özellik ve düşük yoğunluk gibi özellikleri nedeniyle günümüz malzemelerine alternatif olarak sunulmaktadır [7].

Manyetik malzemeler bilim dünyasında, sağlık alanında, endüstride, otomotivde, uzay teknolojisinde ve aklımıza gelebilecek birçok kullanılmaktadır. Manyetik nanoparçacıklar manyetik kayıt cihazlarında, biyoteknolojik ve biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır.

Manyetik nanoparçacıkların nanoboyutta olması ve manyetik alanda kolayca yönlendirilebilmesi sağlık alanında hastalıkların tedavisinde kullanılmalarının temel sebeplerindendir [7]. MA ile yüzde yüze yakın yoğunlukta malzeme sentezinin yapılabilmesi sayesinde, oldukça yüksek kalıcı manyetik özellik gösteren cihazlar üretilebilmektedir. Bu cihazlar sağlık alanında hastalıkların belirlenmesinde ve tedavisinde kullanılmaktadır. Bu nedenle manyetik nanoparçacıklar günümüz teknolojisinde ve bilim dünyasında kullanılan en önemli malzeme grupları arasında yer almaktadır [5].

Bu çalışmada ferro manyetik özelliğe sahip FeCoNi alaşımına Cr ve Nb eklenerek MA yöntemi ile 4 farklı alaşım sentezlenmiştir. FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiNbCr kompozisyonlarına sahip alaşımlar MA yöntemi ile 20 saatte sentezlenmiştir. Sentezlenen her bir alaşımın mikroyapı, morfolojik ve manyetik özellikleri detaylı bir şekilde araştırılmış ve Nb ve Cr eklentilerinin bu özelliklere etkisi incelenmiştir. Sentezlenen alaşımların faz yapıları, morfolojik ve manyetik özellikleri XRD analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM), Enerji dağılımlı X-Işını Spektroskopisi, (EDS, Energy Dispersive X-Ray Spectrometry) ve titreşimli numune magnetometresi (VSM) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir.

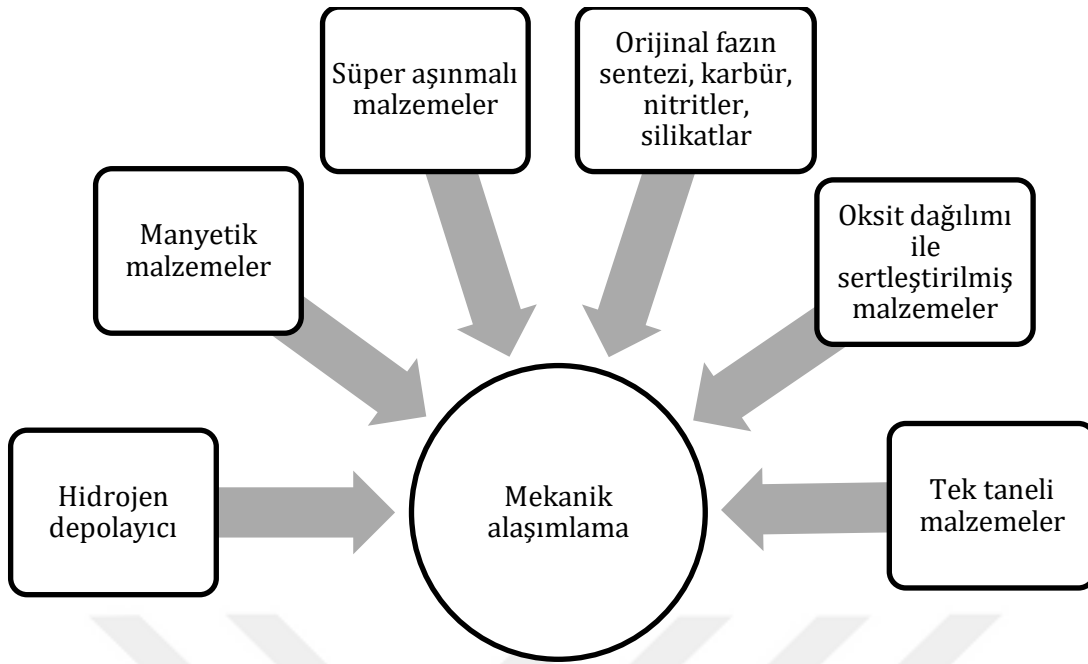
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

2. 1. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama, yüksek enerjili mekanik öğütme değirmenlerinde parçacıkların soğuk kaynaklanma kırılma ve tekrar kaynaklanma süreçlerinin birbirini takip etmesiyle üretim süreçlerini kapsayan bir katı hal toz proses tekniği olarak tanımlanmaktadır [6]. Bu yöntem ile iki ya da daha fazla toz karışımını alaşımlayarak, oldukça yüksek saflıkta yeni toz alaşımları üretilmektedir. Alaşım tozları yüksek homojen yapıdadır ve alaşım tozlarında sonuç iyi bir şekilde kontrol edilebilir. MA ilk olarak John Benjamin ve arkadaşları tarafından Uluslararası Nikel Araştırma Şirketi Laboratuvarında (İNCO) gaz türbin uygulamalarının ihtiyaç duyduğu nikel temelli süper alaşım elde etmek için geliştirilmiş ve kullanılmıştır. Yüksek enerjili bir bilye öğütücüsünün içerisinde, bilyelerin darbelerinin etkisiyle öğütülen, aralıksız, düzleştirilen, soğuk kaynak yapılan ve tekrar kırılan bir katı hal toz proses tekniği olarak da tanımlanmaktadır [8]. Bu üretim yöntemi sayesinde, geleneksel yöntemler ile üretimi zor veya olanaksız olan alaşımlar, bir arada sıvı ya da katı halde çözünmeyen malzemeler üretilmektedir [5]. Ek olarak yüzde yüz yakın yoğunlukta malzeme sentezine olanak sağlamaktadır. Ayrıca bu yöntem nano yapıda malzeme sentezine izin vermekle birlikte kolay kontrol edilebilir işlem parametreleri sayesinde alaşımlar istenen nitelikte sentezlenebilmektedir. Bu da MA'nın diğer sentezleme yöntemlerinden daha fazla ön planda olmasını sağlayan sebeplerden biridir.

2.1.1. Uygulama Alanları

MA'nın diğer üretim yöntemlerine kıyasla daha üstün olması bu yöntemin birbirinden farklı özelliklere sahip çeşitli malzemelerin sentezlenmesi için kullanılmasını sağlamaktadır. MA yönteminde, kullanılan başlangıç tozlarından en az birinin veya ikisinin sünek seçilmesi dışında; kısıtlayıcı bir durum söze konusu olmamaktadır. Bu yöntemin kısıtlayıcılığının düşük olması envai çeşit kompozisyona sahip malzemeler sentezlenebilmektedir. Şekil 2.1 MA yöntemi ile sentezlenen malzeme gruplarını göstermektedir. Şekil incelendiğinde; hidrojen depolayıcı, süper aşınmalı, manyetik, oksit dağılımı ile sertleştirilmiş (ODS) ve tek taneli malzemelerin ve nitritler, karbürler ve silikatların sentezlenmesinde MA'nın kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca bu yöntem kullanılarak kompozit, amorf, kristal, nanokristal yapıları malzemeler ve YEA, intermetalik ve diğer birçok malzeme sentezlenebilmektedir [5].



Şekil 2.1. Mekanik alaşımlamanın uygulama alanları [5].

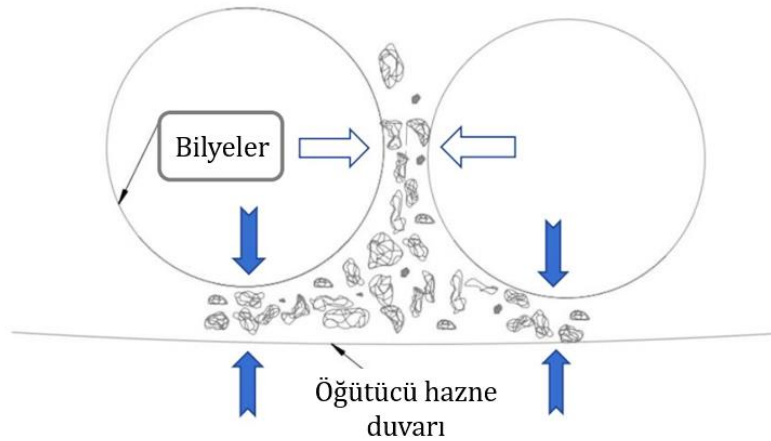
2.1.2. Mekanik Alaşımlamanın Genel Özellikleri

MA, oksit fazların üretilmesine, katı çözünürlük alanlarının arttırılmasına, nano boyutların altında tane boyutu sentezine, yarı-kararlı kristal yapıların üretilmesine, düzenli intermetaliklerin düzensiz hale getirilmesine, üretilmesi zor olan alaşımların sentezlenmesine ve amorf fazların iyileştirilmesine olanak vermektedir [6].

2.1.3. Mekanik Alaşımlama Mekanizması

MA yönteminde ticari olarak 1-200 mikron büyüklüklerinde tozlar kullanılmaktadır. Partikül büyüklüğü MA işleminde kullanılan öğütücü bilyelerin boyutundan küçük olmalıdır ve bunun dışında partikül büyüklüklerinin bir öneminin olmadığı bilinmektedir. MA yönteminde diğer bilyeli yöntemlerden farklı olarak, farklı mekanik özelliklerde tozlar kullanıldığında parçacık kırılması sürekli olmakta ve işlem süreci boyunca soğuk kaynaklanma, kırılma, kaynaklanma prosesleri sayesinde tozlar alaşımlanır. MA'nın bu farkı diğer yöntemlere kıyasla daha fazla tercih edilmesini sağlamaktadır. Toz parçacıklarının sürekli kırılması ve soğuk kaynaklanması, alaşımların oldukça yüksek saflıkta sentezlenmesini sağlamakla birlikte sentezlenen alaşım tozları ile yüzde-yüze yakın yoğunlukta malzeme sentezine de olanak vermektedir [9]. Şekil 2.2'de gösterildiği gibi toz partiküller bilye-bilye, bilye-hazne duvarı arasında kalarak kırılmakta ve soğuk kaynaklanmaktadır. MA yönteminde kullanılacak tozlardan birinin sünek olması, ideal başlangıç kombinasyonu olarak kabul edilmektedir [10]. Bunun temel sebebi, sünek

partiküllerin bilye darbeleri ile yassılaşması ve bu sayede kırılarak boyutu küçülen gevrek partikülleri yüzeyine hapsederek soğuk kaynaklanmayı sağlamasıdır. Yani yüksek saflıkta alaşım tozlarının sentezlenebilmesi için soğuk kaynaklanmanın gerçekleşmesi gerekmektedir. MA' da başlangıç tozları sünek-sünek, sünek-gevrek ve gevrek-gevrek kombinasyonları kullanılmaktadır. Ancak bu kombinasyonlardan gevrek-gevrek birleşimi başarılı bir alaşımlamanın olmadığı bir birleşimdir. Bu nedenle bu birleşim diğerlerine nazaran daha az kullanılmaktadır [9]. MA yönteminde toz parçacıklarında, boyut değişimi, kaynaklanma ve plastik deformasyon meydana gelmektedir. Toz parçacıkların öğütülmesinin ilk safhasında sünek partiküller yassılaşırken gevrek partiküller parçalanırlar ve yassılaşan sünek partiküller tarafından engellenirler. Yani gevrek partiküller sünek partiküllerin içine gömülerek soğuk kaynaklanırlar. Ancak bu safhada henüz bütün parçacıklar soğuk kaynaklanmamıştır, başlangıç saflığında varlığını sürdürmektedir [8]. MA süreci devam ettikçe bir süre parçacık boyutu hızla artmaktadır. Bunun temel sebebi toz partiküllerinin yumuşak olması (sünek-gevrek veya sünek-sünek kombinasyonları kullanılıyorsa) ve dolayısıyla soğuk kaynaklanma isteğinin fazla olmasıdır. Bu aşamada parçacık boyutu başlangıç boyutunun üç katına kadar ulaşabilir. Parçacık boyutunun aşırı büyümesi istenen bir durum değildir. Bu nedenle bu durum işlem kontrol elemanları (PCA- process Control Agent) kullanılarak engellenir [11].



Şekil 2.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması [6].

2.1.4. Mekanik Alaşımlama İşlem Parametreleri

MA işleminde kullanılan birçok farklı parametre ve araç-gereç bulunmaktadır. Bu parametreler; işlemde kullanılan tozun maddesi, öğütücü tipi, öğütücü hazne, öğütme hızı, öğütme zamanı, öğütücü kollar, öğütücü bilyeler, toz/bilye oranı, kabın doluluk oranı, değirmenin sıcaklığı ve değirmenin atmosferi gibi parametrelerdir. MA ile sentezlenen alaşım tozları işlemde

kullanılan parametrelerden etkilenmektedir. Örneğin farklı tip değirmenlerde aynı başlangıç tozlarıyla farklı sürelerde farklı özelliklere sahip alaşımlar elde edilmektedir [5].

2.1.4.1. MA İşleminde Kullanılan Hammaddeler

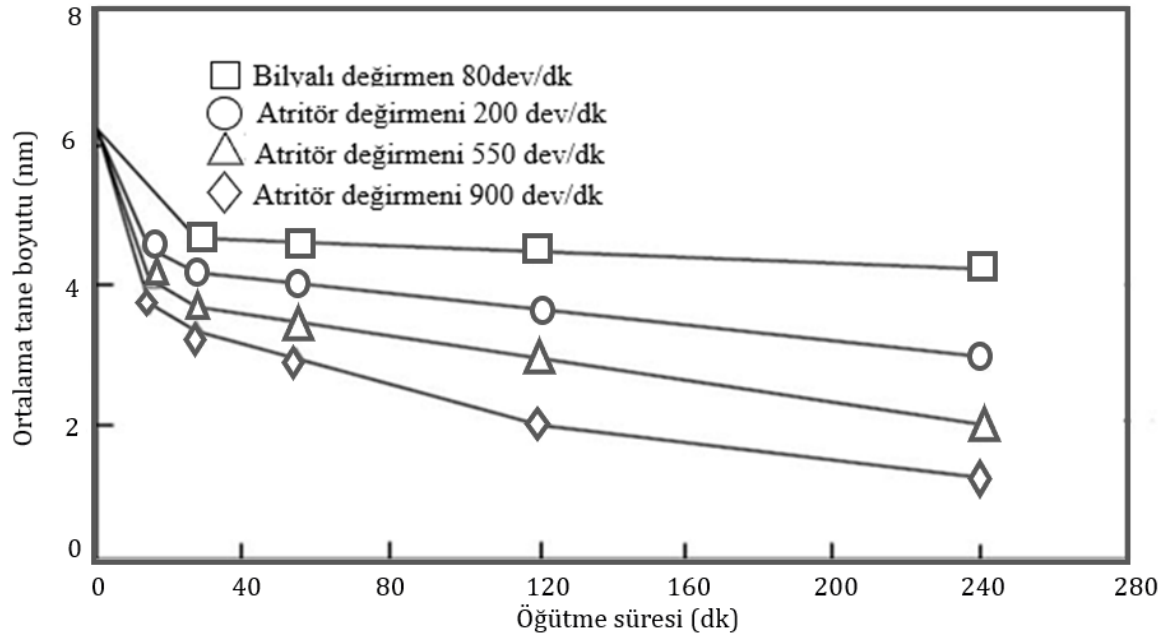
MA işleminde kullanılan tozlar ticari olarak 1-200 µm boyutlarında ve oldukça saf elementel tozlardır. Parçacık boyutunun çeşitli boyutlarda olmasının, işlemde kullanılan bilye boyutlarından küçük seçilmesinin dışında bir önemi yoktur. Çünkü yüksek enerjili bilyeli değirmenler işlemde kullanılan başlangıç tozlarını dakikalar içinde birkaç mikron boyutuna düşürmektedir. Fakat başlangıç tozlarının sünek-gevrek, sünek-sünek veya gevrek-gevrek kombinasyonlarından hangisinde kullanılacağı önem arz etmektedir. MA yönteminde alaşımlamanın meydana gelebilmesi için başlangıç tozlarından birinin hacimce en az %15 sünek olması gerekmektedir [6].

2.1.4.2. Öğütücü Değirmen Tipi

MA yönteminde kullanılan değirmen tipi başlangıç tozlarının miktarına, niceleşine, elde edilmek istenen sonuç alaşımlarına, işlem hızına, işlem sıcaklığına, sonuç tozlarının boyutuna göre seçilir. Çünkü bu parametrelerin tamamı kullanılacak olan değirmen tipinden aşırı derecede etkilenecektir. Bu nedenle değirmen tipinin özenle seçilmesi önem arz etmektedir. MA için kullanılan birçok bilyeli değirmen mevcuttur. Bunların en çok kullanılanları, titreşim bilyeli değirmen (Spex), gezegensel tip (Planeter) ve atritör değirmenleridir [5].

SPEX tipi değirmenler tek seferde 10-20 gr kadar toz üretebilen laboratuvar tip değirmenlerdir. Bu tip değirmenler 8 şeklinde ve 1200dev/dak gibi yüksek bir hızla çalışırlar. Bu tip değirmenler alaşım miktarını arttırmak için çift hazneli olarak üretilmişlerdir. Yüksek enerjili olan bu değirmenlerin hazneleri için çeşitli malzemeler kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları, alüminyum oksit, sertleştirilmiş çelik, tungsten karbür, silis nitridi ve hamatit gibi malzemelerdir [5].

Bu tip değirmenler hareket şekillerinden dolayı gezegensel (Planeter) öğütücüler olarak da bilinmektedir. Bu değirmen kendine özgü bir mekanizma sayesinde destek diski ve öğütücü haznenin dönüş yönlerinin birbirine ters hareket etmesine olanak vermektedir. Bu sayede bilyelerin üzerindeki merkezkaç kuvvetleri birbirine zıt bir şekilde olmaktadır. Böylece bilyeler öğütücü haznenin duvarlarına sürtmekte ve hazne duvarı ile bilyeler arasında kalan tozların darbe alması sağlanmaktadır. Temel olarak merkezkaç kuvvetinin etkisiyle hız kazanan bilyeler karşı duvara çarparak duvar ile bilye arasında kalan tozların kırılması sağlanır [6].



Şekil 2.3. Farklı değirmenlerde zamana bağlı ortalama tane boyutu grafiği [5].

Bu tip değirmenler yarıısı bilyelerle dolu ve içinde dönen bir mile bağlı kollar bulunan bir hazneye sahiptir. Dönel mil hareketini motordan alır ve dönme hareketi esnasında mile bağlı bulunan karıştırıcı kollar bilyelere çarparak onlara hareket enerjisi verir. Bu hareket enerjisiyle birlikte bilyeler yerçekim kuvvetini yenerek havalanırlar ve hem birbirlerine hem de duvarlara çarparak tozların öğütülmesini sağlarlar [12]. Atritör tip değirmenlerde, çarpışmalar rastgele meydana gelmekte ve böylece kısa sürede parçacık boyutları küçülmektedir. Bu değirmenler, diğer değirmen tiplerine kıyasla daha az enerji harcarlar. Diğer değirmen tiplerinde haznenin hareketi için de enerji harcanırken bu değirmenlerde enerji sadece öğütücü kolların üzerinde bulunduğu milin dönmesine harcanmaktadır [5]. Laboratuvar atritör değirmenlerinde tek seferde 0,5-40 kg arasında alıştırım tozları üretilmektedir. Bununla birlikte bilyeli değirmenlerin endüstri tiplerinde tek seferde üretilen toz miktarları 1200 kg kadar olabilmektedir. Dolayısıyla artan toz miktarına paralel olarak öğütme süresi de artarak günler sürebilmektedir. Öğütme süresi arttıkça tane boyutu sürekli düşmeye devam eder [6]. Şekil 2.3'te çeşitli değirmen tiplerinde tane boyutunun zamanla ilgili grafiği yer almaktadır. Grafikten de anlaşılacağı üzere atritör tip değirmenlerde devir arttırıldıkça aynı süre zarfında tane boyutu daha da küçülmektedir.

2.1.4.3. Öğütücü Hazne

Öğütücü hazne içerisinde meydana gelen bilye duvar çarpışmaları nedeniyle öğütücü hazneden malzeme kopabilmektedir. Kopan malzemeler aşım tozlarını kirletir ve sentezlenen aşım tozunun saf olmasını engeller. Bunun önüne geçebilmek için toz malzemesiyle aynı malzemeden yapılmış bir hazne kullanılır. Bu sayede kopan malzemeler de öğütülerek başlangıç tozlarıyla aşım lanmakta ve istenilen kompozisyonda aşım tozları sentezlenmektedir [6].

2.1.4.4. Öğütme Hızı

Öğütme hızı doğrudan bilyelere aktarılan enerjiyi ve dolayısıyla da bilyelerin hızını etkilemektedir. Bilye hızlarının artması belli bir seviyeye kadar istenmektedir ancak kritik hıza ulaşan bilyeler istenen çarpışma miktarını azaltabilmektedir. Dolayısıyla kritik hızın biraz altında bir hızla aşım lama işlemi yapılmaktadır. Ek olarak bilye hızının aşırı artması sürtünmeyi ve çarpışma enerjisini artırır bu yüzden sıcaklık da artar. Sıcaklık artışı tozu kirletebilmekte ve istenen sonuç kompozisyonuna ulaşmayı engelleyebilmektedir [6].

2.1.4.5. Öğütme Zamanı

Öğütme zamanı, istenen kompozisyonda toz üretimi için önem teşkil etmektedir. Çünkü toz partiküllerin soğuk kaynaklanması, kırılması ve tekrar kaynaklanması süreçlerinin birbirini takip etmesi için doğru bir zaman seçilmelidir. Bununla birlikte öğütme zamanı da kullanılan toz çeşidine, miktarına ve kullanılan değirmen tipine göre çeşitlilik göstermektedir. Öğütme zamanının doğru seçilmesi hedeflenen özellikte aşım tozlarının elde edilmesi için önemli bir husustur. Ayrıca tozun fazla öğütülmesi kirliliğe sebep olabilmektedir [6].

2.1.4.6. MA İşleminde Kullanılan Bilyeler

Bilyeler sürekli birbirleriyle ve öğütme haznesinin duvarlarıyla çarpışma halinde olduğu için hem hazne duvarından hemde kendilerinden malzeme kopmaktadır. Kopan bu malzemeler tozların kirlenmesine sebep olmaktadır. Tozların kirlenmesi işlem öncesinde kullanılacak bilyelere aşım tozları kaplanarak önlenmektedir. Ayrıca bilyelerin aşım tozlarıyla kaplanması bilyelerin daha az zarar görmesi anlamına gelmektedir [6]. Sertleştirilmiş çelik, rulman çeliği, paslanmaz çelik bilye malzemesi olarak kullanılan malzemelerden bazılarıdır. Toz kirlenmesinin minimum düzeyde olması için hazne malzemesi ve öğütme elemanları toz malzemeleriyle aynı olmalıdır [5]. Öğütme veriminin yüksek olması için bilyelerin boyutunun ve

ağırlığının uygun seçilmesi gerekmektedir. Bilyelerin yoğun olması darbe enerjisini artırır ve alaşımlama süresini önemli ölçüde etkiler [6].

2.1.4.7. Bilye- Toz Oranı

Bilye-toz oranı, öğütme süresini önemli ölçüde etkilemekle birlikte işlem sıcaklığını da büyük oranda etkilemektedir. Bilye-toz oranı küçük olduğunda muhtemel çarpışma sayısı az olacağından öğütme süresi artabilmektedir. Aynı şekilde bilye toz oranının aşırı yüksek olması, hazne hacmini azaltacağından bilyelerin çarpışma hızlarını azaltır, dolayısıyla öğütme süresi yine artacaktır [6]. Bilye-toz oranının hazne hacmi de dikkate alınarak, ideal çarpışma sayıları ve ideal çarpışma hızları elde edilebilecek şekilde seçilmelidir. Spex tipi küçük kapasiteli bir değirmende bilye-toz oranı genel olarak en fazla 10:1 seçilmektedir. Fakat büyük kapasiteli atritör değirmenlerde bilye-toz oranı 50:1 veya daha yüksek seçilmektedir [12].

2.1.4.8. Öğütme Atmosferi

Değirmen atmosferinde yer alan çeşitli gazlar alaşım tozlarıyla tepkimeye girerek alaşım tozlarının istenen nitelikte üretilmesini engellemektedir. Bu durumun önüne geçmek için öğütücü hazne argon atmosferi altında hazırlanmakta ve hava almayacak bir şekilde sıkıca kapatıldıktan sonra öğütücü değirmene yerleştirilmektedir. Değirmen atmosferi genellikle yüksek saflıkta argon içermektedir. Ar kararlı yapıda bir soygaz olduğu için tepkime eğiliminde değildir. Bu sebeple Ar tercih edilmektedir. Bazı durumlarda farklı atmosfer gazları tercih edilebilmektedir. Bu durumlarda alaşım tozlarıyla etkileşmesini istediğimiz durumlardır. Örneğin, çalışmalarda nitrürleri oluşturmak için azot veya hidrit oluşturmak için hidrojen atmosferi kullanılmıştır [9]. Bazı durumlarda ise ıslak öğütme tercih edilebilmektedir. İnce taneli tozlar elde edilmek isteniyorsa, ıslak öğütmenin kuru öğütmeden daha başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Fakat ıslak öğütme esnasında alaşım tozlarının daha fazla kirlendiği belirtilmiştir. Bu sebeple Ar gazı atmosferinde kuru öğütme daha çok tercih edilmektedir [6].

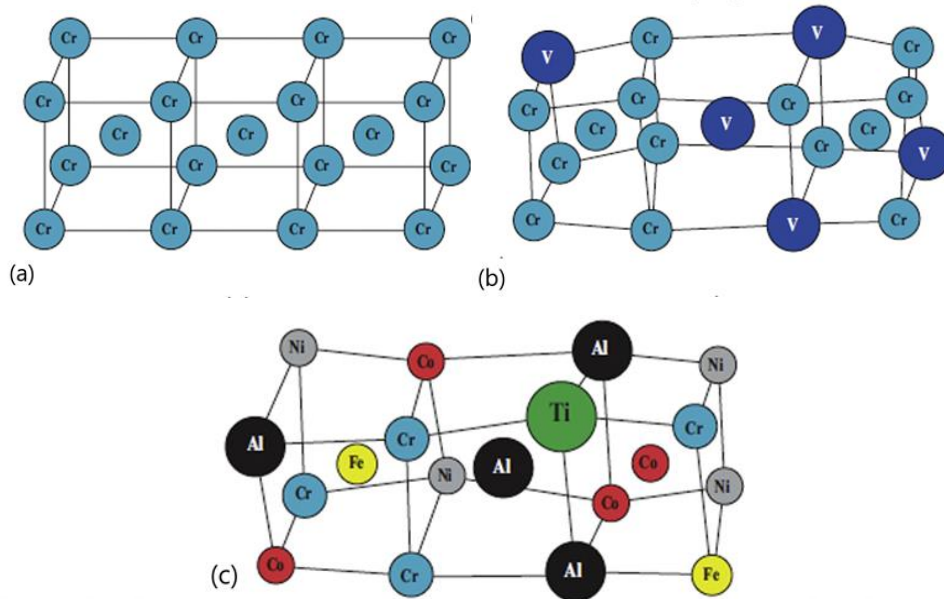
2.1.4.9. Sıcaklık

Sıcaklık MA yöntemi için önem arz eden bir başka parametredir. Doğru alaşımlama için uygun sıcaklık kombinasyonu gerekmektedir. Bununla birlikte uygun sıcaklık, MA işlemi esnasında ara faz oluşumunu ve amorf yapı oluşumunu desteklemektedir. MA işleminde sıcaklık artışı bilyelerin çarpışması ve sürtünmesiyle meydana gelmektedir. Öğütme hızı ve bilye-toz oranı meydana gelecek çarpışma hızlarını etkileyerek sıcaklık artışına sebep olmaktadır [5].

2.2. Yüksek Entropi Alaşımları

YEA'lar mikroyapıları, oldukça dikkat çekici işlevsel özellikleri ve benzersiz birleşimleriyle özellikle son yıllarda ilgi çekici hale gelmiştir. Geçmişte YEA' larla ilgili araştırmalar yapılmış olmasına rağmen 2004 yılında yapılan çalışmalarla bilim dünyasında ilgi odağı olmuşlardır. Bu çalışmalar sayesinde YEA ve multi ana bileşenli alaşımlar bilim dünyasında yerini almaya başladılar. Bilim dünyasındaki bu yeni terimler bilim insanları tarafından ilgiyle karşılanarak bu alanda yeni çalışmalar yürütülmesine olanak sağlamıştır [13-14].

YEA'lar alışlagelmiş diğer alaşımlardan farklı olmakla birlikte ayrıca onlardan çok daha üstün özelliklere sahiptirler. Geleneksel alaşımlar ana elementin yanına onun özelliklerinde iyileştirmeler yapmak amacıyla oran olarak temel elementten çok daha az miktarda yardımcı elementler kullanılarak oluşturulmaktadır. YEA ise en az 4 veya 5 elementin her birinin yaklaşık eşit miktarda kullanılarak oluşturulmaktadır [15]. Şekil 2.4' te YEA' nın kafes yapısı (en altta) ve normal alaşımın kafes yapısı üstte gösterilmiştir. Şekilden görüldüğü üzere normal alaşımda esas element yüzde olarak yardımcı alaşım elementinden oldukça azdır. Buna nazaran YEA' da element sayısı 4 ten fazla ve YEA' yı oluşturan her bir element miktar olarak birbirine yakın olmaktadır. YEA'yı ilgi çekici kılan; yüksek entropi etkisi, latis distorsiyonu (bozukluk), yavaş difüzyon etkisi ve yavaş karışım etkisi gibi özelliklere sahip olmasıdır. Birbirinden farklı boyutlardaki atomların bir araya gelerek YEA'ları oluşturmaları sebebiyle kafes içerisinde distorsiyon (şekil bozukluğu) meydana gelmektedir. Meydana gelen bu bozukluklar mukavemet değerlerinde ciddi anlamda artışa sebep olmaktadır [16]. YEA' daki yavaş difüzyon etkisi, alaşımların yüksek sıcaklıklarda bile kararlılığını korumasını sağlamaktadır. YEA' ların çalışma sıcaklıklarının, mukavemet değerlerinin, tokluk ve korozyon direncinin yüksek olması ve istenen koşullarda kullanılabilmesi ciddi anlamda avantaj sağlamaktadır [14]. YEA' nın kullanım alanlarından bazıları Tablo 2.1' de verilmiştir. Tablo incelediğinde YEA' nın kullanım alanlarının oldukça fazla ve bu alanların gerektirdiği çeşitli özelliklere de sahip olduğu görülmektedir. Üstün özelliklere sahip olan bu alaşımlar günümüz teknolojisinin ihtiyaç duyduğu nitelikte malzemelerin sentezlenmesine olanak tanımaktadır [16]. Günümüz malzeme ihtiyaçlarına cevap veren YEA, MA, ark ergitme ve lazer kaplama ve püskürtme, atomik katman biriktirme gibi yöntemlerle sentezlenebilmektedir.



Şekil 2.4. (a) Normal kafes yapısı, (b) İkili alaşımlarda kafes yapısı, (c) Yüksek entropi alaşımlarında kafes yapısının gösterimi [16].

Tablo 2.1. Yüksek entropi alaşımlarının kullanım alanları ve kullanım özellikleri [16].

Kullanım Alanları	Kullanım Özellikleri
Takım Malzemeleri	Yüksek sıcaklıklarda, mukavemet, tokluk, aşınma, darbe ve korozyon dirençleri
Süper İletkenler	Daha yüksek kritik sıcaklık değerleri
Elektrik ve Manyetik Malzemeler	Sabit termal öz direnç katsayısı, daha geniş sıcaklık aralıklarında sabit manyetizma
Hafif Taşıt Malzemeleri	Tokluk, yorulma ve sürünme dayanımı
Deniz Ortamında Kullanılan Malzemeler	Yüksek korozyon ve aşınma dirençleri
Yangına Karşı Dayanıklı Malzemeler	Yüksek sıcaklık dayanımı

2.2.1. Yüksek Entropi Alaşımların Kompozisyonu

Hume-Rothery'nin kristal yapısı, atomik boyut farkı, valans ve elektronegatiflik gibi kuralları kullanılarak çözen ve çözünenin birbiri içerisinde çözünebilirlikleri belirlenmektedir. Bu faktörler karışım elementlerinin entalpisinin eksi (intermetaliklerin oluşumlarını destekler), pozitif (yığılma veya ayrışmayı destekler) ve sifıra yakın olması (düzensiz katı eriyiklerin oluşmasını sağlar) gibi özellikleri etkilemektedir. Karışım entalpisi (H) ve karışım entropisi (S) değerleri arasındaki fark karşılıklı çözünürlüğe etki etmektedir [7]. Yeh ve arkadaşları basit ikili alaşımlarda alaşım elementlerinin eşite yakın oranda birleştirildiğinde maksimum entropi değerinin elde edildiğini gözlemlemiş ve bu bilgiden yola çıkarak element sayısının artmasıyla S değerinin artacağını düşünmüş ve bu alaşımlara "Yüksek Entropi Alaşımları" adını vermişlerdir. Yüksek entropinin basit yapıli fazların oluşumunu, kafes gerinimini, çözünürlük artışını önemli ölçüde etkilediği Yeh ve arkadaşları tarafından vurgulanmıştır [17,18].

Bir termodinamik sistemde Gibbs serbest enerjisi (G) izobarik ve izotermal koşullar altında minimize olmaya yönelmektedir. Bu yönelim sistemi denge haline getirme eğilimi olarak bilinir ve G değeri minimum olduğunda denge koşulları sağlanır. Bir sistemin serbest enerjisi termodinamik olarak Denklem 2.1'deki gibidir.

$$G = H - TS \quad (2.1)$$

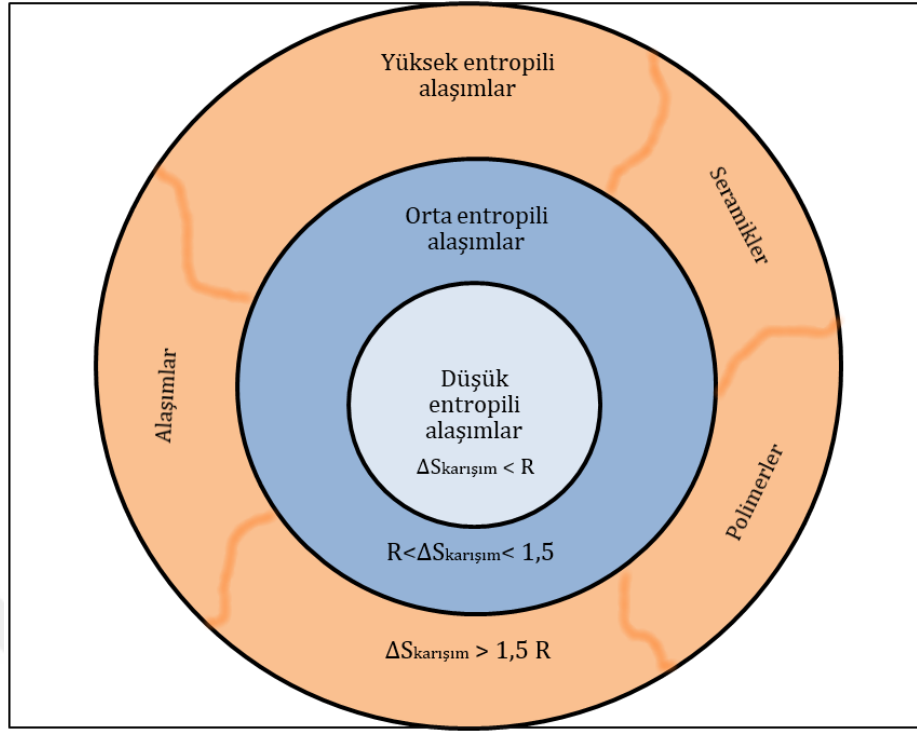
Bu denklemde "H" entalpi "S" entropi, "G" serbest enerji ve "T" sıcaklık değerini göstermektedir. Bu denklem eşitliğinden karışım entalpisi ve karışım entropisinin denge durumunu doğrudan etkilediği açıkça görülmektedir. 2 nolu denklem eşitliği elementel karışımlarda Denklem 2.2 'teki gibi olmaktadır [7].

$$\Delta G_{karışım} = \Delta H_{karışım} - T\Delta S_{karışım} \quad (2.2)$$

Boltzman hipotezine göre eşit atomik yapıdaki bir sonuç alaşımının entropisi Denklem 2.3' teki gibi ifade edilmektedir.

$$\Delta S_{karışım} = R \ln(n) \quad (2.3)$$

Denklemde yer alan "R" gaz sabiti olup 8,31 J/K mol sabit değerine tekabül etmektedir. 5 element ve 8 element içeren YEA' ların karışım entropilerinin değeri denklem 4 kullanılarak sırasıyla 1,61 R ve 2,08 R olarak hesaplanmıştır. Yeh ve arkadaşları tarafından YEA için en az beş elementin eşit veya eşite yakın bir oranda bir araya getirilmesi önerilmiştir. Çünkü basit katı eriyik fazların oluşması için karışım entropisinin karışım entalpisini dengelediği en düşük element sayısı 5 olarak bulunmuştur. Karışımın entropi değeri YEA için 13 elemente kadar artmaktadır. Ancak sonrasında artış miktarının çok düşük bir değerde olduğu görülmüş ve doğrusal olarak kabul edilmiştir. Çünkü 13 elementten sonraki element eklemelerinin karışım entropisine katkısı yok denecek kadar azdır. Yukarıdaki tanımlamalara ve koşullara göre alaşımlar kendi aralarında üç gruba ayrılır [7]. Bu gruplar düşük entropili (bir veya iki temel elementli), orta entropili alaşımlar (ikiden dörde kadar temel elementli) ve yüksek entropili alaşımlar (beş veya daha fazla ana elementli alaşımlar) olarak sıralanabilir. Şekil 2.5' te entropi değerine ($\Delta S_{karışım}$) göre alaşımların sınıflandırılması ve malzeme gruplarının entropi değerlerine göre grafiği verilmiştir.



Şekil 2.5. Entropi değerine ($\Delta S_{karışım}$) göre alaşımların sınıflandırılması ve malzeme gruplarının entropi değerlerine göre grafiği [7].

2.2.2. Çekirdek Etkileri

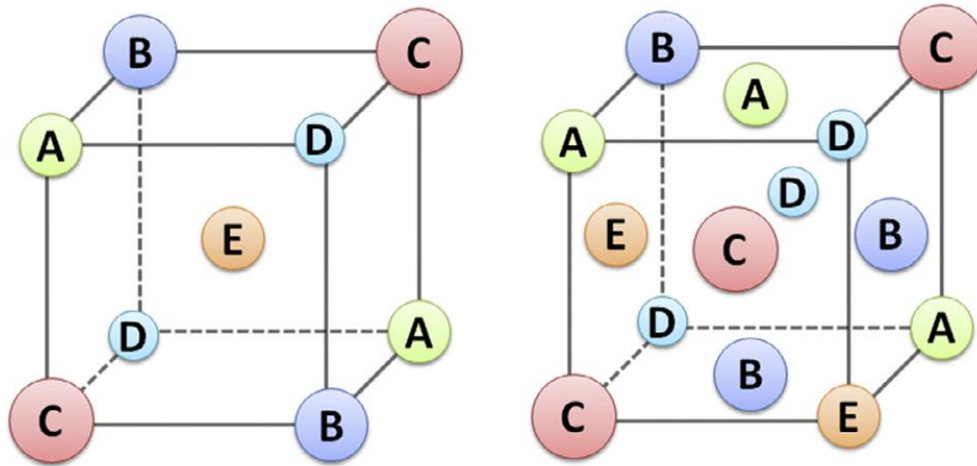
Yapılan çalışmalara göre YEA' nın çekirdek etkileri; yüksek entropi, kafes distorsiyonu, yavaş difüzyon etkisi ve kokteyl etkileri olarak sıralanabilir. Yüksek entropi etkisi basit yapılyı ymk ve ymk fazlarının oluşmasını sağlamaktayken, kafes distorsiyonu mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerin gelişmesini sağlamaktadır. Öte yandan amorf ve nanokristalit yapıların oluşması yavaş difüzyon etkisi sayesinde gerçekleşirken, kokteyl etkisi elementlerin etkileşimini sağlamakta ve kompozit oluşumunu desteklemektedir [19].

2.2.2.1. Yüksek Entropi Etkisi

Geleneksel olarak çoklu element içerikli alaşımların, karmaşık yapılar üretmesi beklenirken yapılan ilk çalışmalar eşit atomik yapılyı çoklu element içerikli YEA' ların meydana gelen yüksek entropiden dolayı karmaşık yapılar yerine basit yapılyı ymk ve ymk veya ymk-ymk içerikli fazların meydana geldiğini göstermiştir. Yapılan ilk çalışmalar ayrıca geleneksel alaşımlarda oluşması beklenmeyen basit fazların ve yapıların oluşmasını sağlayan entropi değerinin maksimum değerine ulaştığını göstermiştir [19].

2.2.2.2. Latis Distorsiyonu

Alaşıma oluşturan atomların boyutları arasındaki önemli farklılıklar latis distorsiyonuna neden olmaktadır. Latis distorsiyonu nedeniyle katı çözeltiler güçlenmektedir. Farklı bağ enerjisi ve kristal yapıların yanı sıra atom sınırları boyunca simetrik olmayan latis distorsiyonlarının oluşmasını sağlamaktadır [19]. Şekil 2.6 dislokasyona uğramamış (soldaki) ve yüksek dislokasyon yoğunluğuna sahip 2 farklı alaşıma örgü yapılarını göstermektedir. Şekil incelendiğinde birbirinden farklı atom yarıçaplarına sahip farklı elementlerin oluşturduğu alaşıma yüksek dislokasyon yoğunluğuna sahip olduğu görülmektedir. Öğütme esnasında yüksek mekanik enerjiye maruz kalan tozlar, plastik deformasyona uğramakta ve büyük ve küçük atom yarıçaplarına sahip elementler birbiri içerisinde çözünmektedir. Bunun sonucunda yüksek dislokasyon yoğunluğu ve latis bozuklukları oluşmaktadır [20].



Şekil 2.6. Beş temel elementli (a) hmk, (b) ymk yapıli kafesler [19].

Latis distorsiyonu, karakterizasyon yöntemlerinden XRD kullanılarak elde edilen piklerin yoğunluğundan yararlanılarak ortaya çıkarılmaktadır. TEM gibi daha yüksek çözünürlüklü teknikler kullanılarak distorsiyon etkisi tam olarak doğru bir şekilde ortaya çıkarılmaktadır. Ayrıca distorsiyon etkisi, alaşıma içerdiği elementlerin türüne ve sayısına ek olarak içerik elementlerinin molar değerine göre değişiklik gösterebilmektedir [19].

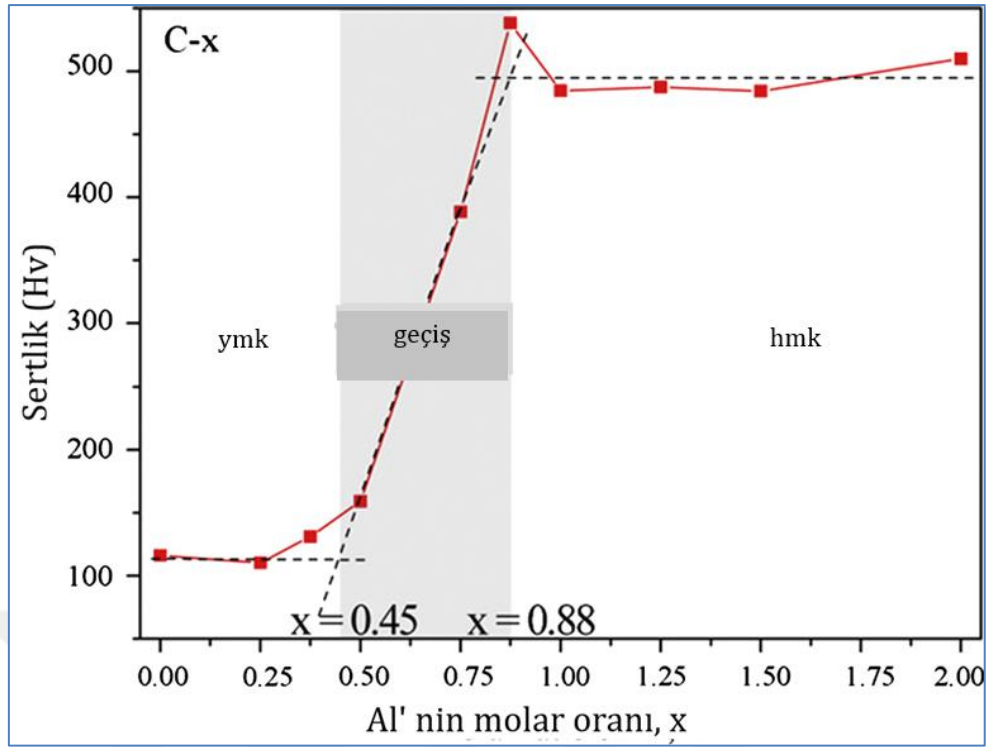
2.2.2.3. Yavaş Difüzyon Etkisi

YEA'ların difüzyon mekanizmasının geleneksel alaşımlara göre çok daha yavaş işlediği bilinmektedir. Geleneksel alaşımlarla karşılaştırıldığında en az beş ana element içerdiğinden ve ayrıca kafes distorsiyonundan ötürü difüzyon iletim boşlukları YEA'larda daha azdır. Bu nedenle difüzyon iletim oranları daha düşük ve atom difüzyon hızı da buna paralel olarak daha yavaş

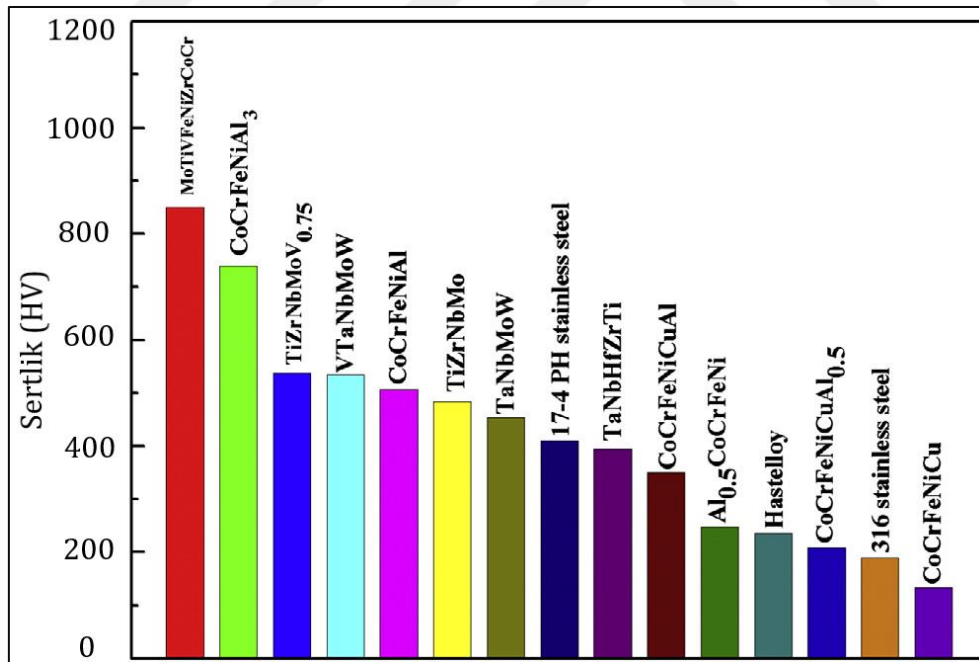
olmaktadır [19]. Yeh ve arkadaşları YEA' larda boşluk oluşumu ve difüzyon üzerine çalışmalar yürütmüş ve elde ettiği sonuçları saf elementlerin ve paslanmaz çeliğin difüzyon katsayıları ile karşılaştırmışlardır. Bu karşılaştırma sonucunda difüzyon katsayıları YEA <paslanmaz çelikler < saf elementler olarak bulunmuştur. Bu da YEA' ların tane büyümesini ve difüzyon miktarını düşürdüğünü ve sonuç olarak basit yapılı fazların oluşumuna katkı sağladığını göstermektedir. Yavaş difüzyon etkisi genellikle tek fazlı basit yapıların oluşmasına olanak vermekte ve böylece yüksek saflıkta ve beklenen özellikte malzeme sentezine de katkı sağlamaktadır [7]. Bunlara ek olarak yavaş difüzyon etkisi, yeni fazların meydana gelmesi için faz dönüşüm kontrolü çeşitli avantajlar sağlamakla birlikte, yüksek sıcaklık uygulamalarında YEA' ların özelliklerini geliştirebilen, tane büyümesi sürecinde yüksek aktivasyon enerjisi ve düşük kalıcı kinetik enerjisi sağlamaktadır [19].

2.2.2.4. Kokteyl Etkisi

Karışım etkisi; geleneksel alaşımlarda tek bir temel elemente dayalı olarak elde edilemeyen malzeme özelliklerinin en az beş elementin kullanıldığı bir YEA' daki elementlerin birbirleriyle karşılıklı olarak etkileşime girmesiyle elde edilebilmesi olarak tanımlanabilir. Bu özellikler partiküllerin boyutunu, morfolojisini, tane büyüklüğü dağılımını, faz sınırlarını ve her bir elementin özelliklerini içermektedir. Örneğin, FeCoCrCuAl_x alaşımındaki Al miktarı arttığında ve nihayetinde maksimum değerini aldığı başlangıçta ymk faz yapısında bulunan bu alaşım faz dönüşümüne uğrayarak ymk yapılı bir alaşım haline gelmektedir. Bu dönüşümde sertliğin artmasının yanı sıra karışım etkisinden dolayı alaşım elementleri etkileşmekte ve sonucunda öncelikle ymk faz, ymk+ymk fazlarına ve ardından tamamen ymk yapıya dönüşmektedir [19]. Başka bir YEA örneği olan CoCrCuNiFeAl_x alaşımında ise Al miktarının belli bir değere arttırılmasıyla ymk fazın ymk fazına dönüştüğü görülmüştür. Bu dönüşüm Şekil 2.7' de daha net bir şekilde görülmektedir. Al elementinin molar değerinin 0,45 değerine kadar arttırılması ymk fazında kayda değer bir sertlik artışına sebep olmamaktadır. Molar değerinin 0,88 olması durumunda ise 538 HV maksimum sertliğe ulaşmakta, 2 değerindeyse 480 HV değerine düştüğü grafikten açıkça görülmektedir. Bu iki örnekten anlaşılabacağı üzere bir YEA içeriğindeki elementlerin molar değişimleri alaşımın kimyasal ve mekanik özelliklerini, faz yapısını ve kafes distorsiyonlarını etkilemektedir. Bu etkileme sonucunda geleneksel alaşımlarda mümkün olmayan sertlik, dayanım, korozyon, sürünme direnci, yüksek tokluk gibi üstün özellikler gelişebilmektedir [7].



Şekil 2.7. CoCrCuNiFeAl_x alaşımında X değerlerine karşılık sertlik değeri ve faz dönüşümleri [7].

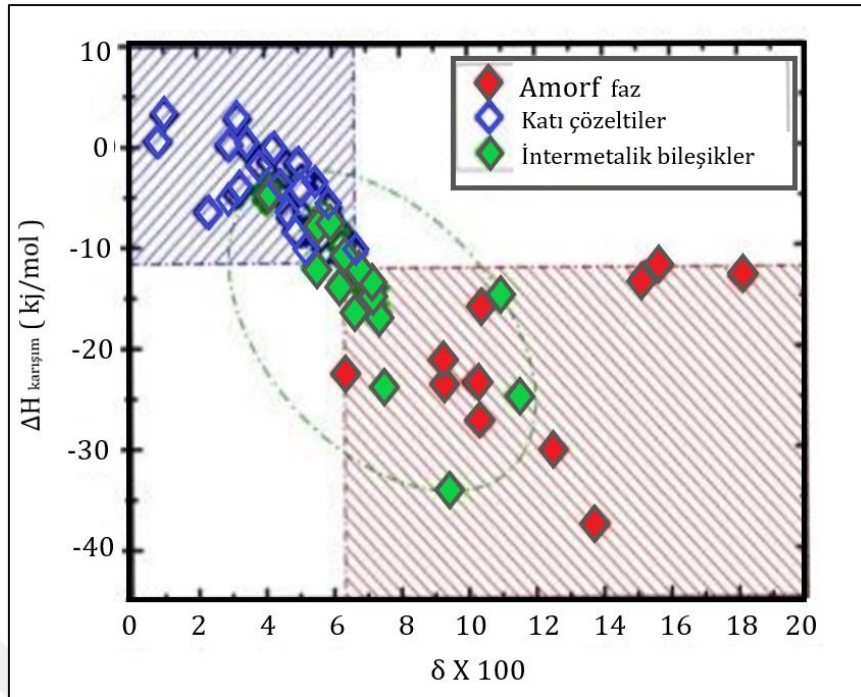


Şekil 2.8. Bazı YEA' ların 17-4 ve 316 paslanmaz çelikleriyle birlikte sertlik değerleri [7].

Şekil 2.8' de 17-4 paslanmaz çelik ve 316 paslanmaz çelikle birlikte bazı YEA' ların sertlik değerlerini sütun grafikte verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde bazı YEA' lar 200 HV gibi küçük sertlik değerini alırken, MoTiVFeNiZrCoCr alaşımı 800 HV gibi oldukça yüksek bir sertlik değeri aldığı açıkça görülmektedir [7].

2.2.3. Yüksek Entropi Alaşımlarının Tasarımı

YEA' lar diğer bütün malzeme gruplarına kıyasla birden fazla üstün özelliği tek bir alaşım içerisinde barındırması, yüksek saflıkta malzeme sentezine olanak sağlaması, tek seferde büyük miktarlarda malzeme sentezine izin vermesi sebebiyle fabrikasyona uygun olması bu malzeme grubun ilgi çekmesine sebep olmaktadır. Ayrıca mikro ölçekte malzeme sentezine olanak vermesi ve yüksek oranda kontrol edilebilir olması nedeniyle de üretilen alaşımın iyi bir şekilde yönetilmesine ve istenilen nitelikte malzeme sentezine olanak sağlaması gibi avantajlarından ötürü bilim insanları tarafından ilgi görmektedir. Sahip oldukları bütün bu üstün özelliklerle YEA' lar mühendislikte, malzeme biliminde ve endüstrisinde, nükleer reaktörlerde ve daha birçok alanda ümit vadetmektedir [19]. Bu yüzden YEA' ların özelliklerini etkileyen parametrelerin uygun bir şekilde seçilmesi ve doğru bir kompozisyonda oluşturulması gerekmektedir. Dolayısıyla kullanılacak olan alaşım elementlerinin seçilmesi ve molar oranlarının belirlenmesinde bazı kurallar uygulanmaktadır. William Hume- Rothery katı çözelti oluşabilirliğini anlamamıza yardım edecek deneysel bazı kurallar geliştirmiştir. Atomik boyut etkisi, elektronegatiflik ve elektron konsantrasyonu içeren üç ana kural vardır. Bu konsept YEA gibi multi bileşenli alaşımlarının anlaşılmasında kullanılmaktadır [21]. Bu kuralların dışında YEA'ların tasarımını etkileyen $\Delta H_{karışım}$ ve $\Delta S_{karışım}$ gibi parametreler de vardır. Atomik boyut etkisi, alaşımı oluşturan elementlerin atomik boyutları arasındaki fark (δ) < %15 olduğunda tamamen çözünebilirlik meydana gelebilmektedir. Ayrıca atomik boyut etkisi, latis distorsiyonunu azaltarak karışım entalpisine ve serbest karışım enerjisine katkı sağlayan gerilme enerjisini azaltmaktadır. Alaşımı oluşturan elementlerin atomları arasındaki büyük atomik boyut farklılığı intermetalik ve karmaşık fazlar gibi ara fazların oluşmasına sebep olmaktadır. Şekil 2.9' da $\Delta H_{karışım}$ ve δ değerlerine karşılık gelen faz yapıları gösterilmiştir. Grafik incelendiğinde katı eriyik çözeltilerin $\delta \leq 6,6$ ve $-11,6 < \Delta H_{karışım} < 3,2$ kJ/mol değerleri sağlandığında oluştuğu görülmüştür. Öte yandan amorf fazların oluşması için $\delta < 6,4$ $\Delta H_{karışım} < 12,2$ kJ/mol değer aralıklarının sağlanması gerekmektedir. YEA'ların tasarımını etkileyen faktörlerden olan ΔH_{mix} , ΔS_{mix} , δ , VEC ve elektronegatiflik gibi parametreler, elde edilmek istenen alaşıma uygun seçilebildiği için sonuç alaşımları iyi kontrol edilebilmektedir. Yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen değerler yorumlanarak sentez alaşımları önceden tahmin edilebilmekte ve aynı zamanda MA sürecinde yapılan karakterizasyon sonuçları yorumlanarak gerekli koşullar kontrol edilebilmektedir. [19- 21].



Şekil 2.9. $\Delta H_{\text{karışım}}$ - δ değerlerine karşılık oluşan fazların gösterimi [19].

Faz oluşumlarını önemli ölçüde etkileyen elektronegatiflik bir atomun elektronları kendine doğru çekme kabiliyeti olarak tanımlanabilir. Küçük elektronegatiflik değeri alaşım kompozisyonunda yer alan atomların eşit miktarda elektron çekme ve paylaşma eğilimine sahip olması durumunda meydana gelmektedir. Bu durum katı eriyik çözeltilerin oluşması ile sonuçlanmaktadır. Öte yandan yüksek elektronegatiflik intermetaliklerin veya karmaşık ara fazların oluşmasına sebep olmaktadır. Dolayısıyla yüksek elektronegatiflikten ziyade alaşımlarda basit katı çözeltilerinin oluşmasına katkı sunacak düşük elektronegatiflik istenmektedir. Ancak basit katı eriyik fazların oluşmasında karışım entalpisi, karışım entropisi ve atomik boyut etkisi kadar önemli parametre olmadığı bilinmektedir [19-21].

Valans elektron konsantrasyonu (VEC), bir atomun en dış orbitalinde yer alan elektron sayısı olarak tanımlanabilir. VEC valans bandında yer alan elektronlara ek olarak d-orbitalinde yer alan toplam elektronlardan oluşmaktadır. Hume-Rothery kurallarında kullanılan atomlardaki elektron konsantrasyon yüzdesi (e/a) oranı farklı kristal yapıların oluşumunu gösterebilir ve alaşımların denge fazlarını belirleyebilir. YEA' larda ymk fazı $VEC > 8$ ymk fazı $VEC < 7$ olduğunda ve ymk/ymk veya intermetalik fazlar $7 < VEC < 8$ olduğunda meydana geldiği bilinmektedir [19].

Basit yapıli katı eriyik fazların oluşması için diğer önemli faktörler ise ΔH_{mix} ve ΔS_{mix} değerleri olduğu bilinmektedir. Katı eriyik fazların oluşabilmesi için gerekli δ , $\Delta H_{\text{karışım}}$ ve $\Delta S_{\text{karışım}}$ değerleri sırasıyla $0 \leq \delta \leq 8,5$ arasında, $-22 \leq \Delta H_{\text{karışım}} \leq 7$ kJ/mol arasında ve $11 \leq \Delta S_{\text{mix}} \leq 19,5$ kJ/mol arasında olmalıdır. ΔH_{mix} değeri çok yüksek pozitif değerlerde olduğunda faz ayrışmasına sebep olurken çok düşük negatif değerlerde olduğunda intermetalik fazların

oluşmasına sebep olur. Öte yandan δ değeri de basit yapıların oluşmasına olanak verecek kadar düşük olmalıdır. Basit yapıli eriyik fazların kararlı duruma gelmesini sağlayan en önemli parametre olan ΔS_{mix} değeri de yüksek olmalıdır [7].

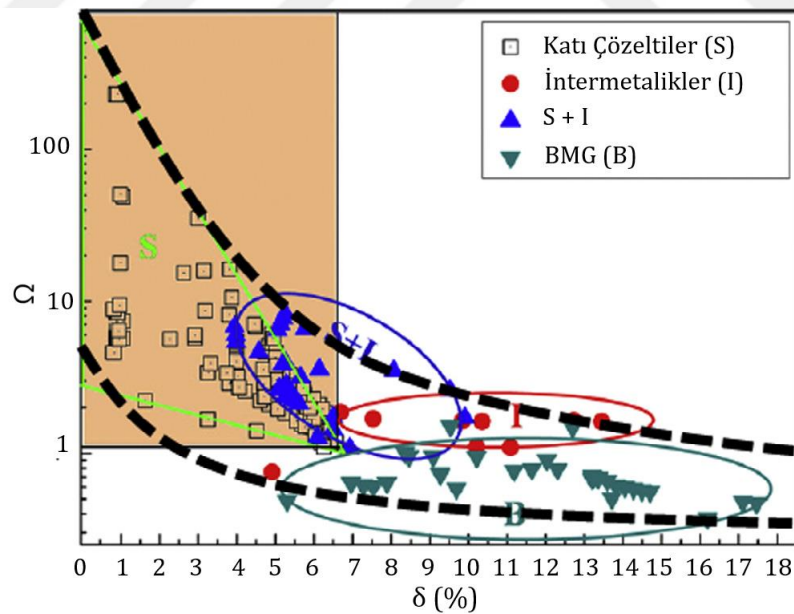
Zhang ve Yang, ΔH_{mix} ve ΔS_{mix} kombinasyonlarını kullanarak YEA sistemlerinde katı eriyik çözeltilerin faz dengesini belirlemek için yeni bir parametre olan Ω belirlediler. Denklem 2.4 kullanılarak Ω değeri aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır [22].

$$\Omega = T_m \Delta S_{\text{karışım}} / \Delta H_{\text{karışım}} = T_m / T_c \quad (2.4)$$

Burada T_m karışım kurallarına göre hesaplanmış ortalama erime sıcaklığı, T_c kritik sıcaklık değeri olup $\Delta G_{\text{karışım}} = 0$ değerinin sağlandığı sıcaklık değeridir. T_c değeri Denklem 2.5 kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$T_c = \Delta H_{\text{karışım}} / \Delta S_{\text{karışım}} \quad (2.5)$$

Katı eriyik çözeltilerin oluşması için $\Omega \geq 1,1$ ve $\delta \leq 6,6$ koşullarının oluşturulması önerilmektedir. İntermetalik ve diğer düzensiz fazların oluşması için daha düşük değerlerde Ω ve aynı anda daha yüksek değerlerde δ alınması gerekmektedir. Ω ve δ değerlerine karşılık oluşan fazların gösterimi Şekil 2.10'da gösterilmiştir [22].



Şekil 2.10. Ω ve δ değerlerinin bazı YEA' lar ile ilişkisinin iki boyutlu haritası [22].

Alaşımlama öncesinde oluşacak fazların tahmini için kullanılan bu yöntemlere ek olarak YEA' larda oluşacak faz tahminleri için MATLAB, CALPHAD ve AB-initio gibi daha doğru tahminlerin yapıldığı hesaplama teknikleri geliştirilmiştir. DFT (Density Functional Theory) gibi ab- initio metodu istenilen fazlar ve veya bilinen verilerin bilgilerini yaymak için

kullanılmaktadır. Termodinamik verileri kullanan sonlu element yöntemiyle deney esnasında mikroyapı ve yapı oluşumlarını belirlemek için kullanılmaktadır [19].

2.2.4. Yüksek Entropi Alaşımlarında Faz Oluşumları

YEA' larda elde edilmek istenen sonuç alaşımı için gerekli koşullar sağlanmak üzere bazı parametreler hesaplanır. Elde edilen sonuçlar yorumlanarak sentezlenen alaşımları oluşturan fazlar tahmin edilebilmektedir. Başka bir deyişle YEA' larda katı eriyik çözelti fazları, intermetalikler ve amorf fazlar elde edilebilmektedir. Bütün bu fazların oluşabilmesi karışım entalpisi ve entropisi ve bileşen atomlarının boyut farklılığı gibi önemli parametrelere atfedilmektedir [19].

2.2.4.1. Katı Eriyik Çözeltiler

Katı eriyik çözeltiler, içerik elementlerinin sahip olduğu ymk, ymk ve hegzagonal sıkı paket (HSP) yapılarının karışımlarının oluşturduğu fazdır. Hume-Rothery kuralları ikili sistemler için katı çözelti fazlarının oluşumunu etkileyen bir faktör tanımlamaktadır. Bu fikir ayrıca YEA'larda farklı alaşım fazlarının oluşumuna sebep olan faktörü anlamak için uygulanmıştır. Bir katı eriyik çözeltinin oluşabilmesi için aşağıdaki koşulların sağlanması gerekmektedir.

Katı eriyik çözeltilerin oluşması için çözücü ve çözünen arasındaki atomik boyut farklılığı % 8'den küçük olmalıdır. Bunun yanı sıra her bir atomun yarıçapı arasındaki fark %15 'den düşük olursa yine katı eriyik çözelti fazları oluşabilir. İntermetalik fazların oluşmasını engellemek için benzer elektronegatifliğe sahip çözen ve çözünen seçilmelidir. Bu sayede benzer elektron alma veya verme isteğine sahip çözen ve çözünen elde edilmekte dolayısıyla karmaşık yapı fazların oluşumu engellenmektedir. Yine katı eriyik çözeltinin oluşmasına katkı sunacak olan VEC çözen ve çözünen için benzer seçilmelidir. Aynı şekilde alaşımı oluşturan içerik elementleri benzer bir kristal yapıda seçilmelidir.

İlk basit katı çözelti çoklu alaşımlar keşfedildiğinden bu yana tek fazlı katı çözelti YEA' lar üzerine oldukça fazla çalışma rapor edilmiştir. Örneğin, refrakter elementli MoNbTaW ve MoNbTaVW gibi YEA' lar basit yapı ymk fazından oluşmaktadır. Öte yandan CCFN tip (CoCrFeNi) eşit atomik yapı alaşımlar bütün elementleri arasındaki benzer atomik boyutlar, valans elektron ve elektronegatiflikten dolayı tek fazlı ymk yapı sergilemektedir [23,24].

2.2.4.2. İntermetalikler

İntermetalikler erime noktaları arasındaki farkın çok büyük olduğu geleneksel alaşımlama yöntemleriyle üretilmesi çok zor olan veya mümkün olmayan alaşımlar olarak bilinmektedir. İntermetalikler diğer alışlagelmiş alaşımlara kıyasla oldukça üstün özellikler sergilemekte ve bu nedenle yıllardır bilim insanlarının ilgisini çekmekte ve bu alanda üretim tekniklerinin gelişmesine katkı sağlamaktadır. Bu üretim teknikleri arasında MA intermetaliklerin üretilmesinde en çok kullanılan yöntem olmuştur. Bu yöntem ile bileşim elementleri erime noktaları arasındaki fark ne kadar büyük olursa olsun mekanik olarak birbiri içerisinde çözünabilmekte ve bu sayede alaşımlanabilmektedir [6]. MA yönteminin kolay uygulanabilir olması ve bu yöntemde sonuç alaşımlarının iyi kontrol edilebilmesi de ayrıca intermetaliklerde tercih edilmesini sağlamaktadır. İntermetelik bileşikler sigma ve laves fazlarını içerirken intermetalik faz B2 ve L12 düzenli katı çözelti fazlarını içermektedir.

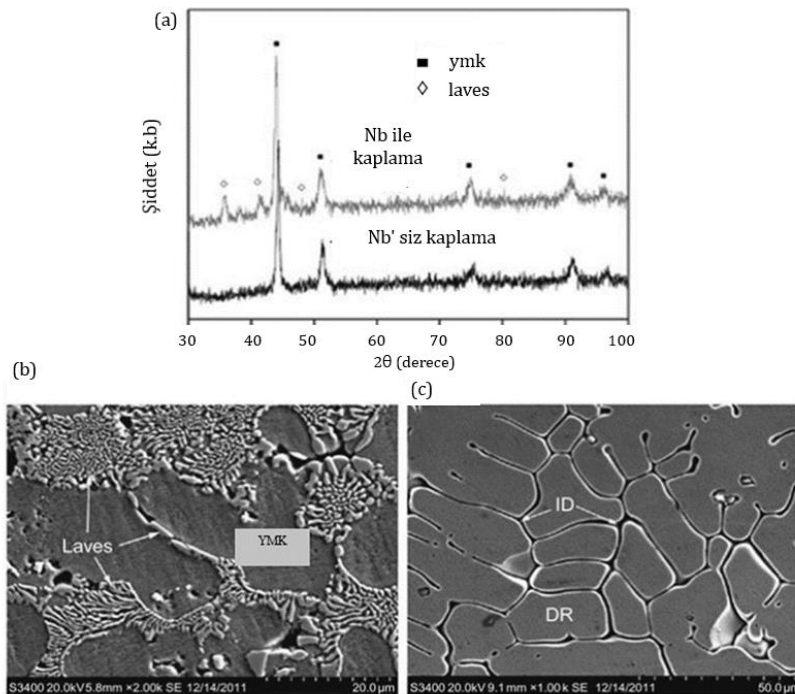
B2 fazı düzenli ymk fazlı kübik kristal bir yapı olarak tanımlanmaktadır. B2 fazı ya tek fazlı ya da ymk fazı olarak birçok YEA' da gözlemlenmektedir. Fe, Co, Ni, Cr, Mn ve Ti gibi geçiş elementleri yüksek içerikli Al ile b2 fazı oluşturmaya eğilimli olmaktadır. Çünkü Al elementi b2 fazı oluşturmak için özellikle bu elementlerden biriyle güçlü benzeşime sahip olmaktadır. Öte yandan diğer element içerikleri karışım entropisinden dolayı B2 fazı içerisinde çözünabilmektedir. YEA' ların birçoğunda B2 fazı çok sayıda element içeriğinden dolayı tane sınırlarındaki difüzyon hızının düşmesi sebebiyle düzenli B2 fazının yerine ymk katı çözelti (A2 yapısı) olarak gözlenmiştir. Bir YEA sisteminde B2 ve ymk bir arada uygun bir şekilde bulunabilmektedir. Ayrıca ısıtma işleminden sonra YEA' nın ymk yapısından evrimleşmesi ile de B2 fazı oluşabilmektedir [19].

L12 fazı düzenli ymk fazının kübik kristal bir yapısı olarak tanımlanmaktadır. Yüzey merkezi tek tip bir atomdan oluşuyorken köşedeki atomlar başka tür atomlardan oluşmaktadır. YEA' larda L12 fazı genellikle ymk veya L12 fazlarına sahip Ni ve Al içeren alaşımlarda meydana gelmektedir. Ymk ve L12 fazlarının genellikle bir arada var olması YEA' larda sık sık gözlenmektedir. Bunun temel sebebinin her iki fazın da neredeyse aynı latis parametrelerine sahip olması olarak bulunmuştur. Bu da her iki faza ait XRD piklerinin örtüşmesi anlamına gelmektedir. Dolayısıyla L12 fazının belirlenmesi için karakterizasyon yöntemlerinden TEM kullanılması gereklidir [19].

Sigma fazı (σ) büyük atomik boyuttaki bileşenlerin latis bölgelerinden birini oluştururken küçük atomik boyuttaki bileşenlerin diğer latis bölgesini oluşturduğu bir sıkı paket fazı olarak tanımlanmaktadır. Sigma fazının oluşumu YEA' larda katı çözelti oluşumunun sadece karışım entropisinden değil ayrıca karışım entalpisi etkileşiminden ve elementler arasındaki atomik boyut farklılığından etkilendiğinin kanıtıdır. YEA' larda Sigma fazı oluşumu yaygın olarak V ve Cr

elementi ile birlikte Fe, Ni ve Co elementlerini içeren YEA' larda meydana gelmektedir. Örneğin $Al_{0.5}CoCrCuFeNiV_x$ alaşımında $x=0$ için ymk kristal yapısına sahiptir ancak ymk, ymk ve σ fazları V elementi eklendikçe oluşmaya başlar. σ fazı x değeri 0,6 değerinden 1 değerine yükseldiğinde ymk fazı ile birlikte görülebilmektedir [25]. Ayrıca Cr, çoğu eşit atomik yapıli alaşımlarda B2 fazıyla birlikte σ fazının oluşumu geliştiren ymk dengeleyici olarak bilinmektedir. Hsu ve arkadaşları $AlCoCr_xFeMo_{0.5}Ni$ YEA B2 ve σ fazlarını içerdiğini rapor etmişlerdir. Bu alaşımdaki σ fazının hacim oranı fazın büyük bir miktarının B2 fazından σ fazına dönüşmesine sebep olan Cr elementinin eklenmesiyle artmaktadır [26].

Laves fazı AB₂ stekiometrisi ile karmaşık bir yapıya sahip olan intermetalik bir bileşim olarak tanımlanmaktadır. B atomu A atomu etrafında tetrahedral bir düzen oluştururken A atomları elmas veya hekzagonal elmas şekline sahip olmaktadır. Kübik $MgCu_2$ (C15), hekzagonal $MgZn_2$ (C14) ve hekzagonal $MgNi_2$ (C36) olmak üzere 3 çeşit laves fazı vardır. Laves fazının çoğu YEA' da büyük veya küçük miktarlarda olduğu rapor edilmiştir. Diğer geçiş elementleri ile birlikte Ti eklentisi ısı işleminden sonra yayılmış bir yapı ya da çökelmiş olarak laves fazının oluşmasına katkı sağlamaktadır. Dong ve arkadaşları tarafından $Al_xCoCrFeNiTi_{0.5}$ alaşımında $X= 0,5$ için alaşımin sadece basit yapıli ymk fazını içerdiği rapor edilmiştir. Ancak $x > 0,8$ olduğunda ymk ve ymk fazlarıyla birlikte laves fazının baskın olduğu yerler gözlenmiştir. Şekil 2.11' de CoCrCuFeNi alaşımlarının Nb ile kaplanmadan önce ve kaplandıktan sonra XRD şekilleri ve morfolojik görüntüleri gösterilmiştir [19].



Şekil 2.11. (a) CoCrCuFeNi ve CoCrCuFeNiNb alaşımlarının XRD şekilleri ve (b) CoCrCuFeNiNb, (c) CoCrCuFeNi alaşımlarının SEM görüntüleri [19].

Nb kaplanmadan önce sadece ymk fazının varlığını kanıtlayan SEM görüntülerinde yalnız dendritik (DR) ve interdendritik (İD) görülebilmektedir. Nb kaplandıktan sonra Nb-tip Laves alaşımda mekanik özelliklerin gelişmesine katkı sağlayan ymk fazı ile birlikte gözlenmiştir [19].

2.2.4.3. Amorf Fazlar

Amorf yapılar, atomlar arasında belli bir düzenin birbirini tekrar etmemesi ve böylece atomları rasgele dizilen ve tane sınırları belli olmayan yapılar olarak tanımlanmaktadır. Bu grup belli bir atom düzeni içeren bir yapıya sahip olmadığı gibi genellikle belli bir şekle de sahip olmayan cam, plastik, kompozit gibi malzemeleri içermektedir. Amorf yapılarda kristallerde olduğu gibi sıvı halden katı veya katı halden sıvı hale geçerken atom düzenleri değişmez. Yani diğer bütün malzemeler sıvı halde amorf yapıda olduğu gibi amorf yapılar da sıvı halde düzensiz olurlar ve buna ek olarak amorf yapılar katı halde de rastgele atom dizilimlerine sahiptirler. Düzensiz yapıya sahip olmalarının sonucu olarak bu yapılarda X- ışınları difraktometresi (XRD) kullanılarak elde edilen piklerin kristal yapılarda olduğu gibi keskin veya belirgin olmamaktadır. Amorf yapılar çoğu zaman istenmeyen oluşumlar olmasına rağmen bu yapılar diğer malzemelere kıyasla sahip oldukları üstün özellikler nedeniyle bilim insanlarının ilgi odağı olmuştur. Yığın camsı metalikler yüksek akma dayanımı, yüksek sertlik, yüksek elastik limit, yüksek akustik özellikler, yüksek korozyon direnci, yüksek aşınma dayanımı gibi üstün özelliklere sahiptir. Ancak bu kadar üstün özellik sergilemelerine rağmen üretim zorlukları ve camsı geçiş sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda kullanılamaması gibi dezavantajları da vardır. [27]. Amorf yapıların XRD grafikleri genellikle kambur bir görünümündedir. 2002’ de öne sürülen yüksek entropi metalik camlarının yeni sınıfları benzer bir yapıya sahip olan elementlerin üç bilimsel kurala göre eşit oranda bir araya getirilmesiyle oluşturulmuştur [28]. Bu alaşımlarda bileşen elementleri nadir toprak elementlerine ek olarak geçiş metallerini ve madensi metal gruplarını kapsamaktadır. Bu grupların çoğunun kökeni dökme metalik cam bileşenlerindeki elementlerdir. Amorf yapı yüksek entropi camları, yığın metallerinin kristalizasyonunu önlemek için cam geçiş sıcaklıklarının altında bir sıcaklıkta aşırı hızlı soğutulmasıyla elde edilmektedir. Bu koşullar altında moleküller denge haline ulaşmak için sıcaklıktaki en küçük düşüşü takip edecek kadar yüksek bir hareketliliğe sahiptirler. Ancak sıcaklık düştükçe moleküller cam geçiş sıcaklığında katılaştığı için dengeden uzaklaşırlar [19].

Şekil 2.12 $Al_{0.5}CuNiPdTiZr$ yüksek entropi alaşımı için zaman-sıcaklık dönüşüm diyagramını göstermektedir. Sıradan amorf alaşımlar ve geleneksel kristal alaşımlar sırasıyla 10^6 Ks^{-1} ve 10^{15} Ks^{-1} kritik soğutma sıcaklıkları üzerinde oluşurlar. Düşük soğutma oranlarında amorf fazların termal dengede olması daha büyük ölçeklerde yığın metalik camların üretimini sağlamaktadır. Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) camsı geçiş sıcaklığının (T_g) erime

hesaplanması gerekmektedir. Turnbull ve arkadaşları amorf yapının oluşmasında T_r ve T_m sıcaklıklarının birbirine oranı bir kriter olarak kullanılmış ve daha sonra yapılan çalışmalarda bu kriterin doğru olduğu görülmüştür. Bu oranın yüksek olması kristalit yapıların oluşmasını engellemekte ve bu sayede daha düşük soğutma hızlarında amorf yapılar elde edilebilmektedir. Böylece bu değerin yüksek olabilmesi için uygun elementler seçilebilmekte ve yığın camı metalikler üretilmektedir. Ek olarak amorf yapıların elde edilmesinde eriyik döndürme, yüksek basınçlı döküm, ark ergitme, MA ve bakır kalıp döküm yöntemi gibi yöntemler kullanılmaktadır [27].

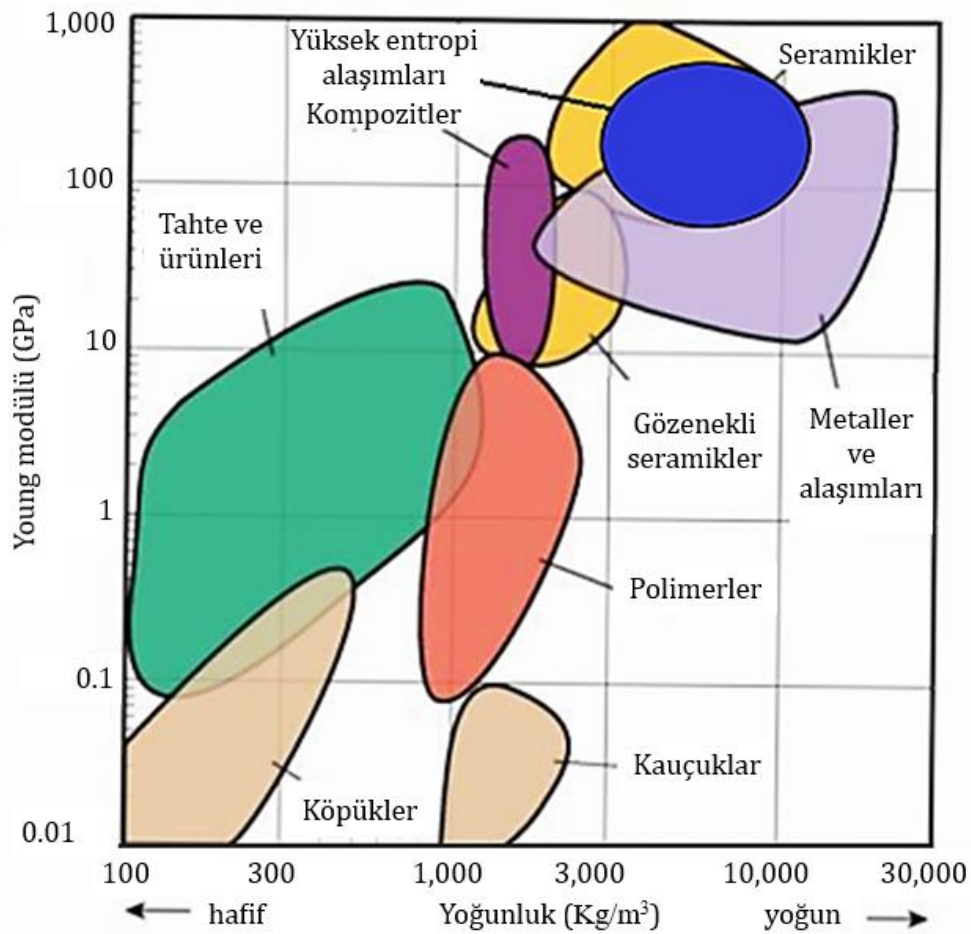
2.2.5. YEA' larda Faz Dönüşümleri

Katılaşma süreci mikroyapı oluşumunu ve YEA' ların özelliklerini etkilemektedir. Bu süreçte yüksek karışım entropisi etkisi yüksek sıcaklıklarda katı çözelti fazlarının oluşmasını sağlamaktadır. Yavaş soğutmada ikincil fazın yığılması veya çökmesinin meydana gelmesi $T\Delta S_{mix}$ değerinin azalmasından kaynaklanmakta ve böylece heterojen mikro yapılar oluşmaktadır. Ancak bazı YEA' ların yavaş difüzyon özelliği çökelti ve ikinci faz oluşumlarını azaltmaktadır. YEA' larda faz dönüşümleri ayrıca latis distorsiyonundan ve yavaş difüzyon etkisinden etkilenebilmektedir [30]. YEA' lar multi bileşenli olmasına rağmen multi faz özelliğini göstermekten ziyade basit yapılı katı çözelti ymk/ymk fazlarından oluşmaktadırlar. Örneğin FeCoCrNi ve FeCoCrNiMn alaşımları basit yapılı ymk fazlı, NbMoTaW ve TaNbHfZrTi alaşımları basit yapılı ymk fazlıyken FeCoCrNiCu benzer iki ymk fazlı, FeCoCrNiAl alaşımı ymk-ymk fazlı ve MoWAlCrTi alaşımı iki benzer iki ymk fazlı olmaktadır [31]. FeCoCrNiCu alaşımının kristal yapısı Al eklendiğinde ve oranı arttırıldığında ymk fazı ymk fazına dönüşmektedir. Öte yandan laves gibi intermetalik fazları Ti veya Nb bileşenlerinin FeCoCrNiCu alaşımına eklenmesiyle oluşmaktadır [21]. Bu alaşımlar basit yapılı tek faz oluşturmamasına rağmen YEA olarak düşünülmektedir. Basit yapılı tek fazlı YEA' ların geleneksel metalik sistemlere kıyasla daha üstün mekanik özelliklere sahip olduğu bilinmektedir, dolayısıyla bilim insanları basit fazlı yapılara odaklanmışlardır. Ancak basit fazlara ek olarak intermetalik gibi ikincil fazların bulunduğu yapılar da sahip oldukları özelliklerden ötürü ilgi odağı olmuşlardır. Birçok alaşım sisteminde intermetalik veya amorf yapılar istenmese de bazı sistemlerde bu yapıların oluşması istenmektedir [32].

2.2.6. Yüksek Entropi Alaşımlarının Özellikleri

2.2.6.1. Mekanik ve Aşınma Direnci

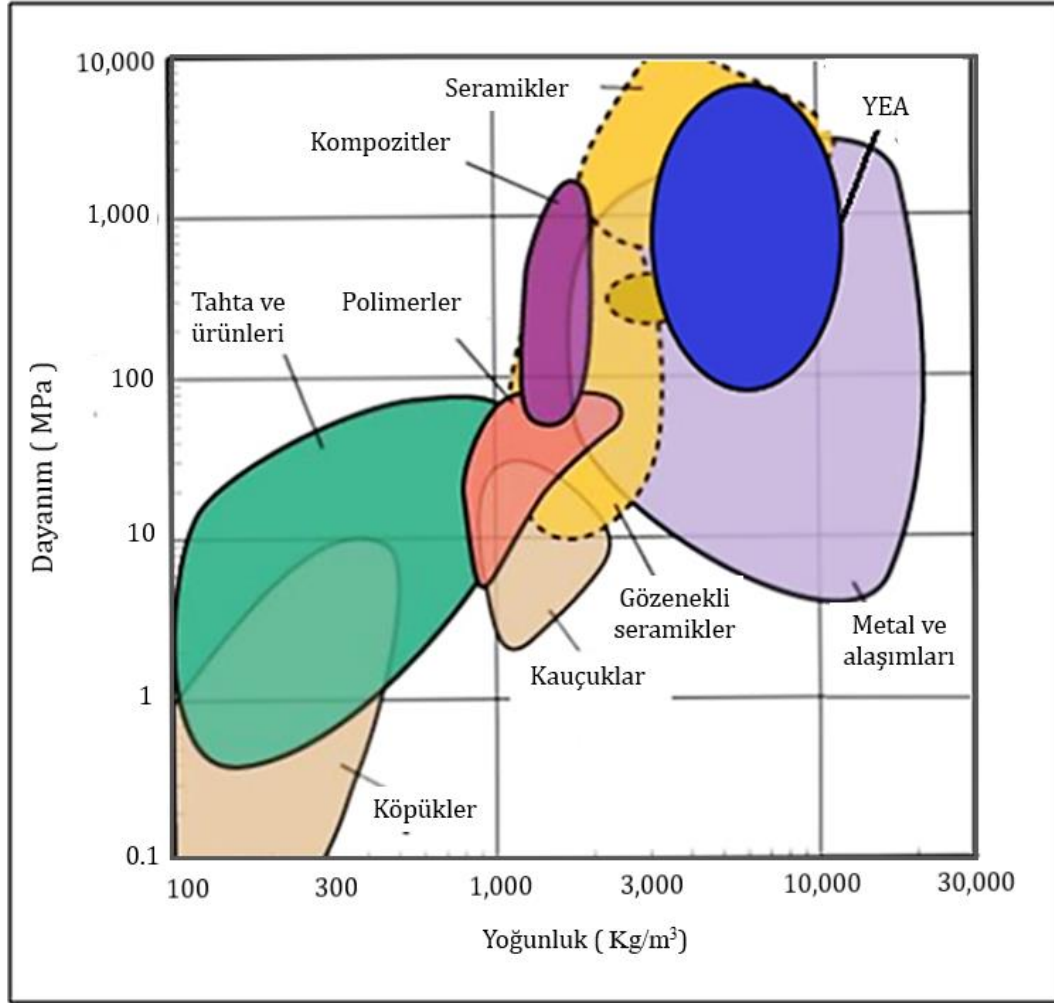
YEA' lar sahip oldukları mekanik ve fonksiyonel özelliklerinden dolayı sadece akademik alanda değil aynı zamanda geniş bir ölçüde endüstri alanında da ilgi görmektedir. Bu üstün özellikli alaşımların odak noktası olması dolayısıyla birçok çalışmaya konu olmuş ve özellikleri derinlemesine incelenmiştir.



Şekil 2.13. YEA' ların diğer malzeme gruplarıyla birlikte elastisite modülü – yoğunluk grafiğinde gösterimi [21].

Bu incelemeler ve araştırmalar sonucunda sertlik, akma dayanımı, elastisite modülü, aşınma, yorulma, sürünme gibi mekanik özelliklerin birkaç faktöre bağlı olduğu bulunmuştur. Alaşımdaki her bir fazın sertlik/dayanım oranı, her bir fazın bağıl hacim oranı, alaşımdaki fazların dağılımı ve morfolojisi gibi faktörler alaşımın mekanik özelliklerini etkilemektedir. Alaşımların içerdiği faza göre çeşitli sertlik değeri sergilediği bilinmektedir. Örneğin, en yüksek sertlik değeri 1000 - 4000 HV ile karbürler, borürler gibi değerlik bileşiklerine aitken laves, σ gibi intermetalik

fazlar 650-1300 HV değerine, ymk ve türevleri 300-700 HV değerine, ymk ve türevleri ise 100-300 HV değerine sahiptir. Bu sertlik değerlerine bakıldığında YEA' lara karmaşık fazlar eklenerek mekanik özelliklerinin iyileştirilebileceği önerilmektedir. Başka bir deyişle ikincil faz olarak intermetalik fazların kullanılması tek fazlı basit yapılı YEA' ların mekanik özelliklerini iyileştirebilmektedir [19].

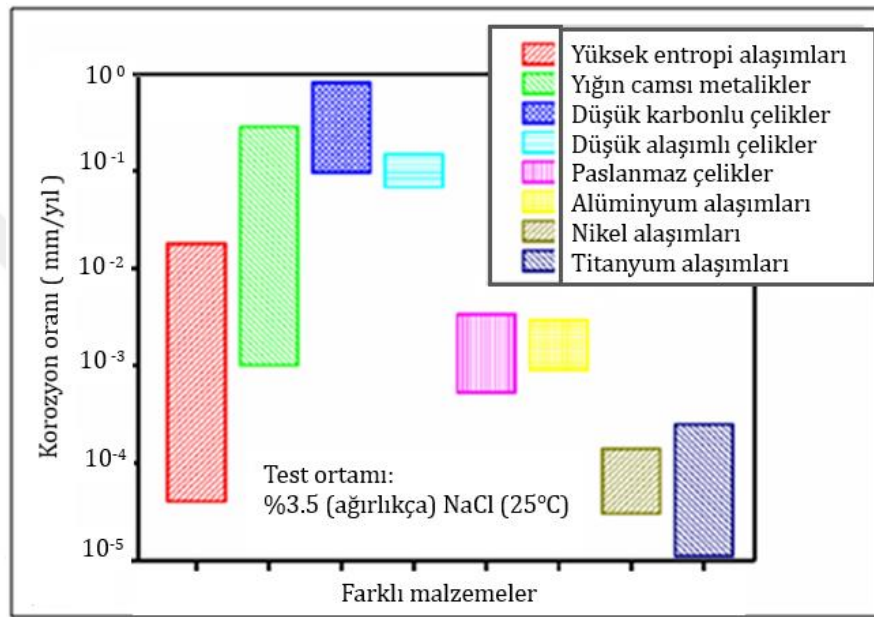


Şekil 2.14. YEA 'ların diğer malzeme gruplarıyla birlikte dayanım - yoğunluk grafiğinde gösterimi [21].

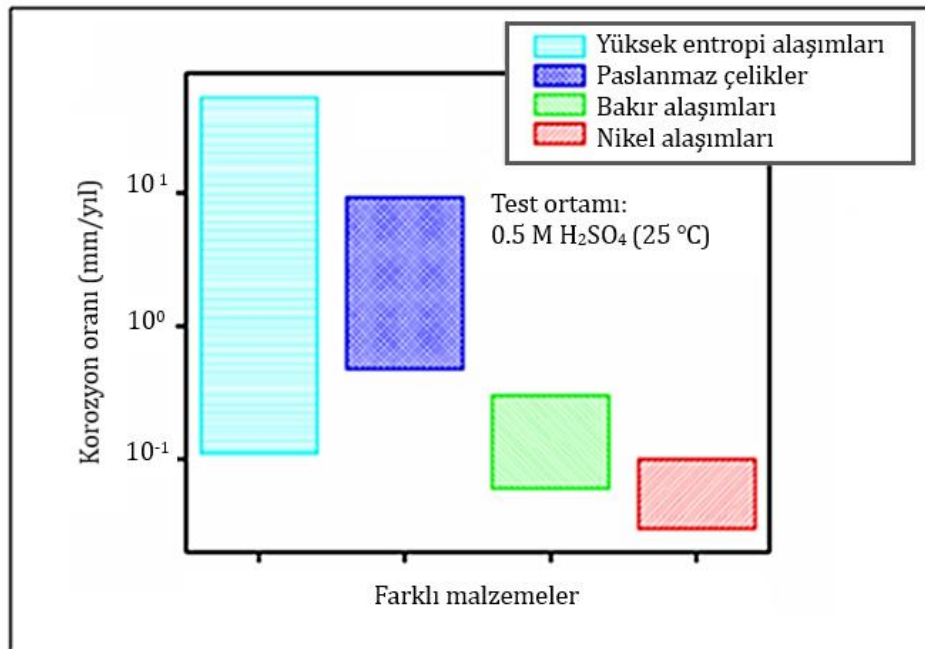
Şekil 2.13, YEA' ların diğer malzeme grupları içindeki yerini elastisite modülü-yoğunluk ve Şekil 2.14 dayanım-yoğunluk grafiklerini göstermektedir. Grafikler incelendiğinde, YEA grubunun dayanım değerlerinin yüksek yoğunluk değerlerinin ise metallere nazaran düşük olduğu görülmektedir. Bu alaşımlar Seramik malzemelerden sonra en yüksek dayanım ve sertlik değerlerine sahip olarak birçok malzeme grubundan daha üstün olmaktadır [21].

2.2.6.2. Korozyon Direnci

Malzemelerin korozyon direnci çalışma koşullarını belirlediği için malzeme seçiminde yoğunluk, dayanım, sertlik, iletkenlik veya sürünme direnci kadar önemli bir özellik olmaktadır. Bu nedenle çeşitli çalışma koşullarına dayanacak korozyon direncine sahip malzemeler olan YEA' lar malzeme grupları içerisinde üstünlük sağlamaktadır. Birçok özellik bakımından üstün olması da bu alaşımların daha çok tercih edilmesine ve daha çok geliştirilmesine olanak sağlamaktadır.



Şekil 2.15. YEA ve diğer malzeme gruplarının korozyon oranları %3,5NaCl çözeltisi 25°C [21].



Şekil 2.16. YEA ve diğer malzeme gruplarının korozyon oranları 0,5 M H₂SO₄ çözeltisi 25°C [21].

YEA' ların korozyon direnci çeşitli çevre koşulları altında test edilmiş ve diğer geleneksel alaşımlarla karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmalar Şekil 2.15' te ve Şekil 2.16' da farklı korozyon koşullarda YEA ve diğer malzeme gruplarının korozyon oranları sütun grafiğinde gösterilmektedir. Bu grafikler incelendiğinde belli koşullarda YEA grubu Ni ve Ti alaşımları gibi diğer alaşımlara benzer bir korozyon oranı göstermekte ve bu da onları rekabetçi bir grup olarak göstermektedir. Grafiklerden YEA grubunun geniş bir aralıkta korozyon oranı gösterdiği ve birçok malzeme grubuna alternatif olarak kullanılabileceği açıkça görülmektedir. Diğer birçok mekanik özellikte olduğu gibi korozyon direncinde de bu alaşım grubunun üstün özellik göstererek ön plana çıktığı görülmektedir [21].

2.2.6.3. Fonksiyonel Özellikler

YEA' lar tek bir alaşımda birden fazla üstün özelliği barındırdığı için multi fonksiyonel kullanım alanlarına sahiptir. Örneğin, tek bir alaşım içerisinde yüksek korozyon direnci, yüksek dayanım, yüksek yorulma direnci, yüksek sıcaklık dayanımı ve yüksek sertlik gibi özellikler bulunabilmekte ve dolayısıyla YEA' lar farklı koşullar altında çalışma özelliğine sahip olabilmektedir.

Tablo 2.2. Bazı YEA ve diğer malzeme gruplarının termal iletkenlik ve elektrik dirençleri [21].

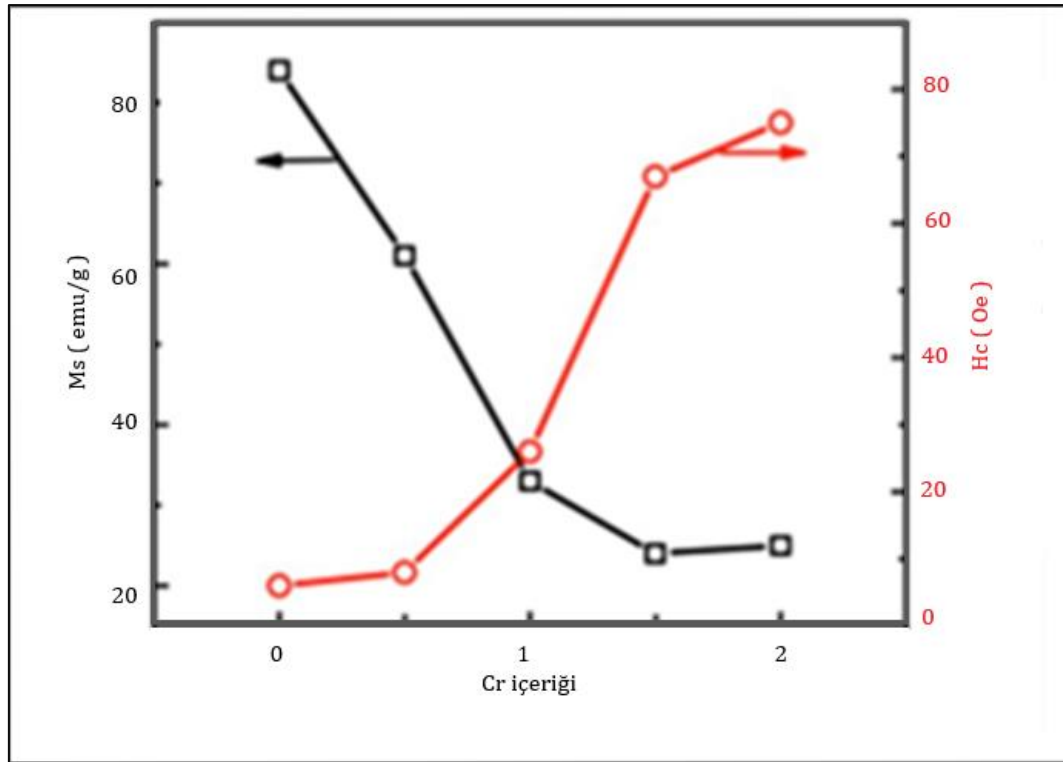
	Kompozisyon	Elektrik direnci ($\mu\Omega - \text{cm}$)	Termal iletkenlik (W/mK)
YEA	CoCrFeNi	142	12
	AlCoCrFeNi	221	11
	Al-CoCrFeNi	211	16
	Al	3	237
Saf Elementler	Fe	10	80
	Ni	7	91
	Ti	42	22
	Cu	2	398
	7075 Al alaşımı	6	121
	Düşük karbonlu paslanmaz	17	52
	çelik	69	15
Geleneksel Alaşımlar	304 paslanmaz çelik	125	11
	Inconel 718	168	6
	Ti-6Al-4V		
	Zr ₄₁ Ti ₁₄ Cu _{12.5} Ni ₁₀ Be _{22.5}	171	-
	Fe ₇₂ Si ₉ F ₁₃	137	-
YMC	Co ₆₃ Fe ₉ Zr ₈ B ₂₀	188	-

Chou ve arkadaşları tarafından $Al_xFeCoCrNi$ alaşımında kristal yapı ile elektrik ve termal iletkenlik arasındaki ilişki araştırılmıştır. Bu çalışmada alaşım sistemine Al elementinin eklenmesinin yapıda latis distorsiyonunu arttırdığı ve bunun sonucu olarak elektriksel direnç ve termal iletkenliğin etkilendiği gözlenmiştir [33]. Tablo 2.2., Al içeriğine göre $FeCoCrNiAl_x$ alaşımının elektriksel direnç ve termal iletkenlik değerinin bazı geleneksel alaşımlar, saf elementler ve yığın camsı metaliklerle kıyaslanmasını göstermektedir. Bu tablo incelendiğinde, elektriksel direncin en yüksek $FeCoCrNiAl_x$ alaşımında en yüksek termal iletkenliğin de saf elementlerde olduğu görülmektedir [21].

2.2.6.4. Manyetik Özellikler

Sahip oldukları diğer üstün özelliklerin yanı sıra, YEA lar iyi yumuşak manyetik özellikleriyle de ön plana çıkmaktadır. Özellikle yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanlarının fazla olması ve dolayısıyla piyasanın yumuşak manyetik malzeme ihtiyacının fazla olması, çok daha üstün manyetik özelliklere sahip malzeme arayışlarına sebep olmaktadır. Bu malzeme arayışlarının sonucu olarak birçok bakımdan diğer malzeme gruplarından üstün olan YEA lar ilgi odağı olmuş ve bu yeni malzeme grubu çeşitli yöntemler kullanılarak sentezlenmiştir. Bu yöntemlerden biri olan MA diğer yöntemlere kıyasla daha üstün ve avantajlı özelliklere sahip olmakla ön plana çıkmaktadır. MA yöntemi diğer yöntemlerle sentezlenemeyen veya sentezlenmesi zor olan alaşımları kontrol edilebilir bir şekilde istenen özelliklerde sentezlenmesine olanak sağlamaktadır [7]. MA yöntemi kullanılarak nanokristal, YEA' lar, intermetalikler, amorf malzemeler, nanokompozitler ve hatta amorf+nanokristal yapılar bir arada tek bir alaşım içerisinde sentezlenebilmektedir. Yapılan araştırmalar sonucunda MA ile sentezlenmiş olan YEA ların manyetik uygulamalar için alternatif malzeme olabilecekleri görülmüş ve bu malzeme gruplarına ilgi artmıştır.

Zhao ve arkadaşları tarafından $CoCr_xCuFeMnNi$ ($x=0, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0$ mol) YEA MA yöntemi kullanılarak aşırı doymuş katı çözelti olarak gezegensel tip bir öğütücü kullanılarak sentezlenmiştir. İlk 45 sa saat kuru öğütme yapıldıktan sonra alaşıma etanol eklenerek 5 sa ıslak öğütme yapılmış ve toplam 50 saat öğütülmüştür. Şekil 2.17 Cr (0, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0) eklentisine karşılık M_s ve H_c değerlerindeki değişimin grafiğini göstermektedir. Şekil incelendiğinde Cr eklentisinin artmasıyla M_s değerinin azaldığı buna karşılık H_c değerinin arttığı görülmektedir [20]. Tablo 2.3 son zamanlarda MA yöntemi ile sentezlenmiş olan bazı YEA ların manyetik özelliklerini göstermektedir. Tablo incelendiğinde, YEA ların çok iyi manyetik özelliklere sahip olduğu ve yumuşak manyetik uygulamalar için umut vadettiği açıkça görülmektedir.



Şekil 2.17. Cr eklentisine karşılık Ms ve H_c değerlerinde meydana gelen değişim [20].

Tablo 2.3. MA yöntemi ile sentezlenmiş olan yumuşak manyetik özellikli YEA.

Alaşım kompozisyonu	Ms (emu/g)	Hc (Oe)	Form
Co ₃₅ Cr ₅ Fe ₂₀ Ni ₂₀ Ti ₂₀	45,9	16,5	YEA [34]
200 °C 2 sa	78,8	20,2	
200 °C 10 sa	80,6	15,9	
700 °C 2 sa	86,8	98,6	
FeCoNiAlCr _x			YEA [35]
0,1	89,88	57,9	
0,3	86,25	76,76	
X= 0,5	80,59	77,05	
0,7	82,70	61,25	
0,9	74,94	58,87	
FeCoNiCuZn	65,92	25	YEA [36]
Co _x CrCuFeMnNi (50 sa)			YEA [37]
0,5	21	63	
x= 1,0	32	27	
1,5	40	19	
2,0	52	14	
CoCuFeMnNi (50 sa)	84	6	YEA [20]
CoCr _{0,5} CuFeMnNi (50 sa)	61	8	YEA [20]
CoCr _{1,0} CuFeMnNi (50 sa)	33	26	
CoCr _{1,5} CuFeMnNi (50 sa)	24	67	

Tablo 2.3 devamı

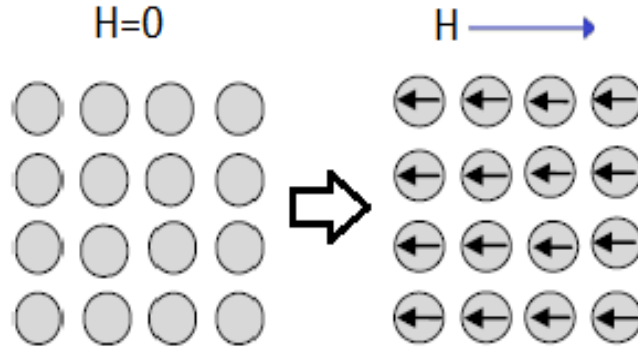
Alaşım kompozisyonu	Ms (emu/g)	Hc (Oe)	Form
CoNiMnGa (5K) 300 K	~126 ~114	~27 ~28	YEA [38]
Fe _{0,5} Co _{0,5} NiMnGa (5K) 300 K	~98 ~76	~26 ~27	YEA [38]
FeNiMnGa (5K) 300 K	~80 ~41	~21 ~29	YEA [38]
CoCrFeNi	13,98	15.73	YEA [39]
TiC/Fe ₃₀ Ni ₃₀ Co ₂₉ Cu _{5,5} Mn _{5,5} HS-HEC	107,2	3,31	YEA [40]
Co ₃₅ Cr ₅ Fe ₂₀ Ni ₂₀ Ti ₂₀ Sadece öğütülmüş Öğütülmüş ve 200 °C sıcaklıkta tavllanmış	46 81	15 ~15	YEA [41]

2.3. Manyetizasyon

Manyetizma, malzemelerin manyetik özelliklerini inceleyen, tanımlayan ve kategorilere ayıran bir bilim dalıdır. Bu terim adını dünya’da ilk olarak Aydın ve çevresinde bulunan magnetit (Fe₃O₄) mineralinin bulunduğu kent olan Magnesia (Manisa) kentinden almaktadır. Manyetizma, malzemelerin yapısında bulunan elektronların gösterdiği manyetik yönelimlerden kaynaklanmaktadır. Malzemeler, manyetik alınganlıklarına göre; ferromanyetizma, paramanyetizma, diyamanyetizma, antiferromayetizma ve ferrimanyetizma olarak 5’e ayrılmaktadır. Fakat manyetizma çeşitlerinden en yaygın kullanılanları ferromanyetizma, paramanyetizma ve diyamanyetizmadır [3].

2.3.1. Diyamanyetizma

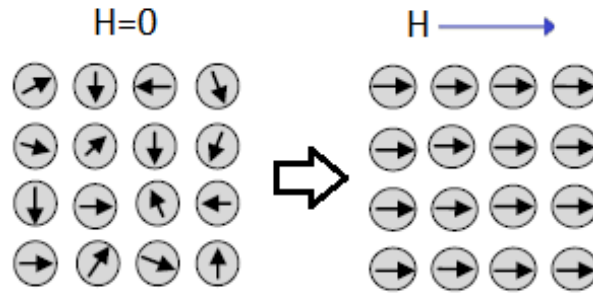
Diyamanyetik malzemelerin atomlarında dış bir manyetik alan uygulanmadığında net manyetik moment sıfırdır. Bu manyetizma çeşidinin manyetik alınganlığı eksi mertebesinde. Diyamanyetizma, diğer manyetizma türlerine kıyasla çok zayıftır ve dış bir manyetik alan (H) uygulandığında bu manyetik alanın zıttı yönünde bir manyetik moment oluştururlar [3]. Şekil 2.18’de diyamanyetik malzemelerin H uygulandığında ve uygulanmadığında oluşan manyetik moment dizilimleri gösterilmiştir.



Şekil 2.18. Diyamanyetik malzemelerde manyetik momentler [3].

2.3.1.2. Paramanyetizma

Paramanyetik malzemeler dış bir manyetik alan uygulanmasa bile net bir manyetik momente sahiptirler. Ancak manyetik momentlerin gelişigüzel yönelmesinden ötürü oluşan net manyetik moment çok zayıftır. Dış bir manyetik alana maruz bırakıldıklarında uygulanan manyetik alan yönünde net bir manyetik moment oluştururlar. Paramanyetik malzemeler 10^{-3} – 10^{-5} mertebelerinde pozitif alınganlığa sahiptirler. Şekil 2.19’ da paramanyetik malzemelerin manyetik moment yönelimleri gösterilmiştir [3].

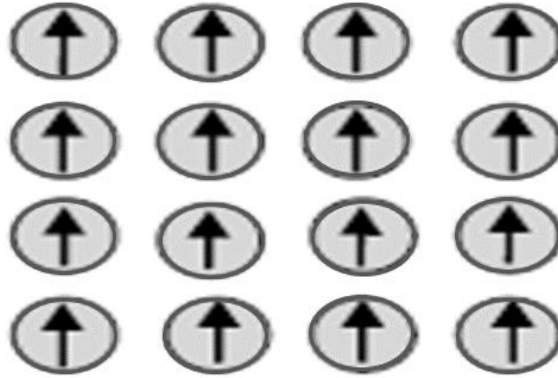


Şekil 2.19. Paramanyetik malzemelerin manyetik moment yönelimleri [3].

2.3.1.3. Ferromanyetizma

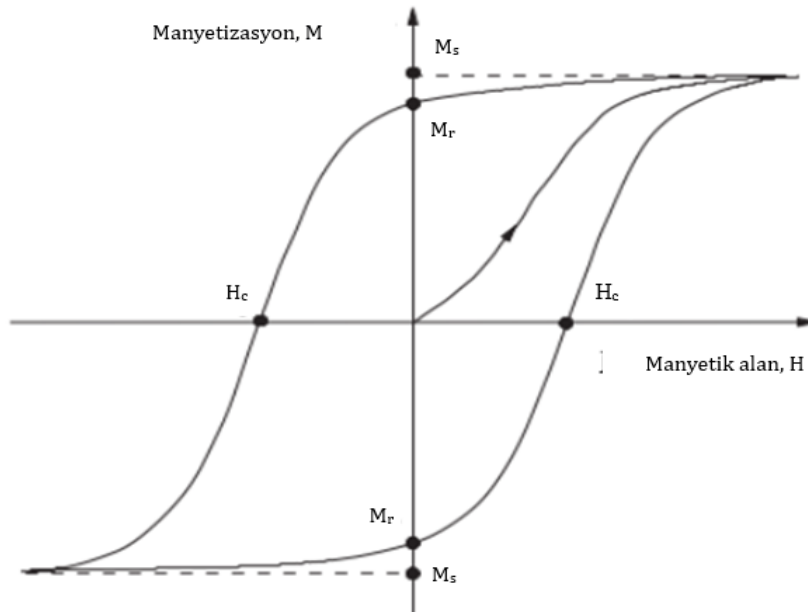
Dış bir manyetik alan olmaksızın net bir manyetik momente sahip olan ve manyetik alan uygulandığında güçlü bir manyetik moment oluşturan malzemelerin sahip olduğu manyetizma çeşididir. Manyetik malzemler arasında en çok kullanılan ve aynı zamanda diğer manyetizma çeşitlerinden çok daha güçlü olan bir manyetizmadır. Diğer manyetik malzemelerin aksine dış manyetik alan kaldırıldığında bile kalıcı bir manyetizasyon (M_r) gösterirler. Bu nedenle

mühendislik bilişim alanlarında çok kullanılan manyetik malzeme tiplerindendir. Şekil 2.20’ de ferromanyetik malzemelerin manyetik yönelimler gösterilmiştir [3].



Şekil 2.20. Ferromanyetik malzemelerin manyetik moment yönelimleri [3].

Ferromanyetik malzemelerde dış manyetik alan artırıldığında mıknatıslanma artarak doyum mıknatıslanma (M_s) değerine ulaşırlar. Manyetik alan kaldırıldığında mıknatıslanma kademeli olarak azalır ve M_r değerine ulaştığında sabit kalır. Mıknatıslanmanın sıfır olduğu zorlayıcı alan (H_c) eşit miktarda zıt manyetik alan uygulandığında oluşur. M_r , M_s ve H_c gibi değerlerini okuduğumuz eğri histerisiz eğrisi olarak adlandırılmaktadır. Histerisiz eğrisi malzemelerin manyetik özelliklerinin tespitinde kullanılan en yaygın ölçüm yöntemlerindendir [3].



Şekil 2.21. Ferromanyetik malzemelerin histerisiz eğrisi [42].

Şekil 2.21' de, ferromanyetik malzemelerin histerisiz eğrisi gösterilmiştir. Ferromanyetik malzemeler Currie sıcaklığı (Tc) değerine ulaştığında veya bu değeri aştığında malzeme mıknatıslanma etkisini yitirir ve paramanyetik malzeme gibi davranır. Ferromanyetik malzemeler için, Curie (Tc) sıcaklık değeri her malzeme için farklıdır [13]. Bazı ferromanyetik malzemelerin Tc sıcaklıkları Tablo 2.4 'te verilmiştir.

Tablo 2.4. Bazı ferromanyetik malzemelerin Curie değerleri [13].

Malzeme	Curie sıcaklığı (K)
Demir	1043
Kobalt	2394
Nikel	631
Gadolinyum	317
Fe ₂ O ₃	893

2.3.2. Manyetik Malzemeler

Bir cisme manyetik alan uygulandığında cismin içerisinde yer alan elektronların yörüngesel ve orbital hareketleri uygulanan manyetik alana cevap vermektedir. Elektronların bu şekilde manyetik alana cevap vermesi olayına manyetizasyon denir. Uygulanan manyetik alan (H) ve cisimde meydana gelen manyetizasyon (M) arasında $M = \chi H$ denkliği bulunmaktadır. Burada χ (manyetik alıngalık) spinlerin dönüşlerine bağlı olarak bulunan bir değerdir. Malzemeler manyetik duyarlılığın ölçeği ve yönüne göre paramanyetik, diamanyetik, ferromanyetik, antiferromanyetik ve ferri manyetik olarak ayrılmaktadır. Ferrimanyetik malzemeler için $\chi < 0$ iken diğer bütün malzemeler için $\chi > 0$ eşitsizliği mevcuttur. Manyetik malzemeler yumuşak manyetik ve sert manyetik malzemelerden oluşmaktadır. Sert manyetik malzemeler ayrıca manyetize olmak için çok büyük manyetik alana ihtiyaç duyulan kalıcı manyetik materyallerdir. Ferromanyetik ve ferrimanyetik malzemeler, manyetik yönelimleri düzenlemek için ihtiyaç duyulan manyetik alanın büyüklüğüne bağlı olarak ya yumuşak manyetik ya da sert manyetik malzeme olmaktadır [43-44]. Manyetik alan koersivite (H_c) ile temsil edilmekte ve bu özelliğin büyüklüğüne ve geçirgenlik (μ) değerine göre malzemelerin sert ya da yumuşak manyetik malzeme olduğu hakkında yorum yapılabilir. Manyetik akının yerleşebilme yeteneğinin miktarı olarak tanımlanan geçirgenlik (μ) histerisiz eğrisinin eğiminden,

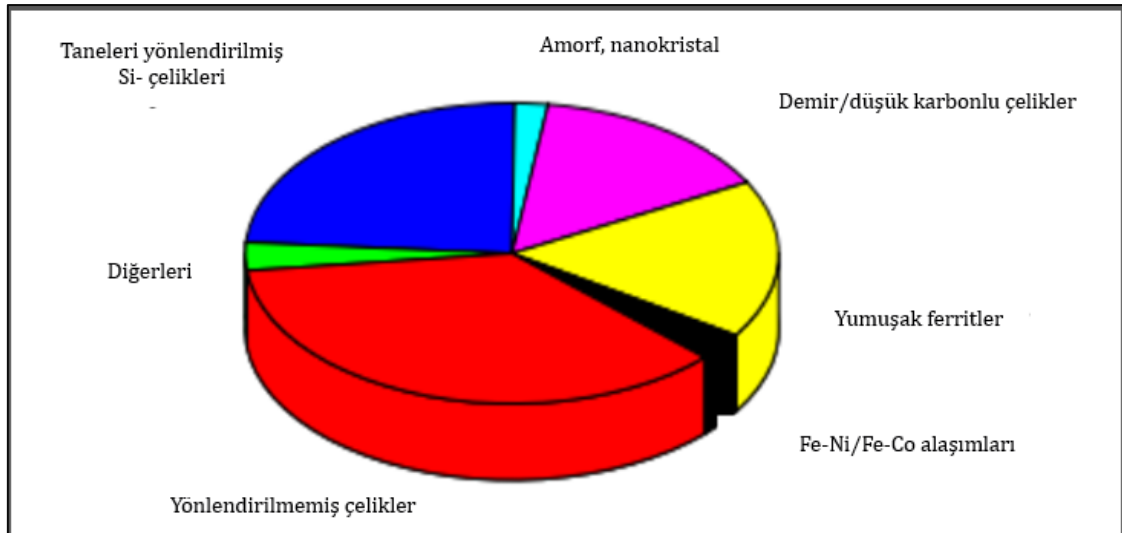
$$\mu = B/H \quad (2.6)$$

Denklem 2.6 kullanılarak hesaplanmaktadır. Geçirgenliğin maksimum olduğu nokta histerisiz eğrisinin eğiminin en büyük olduğu noktadır. Histerisiz eğrisi geniş olan malzemeler düşük geçirgenliğe (μ), yüksek kalıcı mıknatıslanmaya (M_r), yüksek zorlayıcı alana (H_c) sahiptir. Diğer taraftan histerisiz eğrisi dar olan malzemeler yüksek geçirgenliğe (μ), düşük kalıcı

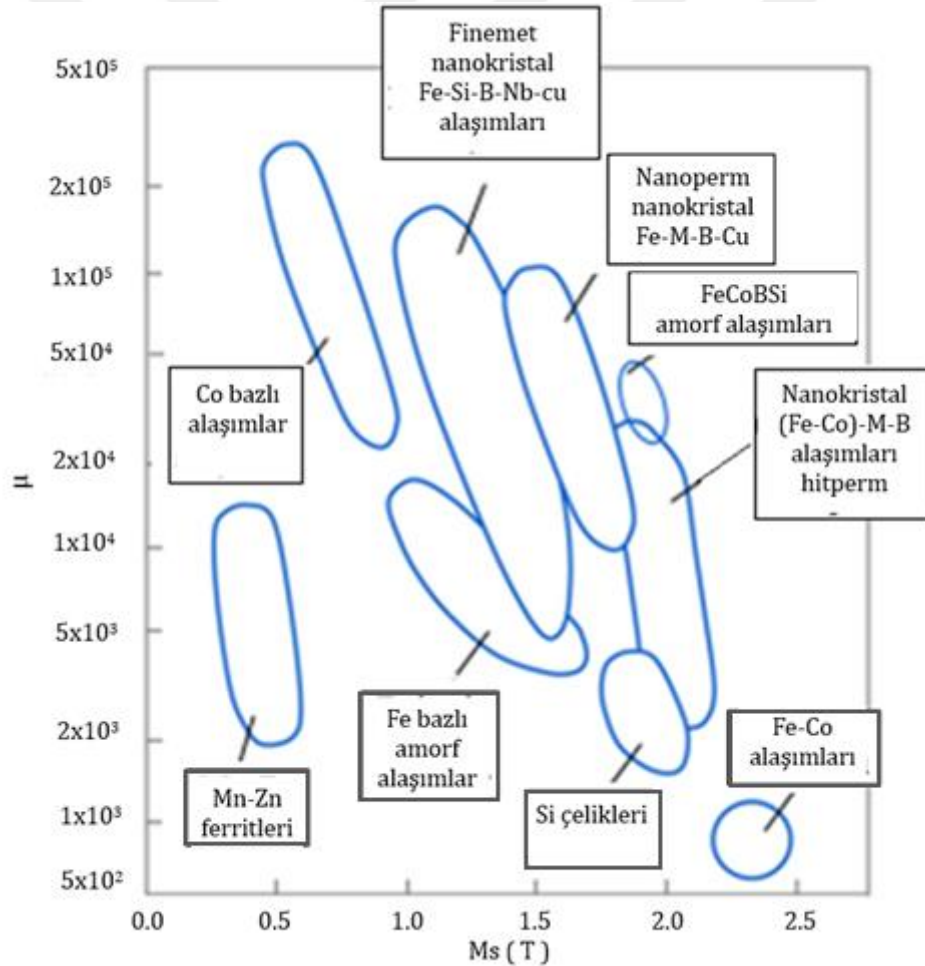
mıknatıslanmaya (M_r) ve düşük zorlayıcı alana (H_c) sahiptir [45]. İyi bir yumuşak manyetik mazleme yüksek M_s ve μ ve düşük H_c değerine sahip olmalıdır. Manyetik malzemeler günümüz endüstrisinin hemen hemen her alanında kullanılan malzemeler olmakla birlikte özellikle yumuşak manyetik özellikli malzemelerin kullanım alanlarının çok fazla olduğu bilinmektedir [44]. Piyasada kullanılan geleneksel yumuşak manyetik malzemelerin enerjinin verimli kullanılması bakımından yetersiz kaldığı ve dolayısıyla bu malzemelerin yerine geçebilecek daha üstün manyetik özelliklere sahip malzeme arayışlarının sürdüğü bilinmektedir. Bu arayışların sonucunda amorf, nanokristal, amorf+nanokristal ve nispeten çok daha yeni bir malzeme grubu olan YEA'ların, yumuşak manyetik özellikler bakımından geleneksel yumuşak manyetik malzemelere denk hatta daha üstün olduğu saptanmıştır [42].

2.3.2.1 Yumuşak Manyetik Malzemeler

Bu malzeme grubu sağlık alanında, askeri alanda, uzay endüstrisinde, güç üretim ve dağıtım transformatörlerinde ve elektronik cihazların büyük çoğunluğunda kullanılan oldukça önemli malzemelerdir. Bu malzeme gruplarından en önemlileri Şekil 2.22' de verilmiş olup bu şekil incelendiğinde yönlendirilmiş ve yönlendirilmemiş Si çeliklerinin yanı sıra yumuşak ferrit ve düşük karbonlu çeliklerin de piyasada kayda değer bir miktarda kullanıldığı açıkça görülmektedir [43]. Yumuşak manyetik malzeme olarak en çok kullanılan malzemelerden biri olan Fe-C veya paslanmaz çelikler ya da düşük karbonlu olarak da bilinen çelikler 1800' lerin başlarından bu yana kullanılmaktadır. Düşük karbonlu çelikler piyasada kullanılan en eski malzeme grubu olarak bilinmektedir. Bu malzemeler oldukça yüksek manyetik akı yoğunluğu ve düşük H_c değerine sahip olan yumuşak manyetik materyallerdir. Günümüzde hala elektro mıknatıslar, düşük güç motorları gibi düşük frekans uygulamaları için kullanılmaktadır [42-44]. Başka bir yumuşak manyetik malzeme grubu olan Si-çelikleri ise düşük karbonlu çeliklerden sonra piyasaya çıkan ve motorlar, transformatörler ve jeneratörlerde düşük karbonlu çeliklerin yerine kullanılmıştır. Silikon, M_s değerini düşürmesine rağmen demirin elektriksel direncini ve yumuşak manyetik özelliklerini iyileştiren en etkili elementlerdendir. Yönlendirilmiş ve yönlendirilmemiş Si çelikleri sırasıyla transformatörlerde ve motorlarda çekirdek malzemesi olarak kullanılmaktadır [42-44]. Fe esaslı alaşımlar ise yumuşak manyetik malzemelerin önemli ve en çok kullanılanlarıdır. Bu durum Fe elementinin sahip olduğu mükemmel manyetik özelliklere ve diğer manyetik elementlere nazaran çok daha düşük maliyetli olmasına atfedilmektedir. Fe' nin sahip olduğu bu manyetik özellikler Co, Ni, Si, V gibi elementler belirli oranlarda kullanılarak önemli ölçüde iyileştirmektedir [42-43].



Şekil 2.22. Piyasada kullanılan bazı yumuşak manyetik malzemelerin daireesel grafiği [42].



Şekil 2.23. Bazı alaşım gruplarının Ms değerlerine karşılık gelen μ değerleri [42].

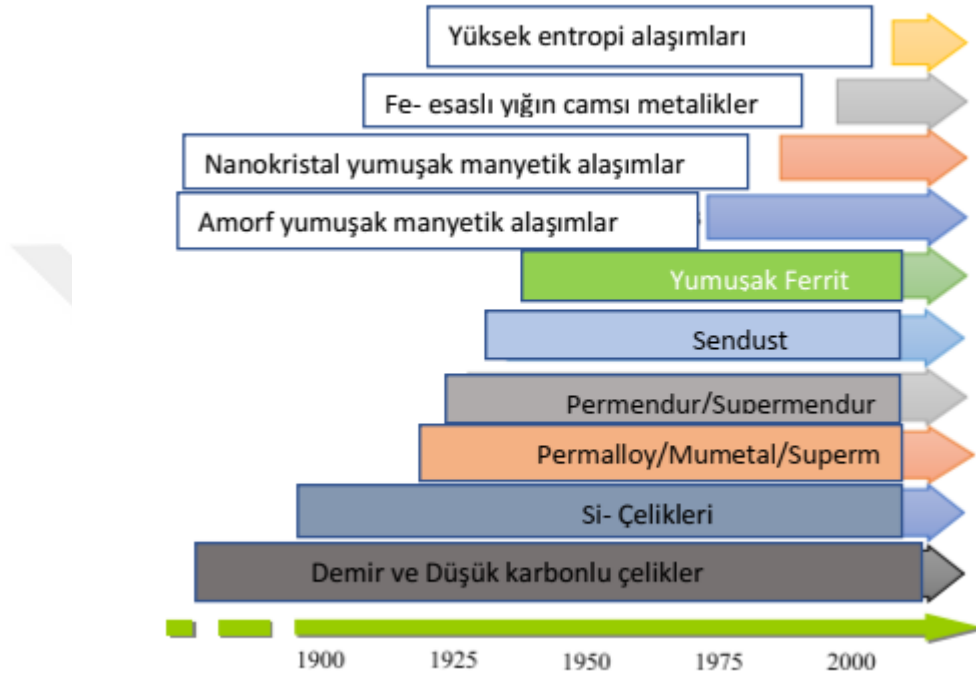
Permendur (49Fe-49Co-2V) oldukça yüksek geçirgenlik değerine sahip olmakla birlikte V eklentisinin katkısıyla iyi mekanik özellikler özellikler sergilemektedir. Aynı kompozisyne sahip olan supermendur ise özel bir üretim tekniği sayesinde çok daha yüksek M_s ve μ ve düşük H_c değerlerine sahip olmaktadır. Bu alaşımın en büyük dezavantajı, Co elementinin maliyetinin Fe elementinin maliyetine kıyasla yaklaşık olarak 6 ila 20 kat daha fazla olmasıdır. Permalloy ($Ni_{78,5}Fe_{21,5}$) ise oldukça iyi yumuşak özelliklere sahip olmakla birlikte sahip olduğu yüksek μ (87.000) değeriyle ilgi odağı olmuştur. Fe-Ni alaşım serisi genellikle elektromagnetik uygulamalar için kullanılmaktadır [42-43].

Amorf malzemeler ise kristalit yapının varlığında oluşan kristalit hataların eksikliğinden dolayı sıradışı mekanik ve manyetik özellikler sergileyen bir malzeme grubu olarak düşük karbonlu çeliklerden ve Si çeliklerinden çok daha sonra 1960'larda ortaya çıkan ve ilgi odağı olan malzemelerdir. Bu malzeme grubuyla birlikte ferromanyetik özellik için kristalit yapının gerekli olmadığı ortaya çıkarılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda amorf malzemelerin manyetize ve demanyetize olması için gerekli enerjinin kristalit yapılardan çok daha az olduğu yani enerji kayıplarının çok daha az olduğu görülmüştür. Ayrıca sahip oldukları yüksek M_s değeri ve düşük H_c değerleri sayesinde yumuşak manyetik uygulamalar için aday gösterilen malzemeler arasında yer almaktadır. Nanokristal alaşımlar ise ilk başta yarı kararlı amorf fazların kontrollü bir şekilde kristal fazlara dönüştürülmesiyle elde edilen oldukça iyi manyetik özellikler sergileyen bir başka malzeme grubudur. Bu malzeme grubu yaklaşık olarak 3×10^3 - $1,5 \times 10^5$ değerleri arasında çeşitli geçirgenlik değerlerine ve 0,8 T-1,8 T arasında oldukça yüksek M_s değerlerine sahip olarak muazzam yumuşak manyetik özellikler sergilemektedir [42-44]. Şekil 2.23' te bazı yumuşak manyetik alaşımların M_s ve μ değerlerini gösterilmektedir. Şekil incelendiğinde amorf ve nanokristal alaşımların mükemmel derecede iyi manyetik özellikler sergilediği görülmektedir.

Bir başka yumuşak manyetik malzeme grubu olan YEA'lar üretim yöntemleri ve kompozisyonları bakımından diğer alaşımlardan farklı olmakla birlikte ayrıca sahip oldukları yüksek dayanım, sertlik, iyi korozyon direnci, mükemmel manyetik özellikler, yüksek aşınma direnci, yorulma direnci, tokluk gibi özellikleri bu alaşımların diğer geleneksel alaşımlardan çok daha üstün ve farklı olmasını sağlamaktadır [7, 46-48].

Sahip oldukları bütün bu özelliklerin yanı sıra YEA lar iyi yumuşak manyetik özellikleriyle de ön plana çıkmaktadır. Özellikle yumuşak manyetik malzemelerin kullanım alanlarının fazla olması ve dolayısıyla piyasanın yumuşak manyetik malzeme ihtiyacının fazla olması, çok daha üstün manyetik özelliklere sahip malzeme arayışlarına sebep olmaktadır. Bu malzeme arayışlarının sonucu olarak birçok bakımdan diğer malzeme gruplarından üstün olan YEA lar ilgi odağı olmuş ve bu yeni malzeme grubu çeşitli yöntemler kullanılarak sentezlenmiştir [7,49,50]. Şekil 2.24 geçmişten günümüze yumuşak manyetik özellikli bazı alaşımların gelişim süreçlerini göstermektedir. Şekil incelendiğinde düşük karbonlu ve Si çeliklerinin diğer alaşımlarda çok daha

önce kullanılmaya başlandığı görülmektedir. Amorf, nanokristal, camsı metalikler ve diğerlerine nispeten çok daha yeni bir malzeme grubu olan YEA lar daha sonra piyasaya çıkmıştır. Daha sonra piyasa çıkmasına rağmen sahip oldukları üstün manyetik özellikler sayesinde YEA ların gelecekte yumuşak manyetik malzemeler de dahil olmak üzere birçok malzeme grubunun yerine kullanılabileceği öngörülmektedir [42].



Şekil 2.24. Bazı yumuşak manyetik malzemenin gelişimi [42].

2.4. Literatür Çalışmaları

Gelişmekte olan günümüz endüstrisinin ihtiyaç duyduğu üstün özellikli malzemeler, alışlagelmiş alaşım grupları ve üretim teknikleriyle karşılanamamakta dolayısıyla yeni malzeme gruplarının ve üretim tekniklerinin kullanılması kaçınılmaz bir hal almaktadır. Sıradan malzeme gruplarına kıyasla oldukça üstün özellikler sergileyen YEA'lar günümüz endüstrisinin ihtiyaç duyduğu malzemeler arasında yer almaktadır. YEA'ların diğer malzemelerde bir arada bulunması çok zor veya mümkün olmayan birçok özelliği tek bir alaşım içerisinde barındırması bu malzemeleri bilim dünyasında önemli bir konuma getirmektedir. YEAlar yüksek sertlik, tokluk, dayanım, korozyon, yorulma, sürünme direnci ve mükemmel yumuşak manyetik özelliklere sahip oldukları için günümüz malzeme grupları içerisinde en çok ilgi çeken gruplar arasında yer almaktadır. Yumuşak manyetik özelliklere sahip YEAlar ise sergiledikleri mükemmel yakın manyetik özellikleri sayesinde en ilgi çekici manyetik malzemeler arasında yer almaktadır. İlgi

odağı olmayı başaran bu malzeme grubu ark ergitme, döküm ve MA gibi üretim yöntemleri kullanılarak üretilmektedir. MA sahip olduğu üstün özellikler sayesinde, üretim yöntemleri arasında en çok tercih edilen sentez yöntemlerin birisi olarak öne çıkmaktadır. Bu yöntem kontrol edilebilir olan bilye toz oranı, öğütme hızı, öğütücü değirmen tipi, öğütme süresi, öğütücü hazne ve bilye malzemesi, öğütme ortamı ve envai çeşit alaşım kompozisyonu sayesinde istenen nitelikte alaşım sentezlemeye olanak sağlamaktadır. Ayrıca amorf, nanokristal, intermetalik, YEA, kompozit gibi malzemelerin sentezlenmesi için yaygın olarak kullanılan bir yöntem olmaktadır. Bu yöntem kullanılarak günümüz teknolojisinde ve endüstrisinde en çok ihtiyaç duyulan malzemeler arasında yer alan yumuşak manyetik özellikli malzemeler istenen nitelikte sentezlenebilmektedir. Bu malzeme grubunun giderek daha geniş bir alanda kullanılıyor olması bu malzemelere duyulan ihtiyacın artması anlamına gelmektedir. Yumuşak manyetik malzemeler ele alındığında genellikle Fe, Co, Ni gibi iyi manyetik özelliklere sahip elementlerin kullanıldığı açıkça görülmektedir. Yumuşak manyetik özellikli YEA kompozisyonları ele alındığında genellikle bu üç elementin veya en az ikisinin bir arada çokça tercih edildiği ve elde edilen sonuçların mükemmel yumuşak manyetik özellik sergilediği araştırılmıştır.

Bu tez çalışmasında FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr alaşımları MA yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Nb ve Cr eklentisinin FeCoNi alaşımının yapısal, morfolojik ve manyetik özelliklerine etkisi detaylı bir şekilde araştırılmıştır. MA yöntemiyle sentezlenmiş olan bazı manyetik YEA' lar sonuçlarıyla birlikte aşağıda özetlenmiştir.

CoCr_xCuFeMnNi YEA, aşırı doymuş katı çözelti olarak MA yöntemi ile Zhao ve arkadaşları tarafından sentezlenmiş, mikroyapısı ve manyetik özellikleri araştırılmıştır. Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni başlangıç elementlerinin partikül boyutları $\leq 75 \mu\text{m}$ ve %99,9 saflıkta kullanılmıştır. Alaşımda kullanılan Cr elementi sırasıyla 0, 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mol değerlerinde kullanılmış ve Ar atmosferi altında gezegensel tip yüksek enerjili değirmende öğütülmüştür. Bilye/toz oranı 10:5 ve öğütme hızı 300 rpm olarak seçilmiştir. 45 sa kuru öğütmeden sonra etanol içerisinde 5 sa ıslak öğütme yapılmıştır. 30 saat öğütme işleminden sonra YEA sadece basit ymk yapıli aşırı doymuş katı çözelti oluşturulmuştur. 50 saat öğütme işleminden sonra CoCuFeMnNi alaşımının yüksek Ms (84 emu/gr) ve düşük Hc (6 Oe) değerlerine sahip olduğu ve yüksek manyetik özellikler sergilediği görülmüştür. Ek olarak bu alaşımın histerisiz eğrisinin asimetrik değişiklik sergilediği ve Hc değerinin yaklaşık 2,3 Oe değiştiği gözlenmiştir. Cr elementinin 1,5 ve 2 mol arttırıldığında YEA yapısının ymk ve ymk fazlarından oluştuğu gözlenmiştir. Sonuç olarak Cr elementinin miktarı arttırıldığında hmk fazının oluşumundan ve ferromanyetik bileşenlerin azalmasından dolayı manyetik özelliklerin aşamalı olarak azaldığı gözlenmiştir. CoCr_xCuFeMnNi alaşımları içerisinde CoCuFeMnNi alaşımı en yüksek Ms (84 emu/gr) ve en düşük Hc (6 Oe) değerleriyle yüksek manyetik özellikler sergilemiştir. Yapılan çalışmadan, ymk fazının hmk fazından daha yüksek manyetik özellik sergilemektedir. [20].

Mishra ve arkadaşları tarafından CoCrFeNiTi temelli $\text{Co}_{35}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$, $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{35}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ ve $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{35}\text{Ti}_{20}$ YEA' lar MA yöntemiyle sentezlenmiştir. Bu çalışmada Co/Cr, Fe/Cr ve Ni/Cr bileşenlerinin ayrı ayrı CoCrFeNiTi alaşımının yapısal ve manyetik davranışları üzerindeki etkisi detaylı bir şekilde araştırılmıştır. Sentezlenen alaşım 200 °C ve 700 °C derecede olmak üzere iki kere vakum altında tavlansmıştır. Yapılan tavlama işlemlerinden 200 °C derecede olanının sentezlenen fazın bağıl hacim oranını etkilemediği görülmüştür. Öte yandan 700°C derecede yapılan tavlamanın sentezlenen fazın bağıl hacim oranını önemli ölçüde etkilediği gözlenmiştir. Sentezlenen $\text{Co}_{35}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$, $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{35}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ ve $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{35}\text{Ti}_{20}$ alaşımları için Ms değerleri sırasıyla 45,9 Am²/kg, 41,9 Am²/kg ve 31,1 Am²/kg olarak bulunurken Hc değerleri sırasıyla 16,5; 89 ve 39,4 Oe bulunmuştur. Sentezlenen $\text{Co}_{35}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ alaşımı için Hc değerine dayanarak iyi bir manyetik malzeme olduğu düşünülmüştür. Öte yandan $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{35}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ alaşımının Ms ve Hc değerlerine bakıldığında yarı sert manyetik bir özellik sergilediği görülmüştür. 200°C derece tavlama işleminden sonra Ms değerinin yaklaşık olarak 2 katına çıktığı ve Hc değerinin ise yaklaşık olarak aynı değerde kaldığı görülmüştür. Ancak 700 °C derecede tavlama işleminden sonra $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{35}\text{Ti}_{20}$ alaşımı için Hc değerinin önemli ölçüde azaldığı belirtilmiştir. $\text{Co}_{35}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ alaşımı için 200 °C (2 ve 10 sa) ve 700 °C derecede tavlama işlemlerinden sonra Ms değerleri sırasıyla 78,8, 80,6 ve 86,8 Am²/kg bulunmuştur. Aynı değerler $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{35}\text{Ni}_{20}\text{Ti}_{20}$ alaşımı için sırasıyla 79,6, 76,4 ve 55,8 Am²/kg ve son olarak $\text{Co}_{20}\text{Cr}_5\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{35}\text{Ti}_{20}$ için bu değerler sırasıyla 53,1, 54,6 ve 38,8 Am²/kg olarak bulunmuştur. Bu çalışmada manyetik özelliği geliştirmek için alaşımı oluşturan bileşenler çeşitli oranlarda (atomik oran) birleştirilmiş ve sentez işlemi sonrasında tavlama işlemi yapılmıştır [34].

Yüksek saflıkta (%99) Fe, Co, Ni, Cu, Al elementel tozları Duan ve arkadaşları tarafından temin edilmiş ve gezegensel tip öğütücüde 300 rpm hızında 10, 30, 50, 70, 90 sa gibi farklı süre alaşımlanmış ve deneylerin sonunda karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Karakterizasyon işlemleri için XRD, VSM, SEM, lazer parçacık boyutu dağılımı analizi, ağ vektörü analizi gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır. Farklı süreler (10, 30, 50, 70, 90 sa) için Ms değerleri 69,1 ile 94,2 emu/gr arasında ölçülmüştür. 90 sa öğütme sonunda Ms değeri yaklaşık 73 iken tavlama işleminden sonra 94,2 emu/gr değerine ulaştığı gözlenmiştir. Hc değerleri ise 67,6 ile 105,1 Oe değerleri arasında ölçülmüştür. Sonuç alaşımının maksimum yansıtma kaybı (RL) 30 saat öğütmeden sonra 7,84 GHz frekansta-19,17 dB olarak bulunmuştur. Tavlama işleminden sonra AlFe₃ ve CoFe₂O₄ olmak üzere Ms değerini iyileştiren iki faz gözlenmiştir. Bu destekleyici buluşlar mikrodalga absorpsiyon uygulamaları için YEA ların potansiyel avantajlarının olduğunu ortaya koymaktadır [35].

%99,5 saflıkta Co, Cr, Cu, Fe, Mn ve Ni elementel tozları MA yöntemi ile Zhao ve arkadaşları tarafından üretilmiştir. Co_xCrCuFeMnNi (x = 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mol) MA yöntemiyle YEA

45 sa kuru olarak alaşımlanmış, ardından 5 sa boyunca etanol içerisinde ıslak alaşımlanması sağlanmıştır. Alaşımlama için bilye/toz oranı 10:1 seçilmiş ve yüksek enerjili 300 rpm hızında gezegensel tip bir öğütücü kullanılmıştır. Bunlara ek olarak çapı 5 mm ve 10 mm olan iki farklı çapta paslanmaz çelik bilyeler kullanılmıştır. MA sürecinin 5, 10, 15, 30, 45 ve 50 saatten sonra numuneler alınmış ve karakterize edilmiştir. MA işleminin 50 saatinden sonra farklı sıcaklıklar (700, 800, 900 °C) ve 6×10^{-3} Pa basınç altında tavlama işlemine tabi tutulmuştur. Sentezlenmiş olan sonuç alaşımlarının karakterizasyonu için XRD, SEM- EDS, TEM, DSC ve manyetik özellikler için SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır. MA ile 50 sa öğütme işleminden sonra $\text{Co}_{0.5}\text{CrCuFeMnNi}$ YEA nın büyük miktarda ymk ve küçük miktarda hmk faz yapısında olmasının diğer üç YEA sadece ymk fazından oluştuğu gözlenmiştir. $\text{Co}_{0.5}\text{CrCuFeMnNi}$ 700°C derecede Tavlama işleminden sonra ymk1 ve ymk2 fazlarına ek olarak küçük miktarda q fazı içerdiği gözlenmiş ve 900°C derecede tavlama işleminden sonra sadece ymk1 ve ymk2 fazları gözlenmiştir. Farklı sıcaklıklar altında tavlama işleminden sonra diğer üç sonuç alaşımlarının tamamında yalnızca ymk1 ve ymk2 fazlarının olduğu görülmüştür. $\text{Co}_{0.5}\text{CrCuFeMnNi}$ için Ms, Hc ve kalıcı manyetizasyon oranı değerleri sırasıyla 21 emu/gr, 63 Oe, %16 olarak bulunmuştur. Co elementi 2 mol değerine yükseltildiğinde bu değerler sırasıyla 52 emu/gr, 14 Oe, %3 olarak bulunmuştur. Diğer dört YEA arasında $\text{Co}_{2.0}\text{CrCuFeMnNi}$ alaşımlarının en iyi yumuşak manyetik özellik gösterdiği görülmüştür [37].

Wei Ji ve arkadaşları tarafından CoCrFeNiMn YEA MA ve SPS (Spark Plasma Sintering) yöntemleri kullanılarak sentezlenmiştir. Alaşım tozlarının 60 saat öğütülmesi ile hmk yapıları fazların kristalit boyutları $12,7 \pm 0,01$ nm ve latis parametreleri $2,878 \pm 0,01$ Å olarak bulunurken ymk yapıları fazların kristalit boyutları ve latis parametresi değerleri sırasıyla; $9,8 \pm 0,01$ nm, $3,536 \pm 0,02$ Å olarak bulunmuştur. SPS işleminden sonra, YEA yığınlarında sadece bir ymk fazı gözlenmiştir. Sinterleme işlemi sonrasında elde edilen malzemenin 1987 MPa büyüklüğünde yüksek basınç mukavemeti sergilediği görülmüştür. Ayrıca SPS işlemi sonrasında yapı yığılması ve değişken manyetik geçişler gözlenmiştir [51].

S. Praven ve arkadaşları tarafından AlCoCrCuFe ve NiCoCrCuFe nanoyapıları MA yöntemiyle YEA olarak yarı kararlı bir formda üretilmiştir. AlCoCrCuFe alaşımlarının içindeki Al elementini Ni ile değiştirildiğinde hmk yapıların ymk yapıya dönüştüğü gözlenmiştir. AlCoCrCuFe alaşımlarındaki Cu' nun hmk fazı ile birlikte küçük miktarda ymk fazı oluşturduğu ve NiCoCrCuFe alaşımlarındaki Cr'nin çözünmesi büyük miktarda ymk fazının yanında küçük miktarda hmk fazını oluşturduğu görülmüştür. Sonuç olarak sinterleme sonrasında Cu içeren bir alaşımda Cu'nun çöktüğü ve Cr içeren bir alaşımda Cr bakımından zengin bir sigma fazının oluştuğu gözlenmiştir. Nanokristalitnin 900°C derecede sinterlemeden sonra bile korunduğu görülmüştür. AlCoCrCuFe alaşımı 770 ± 10 HV gibi yüksek bir sertlik değeri gösterdiği hesaplanmıştır. Elde edilen bu yüksek sertliğin sebebi Cr' nin sigma fazının (B2) oluşmasıdır [52].

Chung-Jin Tong ve arkadaşları $Al_xCoCrCuFeNi$ YEA' lara yeni bir yaklaşım getirerek farklı miktarlarda Al elementinin bu alaşıma etkilerini araştırmışlardır. Gelişmiş bir ark eritme ve döküm yöntemi kullanılarak sentezleme işlemi yapılmış ve sentez sonrasında XRD, SEM, TEM, DTA ve SAD (Selected Area Diffraction) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Eritme işlemi homojeniteye artırmak ve basit yapılı fazların oluşması için en az 5 defa tekrarlanmıştır. Al içeriği $x < 0,5$ olduğunda alaşımlar basit bir ymk katı çözeltisinden oluştuğu gözlenmiştir. Al içeriği $x=1$ olduğunda hem ymk hem de hmk fazlarının birlikte oluştuğu görülmüştür. Al içeriği $x > 2,3$ olduğundaysa sadece ymk fazının oluştuğu görülmüştür [53].

K.B. Zhang ve arkadaşları tarafından $CoCrFeNiCuAl$ alaşımı MA yöntemi kullanılarak YEA olarak sentezlenmiştir. Alaşım tozlarının 42 saatten daha fazla öğütülmesinin, aşırı doymuş alaşımın oluşmasını sağladığı görülmüştür. Alaşım tozlarının 60 sa öğütülmesi ise yoğun yığılmalara sebep olmakta ve partikül boyutunun $5 \mu m$ değerini almaktadır. YEA formunda MA yöntemiyle 60 saat öğütülen tozların yüksek kafes zorlanmalarına maruz kaldığı ve bu sebeple mükemmel kimyasal homojenlikte olduğu gözlenmiştir. Katı çözelti alaşımının $600^\circ C$ derece bir saat tavlama işlemi yapıldıktan çökertilmiştir [54].

S. Varalakshmi ve arkadaşları YEA $AlFeTiCrZnCu$ 'yu MA yöntemiyle üretmişlerdir. Al, Fe, Ti, Cr, Zn, Cu başlangıç tozları %99,5 saflıkta ve başlangıç çapları $45 \mu m$ 'ye eşit ya da küçük olan elementel tozlar olarak temin edilmiştir. Bu başlangıç tozları bilye toz oranı 10:1 olacak şekilde hazırlanmış ve yüksek enerjili 300 rpm gezegensel tip öğütücüde 20 sa boyunca öğütülmüştür. Nanoyapılı katı çözeltilerin oluşumu hmk fazıyla tüm bileşimlerde görülmüştür. MA ile yaklaşık 10 nm boyutunda mükemmel kimyasal homojen yapısında nanopartiküller üretilmiştir. Elde edilen YEA' nın 1 sa boyunca sinterlendikten sonra bile 2 GPa gibi yüksek bir dayanım gösterdiği gözlenmiştir. Sentezlenen alaşım tozları XRD, TEM ve EDS kullanılarak karakterize edilmiştir. Alaşımda yer alan elementlerin yoğunlukları XRD kullanılarak hesaplanmıştır [55].

Burak ve arkadaşları tarafından Ultrasonik Sprey Piroiliz –Hidrojen Redüksiyonu (USP-HR) üretim tekniğiyle $FeNiCoCu$ YEA' yı sentezlenmiştir. Alaşım farklı başlangıç yoğunluğundaki çözeltilerden (0,1; 0,2; 0,4 M $FeNiCoCu$ -nitrat) $800^\circ C$ redüksiyon sıcaklığında sentezlenmiştir. Yapılan çalışmada başlangıç çözeltilerinin molar değişimlerinin sonuç partikül boyutlarına, morfolojisine ve boyut dağılımına olan etkisini araştırılmıştır. Sentezlenen alaşımın küresel morfolojide homojen partikül boyut dağılımında olduğu XRD, SEM-EDS ve XPS karakterizasyon yöntemleri kullanılarak belirlenmiştir. $FeNiCoCu$ alaşım partiküllerinin yüzeyinde Cu' nun tanımlanmasıyla birlikte bu alaşımın düşük sıcaklık uygulamalarında (düşük sıcaklık yakıt pilleri gibi) kullanılabileceği rapor edilmiştir [56].

S. Varalakshmi ve arkadaşları tarafından MA yöntemi ile başlangıç tozları 20 sa öğütülerek nanokristal $CuNiCoZnAlTi$ YEA sentezlenmiştir. Üretilen YEA' yı XRD, TEM ve SEM

karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Çapları 45 μm ' ye eşit ya da küçük olan Cu, Ni, Co, Zn, Al, Ti başlangıç elementel tozları %99,7 saflıkta temin edilmiş ve eşit atomik oranlarda birleştirilmiştir. YEA esasen hmk yapıda ve 10nm boyutunda başlangıç katı çözeltilerinden sentezlenmiştir. Bu alaşım vakum altında 30MPa basınç ve 800°C' de sıcak pres kullanılarak %99,95 yoğunluğuna ulaştırılmıştır. Elde edilen YEA' nın sertlik değeri 7,55 GPa ve 2,36 GPa olarak bulunmuştur. Böylece eşit oranlı 6 elementten oluşan ymk gibi basit yapıli katı çözeltilerin MA ile istenen özelliklerde başarılı bir şekilde sentezlenebildiği görülmüştür [57].

K.B Zhang ve arkadaşları eşit atomik yapıli ve çok bileşenli CuCrFeNiTiAl YEA' yı MA yöntemi ile sentezlemişlerdir. Yapılan çalışmada öğütme süresinin ve tavlamanın mikroyapı ve morfoloji dönüşümü üzerindeki etkiler araştırılmıştır. Elde edilen YEA; XRD, TEM, SEM kullanılarak karakterize edilmiştir. Başlangıç çözeltileri 18 sa öğütüldükten sonra aşırı doymuş hmk ve ymk yapıli katı çözeltilerin oluştuğu gözlenmiştir. 30 sa öğütme işleminden sonra 5 μm daha küçük boyutlarda mükemmel homojeniteye sahip nanopartiküller elde edilmiştir. 30 saat öğütülen katı çözeltili 600°C' de 1 sa tavlendiğinde iki hmk yapıli katı çözeltilinin oluştuğu gözlenmiştir. Basit katı çözeltilinin yapısının 1000°C' de tavlandıktan sonra bile korunduğu görülmüştür. 30 saat öğütülmüş katı çözeltili SPS ile hızlı bir şekilde yoğunluğu yüksek bir çözeltili haline getirilebilir. Elde edilen YEA 80 °C de sinterlendiğinde %98 yoğunluğa ulaşılmıştır. Vickers sertlik değerinin 432 HV gibi yüksek bir değere sahip olması, alaşımın iyi sinterleme yeteneğine sahip olduğunu göstermiştir [58].

Chao Wang ve arkadaşları tarafından CoCrFeNiMnAl YEA' yı MA yöntemi ile üretilmiş, mikroyapı ve tavlama davranışları araştırılmıştır. Üretilen nanopartikül çözeltileri XRD, TEM ve SEM kullanılarak karakterize edilmiştir. Basit yapıli katı çözeltilinin tane büyüklüğü 30 saat öğütme işleminden sonra 20 nm olarak bulunmuştur. Katı çözeltilinin 500°C nin üzerindeki sıcaklıklarda ymk faza dönüşmeye başladığı gözlenmiştir. TEM sonuçları hmk ve ymk fazlarının 800°C' de SPS işleminden sonra birlikte bulunduğunu göstermiştir. Yığın numunelerin katı çözeltili muavetlenmesi ve hmk yapısından dolayı 662 HV değerinde Vickers sertliği ve 2142 MPa değerinde basma dayanımı gösterdiği gözlenmiştir [59].

P.F. Yu L.J. Zhang ve arkadaşları tarafından CoCrFeCuNi ve CoCrFeMnNi olmak üzere iki çoklu eşit atomik yapıli YEA MA ile sentezlenmiş ve HPS (High Pressure Sintering) ile birleştirilmiştir. Sentezlenen YEA' lar XRD, SEM, TEM ve VSM ile karakterize edilmiştir. Üretilen YEAlar basit ymk yapıli ve katı çözeltilerin tane büyüklüğü 100 nm olarak bulunmuştur. CoCrFeCuNi ve CoCrFeMnNi için toplu yığın modülleri 117,5 ve 136 GPa olarak hesaplanmıştır. CoCrFeCuNi ve CoCrFeMnNi için Vickers sertlik değerleri sırasıyla 494 HV ve 587 HV olarak bulunmuştur. CoCrFeMnNi için MS (Doygunluk Mıknatıslanma) değeri 1,34 emu/gr bulunurken CoCrFeCuNi için MS 53,41 emu/gr gibi yüksek bir değer olarak bulunmuştur. Bu çalışma MA –

HPS yönteminin yüksek sertlikte, yüksek yığın modülünde ve kontrol edilebilir manyetik özelliklerde YEA'ların sentezi için kullanılabilecek etkili bir yöntem olduğunu göstermiştir [60].

Vikas Shivam ve arkadaşları tarafından 6 elementli eşit atomik yapıda YEA AlCoCrFeNiMn MA ile öğütülmüştür. Öğütülen YEA, XRD, SEM, TEM yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Alaşım çözeltisi 40 sa öğütüldükten sonra oluşan partikül boyutunun 3 μm değerinden daha küçük gözlenmiştir. 40 sa öğütme işleminden ymk ($a=2,89 \pm 0,03 \text{ \AA}$) fazlı katı çözeltinin latis parametrelerinin Fe ve Cr elementlerinin latis parametrelerine çok yakın olduğu gözlenmiştir. Benzer bir şekilde hmk katı çözeltisi 3 elementli AlCoCr ve FeMnNi içeren iki farklı öğütme kompozisyonu takip edilerek oluşturulabilir. Bu alaşımların 500°C' de dengelendiği XRD ve TEM sonuçlarıyla doğrulanmıştır. Daha yüksek sıcaklıklardaki ısıtılma işleminin ymk fazını oluşturmalarının Ni_3Al ve Mn_3Co_7 fazlarıyla ilişkili olduğu görülmüştür. Yarı deneysel termodinamik analizler $T\Delta S/\Delta H$ oranının yaklaşık 2,5 olduğu hesaplanmıştır. Bu oran üretilen alaşımların YEA olduğunu göstermiştir [61].

FeCoNiMnV alaşımı MA yöntemi kullanılarak Alijani ve arkadaşları tarafından sentezlenmiş ve sentezlenmiş olan alaşımların manyetik özellikleri ve faz yapıları araştırılmıştır. Bu çalışmada gezegensel tip bir öğütücü kullanılmış ve sentezleme işlemi için 350 rpm hızı seçilmiştir. Bununla birlikte bilye/ toz oranı 10:1 olarak belirlenmiş ve XRD için bakır plaka ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$) kullanılmıştır. MA süreci devam ederken belirli zaman aralıklarında alaşım tozlarından numune alınarak karakterize edilmiş ve mil süresinin manyetik özelliklere ve mikro yapıya etkisi araştırılmıştır. Farklı MA sürelerindeki faz oluşumlarını araştırmak için SEM –EDS kullanılmasına ek olarak XRD yöntemi kullanılmıştır. MA süresince alınan numelerin yapı sonuçlarına göre süreç boyunca hmk ve ymk fazlarının bir arada bulunduğu gözlemlenmiştir. Üretilen YEA manyetik özelliklerini karakterize etmek için VSM kullanılmıştır. Ek olarak çeşitli faz oluşumlarına ve saptamalarına dayanarak M_s max değeri 48 saattlik MA süresinin sonunda VSM kullanılarak 100 emu/gr olarak ölçülmüştür. VSM ölçümü yaklaşık olarak 12 kOe manyetik alan uygulanarak hesaplanmıştır. MA sürecinde M_s değerinin 48 ile 96 saatleri arasında devamlı olarak düştüğü gözlemlenmiştir. Sonuç olarak üretilmiş olan alaşım yumuşak manyetik özellikli bir alaşım olarak değerlendirilmiştir [62].

Mishra ve arkadaşları CrFeMnNiTi YEA'yı %31,74 hmk ve %68,25 ymk olmak üzere iki farklı faz karışımı olarak üretmişlerdir. MA ile CrFeMnNiTi YEA sentezleme işlemi 20 sa kadar sürmüş ve elde edilen sonuç alaşımlarının M_s değerinin 13.39 emu/gr, H_c değerinin 162,2 Oe olduğu bulunmuştur. Daha sonra vakumlu bir ortamda 500 °C derecede tavlama işlemine tabi tutulduğunda M_s değerinin 13,39 emu/gr değerinden 27,96 emu/gr değerine yükseldiği Mishra ve arkadaşları tarafından gözlenmiştir. Aynı tavlama işlemi 700°C derecede yapıldığında M_s değerinin 13,9'dan 2,95 emu/gr değerine düştüğü görülmüştür. Ayrıca 500 ve 700°C derede yapılan tavlama işlemlerinde hmk fazını değerlerinin sırasıyla 38,84 ve 19,92 olduğu

gözlenmiştir. Bu değerler Ms değerleriyle birlikte analiz edildiğinde hmk faz oranının artmasıyla birlikte Ms değerlerinin de arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca açık havada 500°C derecede tavlama işlemleri yapıldığında Ms değerinin 13,39'dan 32,85 emu/gr değerine yükseldiği ve maksimum değerini bu koşullarda aldığı görülmüştür. Ms değerinin bu yükselmesi oksit ve spinel fazları oluşumunun yanı sıra yüksek hmk fazını içermesine atfedilmiştir. Öte yandan açık havada 500°C derecede tavlama işleminden sonra Hc' nin minimum değere 159,34 Oe ye düştüğü gözlenmiştir. Bu çalışmada sonuç olarak farklı koşullar ve sıcaklıklar altında tavlama işleminin manyetik özelliğini iyileştirebildiği gözlemlenmiştir [63].

FeCoNiCr_{0,2}Si_{0,2} YEA Zhang ve arkadaşları tarafından her bir elementi %99,9 saflıkta seçilerek arc ergitme yöntemiyle Ar atmosferinde ve su soğutmalı bakır sistem içinde sentezlenmiştir. Sentezlenen alaşımı karakterize etmek için XRD, SEM, DSC, VSM EBSD (electron backscatter diffraction) yöntemleri kullanılmıştır. Sentezlenmiş olan has döküm YEA' nın yaklaşık 187,9 A/m Hc değeriyle ve yaklaşık %60 plastik deformasyonla birlikte mükemmel mekanik ve manyetik özellik sergilediği gözlenmiştir. Ayrıca sentezleme işleminden sonra Ms değeri 98,11 iken haddelemeden ve tavlamadan sonra sırasıyla 102,96 ve 98,33 emu/gr olarak ölçülmüştür. Alaşımın Hc değeri Fe, Ni, Co ve Cr içeren YEA ile kıyaslandığında neredeyse en düşük bu alaşımda olduğu görülmüştür. Ayrıca alaşım basit yapıyla ymk fazından oluştuğu gözlenmiş ve tavlama işleminden sonra yeni bir faz oluşumu gözlenmemiştir. Bu alaşım için haddeleme ve tavlama manyetik ve mekanik özellikleri iyileştirmek için kullanılmıştır. Haddeleme işleminin 773 K sıcaklıkta yapılmasına takiben tavlama işleminin 1273 K sıcaklığında yapılması akma dayanımı (σ_A) ve gerilme direnci sırasıyla 320 ve 920 MPa değerine arttırdığı görülmüştür. Sonuç olarak tavlama işleminden sonra alaşımda yüksek esneklik ve kalıcı yüksek manyetik özellik gözlenmiştir. Bu çalışma mükemmel manyetik ve mekanik özelliklerin kombinasyonları ile YEA' ları geliştirmenin mümkün olduğunu göstermiştir [64].

(Fe_{0,3}Co_{0,5}Ni_{0,2})_{100-x}(Al_{1/3}Si_{2/3})_x YEA serisinin (X= 0, 5, 10, 15, 25) manyetik mekanik özellikleri oda sıcaklığı altında Zhang ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır. Fe_{0,3}Co_{0,5}Ni_{0,2} temelli alaşımlar sahip oldukları oldukça düşük manyetizasyon direnci katsayısı sebebiyle seçilmesi önerilmektedir. Sentezlenen alaşımın soğuk haddeleme ve 1000 °C derecede tavlamadan sonra büyük ölçüde ymk fazından oluştuğu bulunmuştur. Ancak alaşımdaki (Al_{1/3}Si_{2/3})_x miktarı arttıkça aşamalı olarak Ms değerinin 168,06 değerinden 116,48 emu/gr değerine düştüğü görülmüştür. Buna karşın Hc değerinin de alaşımdaki x değeri 0'dan 25'e arttığında 887,93 değerinden 990,48 A/m değerine arttığı gözlenmiştir. Sentezlenen sonuç alaşımı X ≤ 10 olduğunda durumlarda büyük oranda ymk fazından oluştuğu ancak bu değerden büyük olduğunda hmk yapıdan oluştuğu gözlenmiştir. Alaşımın sadece iyi bir mekanik ve manyetik özellik sergilemekle kalmadığı ayrıca kolay fabrikasyon ve iyi bir manyetik amorf malzemenin üzerinde termal dengeye sahip olduğu görülmüştür. Sonuç alaşımlarından

$(\text{Fe}_{0.3}\text{Co}_{0.5}\text{Ni}_{0.2})_{95}(\text{Al}_{1/3}\text{Si}_{2/3})_5$ ($X=5$ oluğunda) alaşımının sahip olduğu iyi manyetik özelliklerinden dolayı geniş çaplı endüstriyel uygulamalarda umut vadettiği görülmüştür [47].

Zhang ve arkadaşları ab başlangıç hesaplamalarını kullanarak ymk ve hmk yapıları paramanyetik $\text{Al}_x\text{CrMnFeCoNi}$ ($0 \leq x \leq 5$) YEA' nın elastik özelliklerini araştırmışlardır. İlk prensiplerin elektronik yapı hesaplamaları EMTO (Exact Muffin-tin Orbitals) kullanılarak yürütülmüştür. Tutarlı hesaplamalar yapmak ve toplam enerjiyi hesaplamak için PBE (Perdew-Burke-Ernzerhof) değişim korelasyon fonksiyonları kullanılmıştır. Manyetik bozuklukları iyileştirmek için CPA (Coherent Potential Approximation) yöntemi benimsenmiştir. Mevcut deneysel verilerle karşılaştırıldığında uygulanan yaklaşımın elastik modülü doğru bir şekilde hesapladığı görülmüştür. Tahmin edilen kafes sabitinin Al elementinin eklenmesiyle düzenli bir şekilde arttığı ve elastik modülün karmaşık yapıya büründüğü rapor edilmiştir. Elastik modülün her iki faz için de beklenmedik derecede yüksek olduğu bulunmuştur. Hem hmk hem de ymk yapıları için tek bir kristal Young modülünün en geniş değeri $\langle 111 \rangle$ ($\langle 100 \rangle$) parametreleri boyunca görülmektedir. Cauchy basıncı ve Pugh oranı ymk yapıları $\text{Al}_x\text{CrMnFeCoNi}$ alaşımına Al elementinin eklenmesiyle daha kırılğan bir hale geldiğini göstermiştir. Öte yandan ymk yapıları $\text{Al}_x\text{CrMnFeCoNi}$ alaşımının düşük Al ve yüksek Al bölgelerinde kırılğan olduğu öngörülmüştür. Önceki Mn içerikli YEA ile kıyaslandığında Mn bileşeninin $\text{Al}_x\text{CrMnFeCoNi}$ alaşımını daha kırılğan bir hale getirdiği gözlenmiştir. Cauchy basıncı ve Pugh oranı ile formüle edilen kırılğanlık/süneklik ancak güçlü bir elastik anizotropi oluştuğunda tutarlı olmuştur. Bu çalışmadaki mevcut buluşlar deneysel verilerle birleştirildiğinde YEA sistemleri için anormal metalik karakter önerilmektedir [65].

Güçlü statik manyetik alanın mikro yapıları ve düzenlemek ve malzemelerin özelliklerini geliştirmek için eşsiz bir yol olduğu Wang ve arkadaşları tarafından öne sürülmüştür. Yumuşak manyetik malzeme $\text{FeCoNi}(\text{AlSi})_{0.2}$ alaşımı YEA temel alınarak tasarlanmıştır. $\text{FeCoNi}(\text{AlSi})_{0.2}$ alaşımı ark ergitme yöntemi ile Ar atmosferi altında hazırlanmıştır. Her bir külçe elementlerin homojen dağılması için dört kez ergitilmiştir. Bu çalışmada Wang ve arkadaşları alaşımın mikro yapı, mekanik, elektriksel ve manyetik özelliklerini ayarlamak için güçlü manyetik alan uygulamışlardır. Sonuçlar manyetik alan yoğunluğunun artmasıyla ilk başta Vickers sertlik ve Ms değerinin arttığı daha sonra azaldığı ve 5T' de maksimum değerine ulaştığı görülmüştür. Öte yandan akma dayanımı, kalıcı manyetizasyon (M_r) ve Hc değerlerinin ise manyetik alan yoğunluğu azaldığında arttığı gözlenmiştir. Öz direnç değerlerinin manyetik alan yoğunluğunun artırılması ile geliştirildiği bulunmuştur. Manyetik alan yoğunluğunun etkileri mikro yapı dönüşümleri ve atomik yapı seviyesi ve yapı bozukluğu ile yorumlanmıştır. Farklı manyetik yoğunluklarda YEA' nın katılma esnasında 5T 'ye kadar tek bir ymk fazından oluştuğu, maksimum Vickers değerinin (190 HV) ve minimum akma dayanımının (172 MPa) olduğu gözlenmiştir. Maksimum Ms değerinin 5T' de dikey ve paralel manyetik yönlendirmeler için

sırasıyla 121,7 emu/gr ve 97,7 emu/gr olduğu hesaplanmıştır. Öte yandan Hc değerleri 5T' de dikey ve paralel manyetik alanlar için sırasıyla 2,19 Oe ve 2,29 Oe olarak bulunmuştur [66].

Wang ve arkadaşları tarafından FeSiBAlNiCo_x (x = 0,2; 0,8) YEA, MA ile 140 saatte üretilmiş ve kıvılcım plazma sinterleme (SPS) ile sinterlenmiştir. Fe, Si, B, Al, Ni ve Co elementel tozları %99,5 saflıkta ve toz boyutları <70 µm olacak şekilde temin edilmiştir. Bilye/toz oranı 15:1 ve dönme hızı 350 rpm olan gezegensel tip bir öğütücü kullanılmış ve sentezleme işlemi Ar atmosferi altında yapılmıştır. Sinterleme işlemi 950 ve 850 C derecede sırasıyla 10 dakika boyunca Ar gazı ortamında ve 90MPa sabit basınç altında yürütülmüştür. Sentezlenme işleminden ve sinterleme işleminden sonra alaşımın mikro yapısı ve özellikleri araştırılmıştır. 140 sa alaşımlama işleminden ve sinterleme işleminden sonra alınan numunelerin her iki durumda da tamamen amorf bir yapı sergilediği görülmüştür. Alaşım içindeki Co bileşeninin artırılması camsı YEA' nın camlaşma kabiliyetini ve termal dengesini iyileştirmiştir sonucuna varılmıştır. Bu durum alaşımın tamamen amorflaşma süresini arttırmış ve daha yüksek kristalizasyon sıcaklığını daha büyük bir değere taşımıştır. Hc değerine göre sentezlenen (140 sa) sonuç alaşımı yarı sert manyetik malzeme olarak bulunmuştur. Sentezlenen FeSiBAlNiCo_{0,8} YEA' nın en yüksek Ms değerine ve en büyük kalıcı manyetizasyon oranına sahip olduğu sonucuna varılmıştır. SPS işleminden sonra YEA' nın ymk katı çözelti ve FeSi ve FeB intermetalik fazlarından oluştuğu görülmüştür. Sentezlenen her iki alaşımında %97 yoğunlukta ve 1150 HV ile mükemmel mikro sertlik değerinde olduğu ölçülmüştür. Sinterlenen numunelerin sadece sentezlenen ve sinterleme işlemine tabi tutulmayan numunelerle karşılaştırıldığında çok daha yüksek Ms değerine sahip olduğu sonucu çıkarılmıştır. SPS işleminden sonra FeSiBAlNiCo_{0,8} alaşımının yumuşak manyetik özellik sergilediği araştırılmıştır. Elektro kimyasal test %3,5 NaCl çözeltisi içerisinde yürütülmüştür [67].

Zhang ve arkadaşları tarafından FeCoNiSi_{0,4}Al_{0,4} alaşımı MA yöntemi ve döküm yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Her iki tekniğin de farklı çözelti ve faz oluşumlarına sahip olduğu gözlenmiştir. MA ile sentezlenen YEA' nın(M-YEA) daha fazla ymk fazına sahip olduğu ve tam tersinin döküm ile sentezlenen YEA (D-YEA) için geçerli olduğu ortaya çıkarılmıştır. Fe, Co, Ni, Si, Al elementel tozları %99 saflıkta temin edilmiş ve öğütme işlemi için 300 rpm hızına sahip gezegensel tip bir öğütücü kullanılmış. Bilye/toz oranı 20:1 seçilmiş ve alaşımlama 0 ile 70 sa (0, 10, 30, 50, 70) arasında çeşitli öğütme sürelerince öğütülmüştür. Aynı alaşım ark ergitme yöntemi kullanılarak yüksek saflıkta Ar atmosferi altında hazırlanmıştır. Ark ergitme yöntemi ile sentezlenen alaşım 1023 K sıcaklığında Ar atmosferinde 1sa tavlanmıştır. Daha sonra bilye/toz oranı 30:1 seçilmiş ve mekanik olarak 50, 60, 70, 80, 90 sa sürelerince öğütülmüştür. Sentezlenen alaşımlar XRD, SEM, VSM ve lazer partikül büyüklüğü dağılımı analizi karakterize edilmiştir. Sentezleme sonrasında D-YEA tozlarının daha iyi bir elementel homojeniteye sahip olduğu bulunmuştur. Bu sebepten ötürü D-YEA daha düşük Ms ve Hc değerlerine sahip olduğu ve bu

değerlerin sırasıyla; Ms 93,6 emu/gr değerinden, 104,4 emu/gr değerine ve Hc 81,5 Oe değerinden 159,6 değerine çeşitlilik gösterdiği raporlanmıştır. Alaşımlama süresi arttıkça her iki alaşım dâhil olmak üzere en-boy oranı çeşitliliği ve homojenite, elektro manyetik parametrenin (EM) değişmesine sebep olmaktadır sonucuna varılmıştır. M-YEA tozları için EM parametreleri ϵ' ve ϵ'' değerlerinin sırasıyla 7,5 ile 16 ve 0 ile 1,4 arasında çeşitlilik gösterdiği araştırılmıştır. Bu değerler D-YEA için ϵ' ve ϵ'' değerleri sırasıyla 11-26 ve 0-8 değerleri arasında çeşitlilik göstermiştir. Aynı zamanda μ' değeri 2 GHz' de 1,78 ile 1,90 arasında çeşitlilik göstermiştir [68].

Vrtenik ve arkadaşları CoCrFeNiZr_x (x = 0,4–0,5) ötektik YEA' nın manyetik özelliklerinin mikro yapıyla olan ilişkisini XRD, SEM, manyetizasyon, ısı ve elektrik direnci ölçümleriyle araştırmışlardır. Her bir element %99,9 saflıkta temin edilmiş ark ergitme yöntemiyle Ar atmosferinde sentezlenmiştir. Sentezlen külçeler homojenliğin sağlanması için en az beş kez eritilmiştir. Sentezlenen numuneleri karakterize etmek için XRD, SEM, EDS ve BSE karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır. Sentezlenen alaşımın serbest-Zr ymk katı çözelti fazı ve Zr içerikli C15 intermetalik Laves-fazı olmak üzere iki farklı faza sahip olduğu bulunmuştur. Her iki fazda da manyetik taşıyıcı Co, Cr, Fe ve Ni elementlerinin birbirilerinin yerine geçtiği saptanmıştır. Her iki fazın bağıl fraksiyonlarının Zr elementinin alaşımdaki yoğunluğuyla önemli ölçüde değiştiği sonucuna varılmıştır. Bunun yanı sıra mikroyapısal olarak bu iki faz formunun ince lamelli ötektik alaşıma alternatif olarak geliştiği görülmüştür. Ayrıca ymk fazlı katı çözeltinin yığın dendritleri x=0,4 için büyük miktarda ve x=0,45 için küçük miktarda olduğu gözlenmiştir. Ötektik CoCrFeNiZr_x alaşımında iki manyetik yapının var olduğu saptanmıştır. Bunlardan ilki düzensiz ferromanyetik (FM) fazın katı çözelti ymk fazının büyük dendritlerinin ve bu fazın bazı büyük lamelleri içerisinde olduğu gözlenmiştir. Bu manyetik fazlardan ikincisiyse temelde ymk katı çözeltinin kalıcı spinlerinden kaynaklanan süperparamanyetik fazı olduğu ve bu fazın yüzeylerde, iç yüzeylerde ve C15 laves fazı fraksiyonlarının bütün döngülerinde yer aldığı rapor edilmiştir. Numunedeki Zr yoğunluğuyla birlikte süper paramanyetik manyetizasyona nazaran düzensiz FM fazının göreceli olarak büyüklüğü ymk yığın dendritlerinin hacim oranı ile oldukça baskın bulunmuştur. Sonuç olarak bir bölgedeki iki manyetik yapı arasında doğrudan bir ilişki olmadığı ve CoCrFeNiZr_x ötektik karışımının iki yapı bileşeni arasında da böyle bir ilişkinin olmadığı bulunmuştur. Manyetik element içeren çok fazlı YEA' lar, bileşen fazlarının manyetik özellikleri bakımından bir avantaj olarak gösterilemez sonucu çıkarılmıştır [69].

Tong ve arkadaşları iyon ışımasından önce ve sonra eşit atomik ymk fazlı FeCoNiCr OEA' nın (Orta Entropili Alaşım) ve FeCoNiCrMn ve FeCoNiCrPd YEA' ların yerel yapılarını çalışmak için toplam tarama tekniğini kullanmışlardır. Başlangıç elementleri %99 saflıkta temin edilmiş ve alaşımlar ark ergitme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen alaşımlar homojenleştirilmek için en az beş kez eritilmiştir. Külçeler 1473 K sıcaklıkta 24 saatte homojenleştirilmiş ve daha sonra kalınlığı 1,8 mm' ye haddelenmiştir. Haddelme işleminden

sonra 1073 K sıcaklıkta 1 sa tavlansmıştır. Işınlama işlemi için farklı değerliklerde Ni iyonları (16 MeV Ni⁵⁺, 8 MeV Ni³⁺, 4 MeV Ni¹⁺) kullanılmıştır. Bu alaşımların bölgesel latis distorsiyonları yerel yapılar ve ortalama yapıların arasındaki latis sabitlerinin farklılığına bağlı olarak ölçülmüştür. Saf numunelerdeki ortalama yerel dislokasyonlar FeCoNiCr <FeCoNiCrMn <FeCoNiCrPd şeklinde ölçülmüştür. Yoğunluk formülasyon teorisi (DFT) hesaplamaları yerel bozuklukların değişkenliği FeCoNiCr ve FeCoNiCrMn alaşımlarında %5 değerinden daha düşük olduğu buna karşın FeCoNiCrPd alaşımında bu dalgalanmanın %8 değerine ulaştığı gözlenmiştir. Işınlama altında ortalama yerel bozukluklar FeCoNiCr ve FeCoNiCrMn alaşımlarında FeCoNiCrPd alaşımından küçük miktarda gevşeme davranışı göstererek farklılık sergilemişlerdir. Devam eden iyon ışınlamasından sonra latis bozukluklarının dislokasyon döngüsü üzerine etkisi TEM karakterizasyon yöntemi kullanılarak araştırılmış altında yatan mekanizma tartışılmıştır. Bu çalışma latis bozuklukları ayarlanması radyasyon zararlarının kontrol altına alınması açısından yeni bir görüş sağlamıştır. DFT hesaplamaları Pd-YEA' da gözlemlenen güçlü yerel latis bozukluklarının Pd-Pd ikililerinin bağ uzaklıklarının büyük olmasından kaynaklandığını ortaya çıkarmıştır. Pd atomlarının dislokasyonlar üzerine Fleischer tip güçlü bir sabitleme sağladığı, Cr-Cr ikililerinin geniş dağılımının ise Labuch tip zayıf sabitleme etkisi sağladığı gözlenmiştir [70].

Sarlar ve arkadaşları tarafından nadir yeryüzü elementleri olmaksızın Fe_{26.7}Ni_{26.7}Ga_{15.6}Mn₂₀Si₁₁ YEA Ar ortamında sentezlenmiştir. Sonuç alaşımlarının yapısal, manyetik ve manyetokalorik özellikleri araştırılmıştır. YEA ark ergitme yöntemi ile birlikte vakumlu döküm kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen alaşımların yapıları XRD verilerinin Rietveld rafinesi ile karakterize edilmiştir. Manyetik özelliklerin ölçmek için VSM karakterizasyon yöntemi kullanılmıştır. Sıcaklığa bağlı manyetizasyon eğrisi 290-650 K sıcaklıkları arasında 0,001 T altında ve izotermal manyetizasyon eğrisi 240-390K sıcaklığında 0-2 T altında ölçülmüştür. Sonuç alaşımlarının hmk yapılı olduğu bulunmuştur. Manyetik ölçümlerde ferromanyetiğin paramanyetiğe dönüşümü 300-400 K sıcaklıklarında elde edilmiştir. Vakumlu döküm yöntemi ile birlikte Fe_{26.7}Ni_{26.7}Ga_{15.6}Mn₂₀Si₁₁ YEA 1.59 J/Kg. K gibi iyi bir manyetokalorik özellik sergilemiştir. 700 K sıcaklıkta ve Ar ortamında 1 sa tavlama işleminden sonra YEA' nın (0-2t) arasında maksimum manyetik entropi değişimine ve 75,68 J/kg soğutma kapasitesine eriştiği bulunmuştur. Bu çalışmada üretilen YEA' nın izotermal manyetik entropi değişiminin (ΔS_M) o zamana kadar rapor edilen nadir yeryüzü elementlerini içermeyen YEA' ların ΔS_M değerinden daha yüksek olduğu görülmüştür. Öte yandan bu çalışmada sentezlenen YEA' nın ΔS_M değerinin nadir yeryüzü elementlerini içeren YEA' ların ΔS_M değerinden düşük olduğu ancak curie sıcaklıklarının (T_c) oda sıcaklığına yakın olduğu gözlenmiştir [71].

Sahu ve arkadaşları tarafından FeCoNi (Mn-Si)_x (=0,5; 0,75; 1,0) YEA MA ile başarılı bir şekilde üretilmiştir. Ferromanyetik alaşımlarda Mn ve Si elementlerinin kristal yapı ve manyetik davranışlar üzerine etkisi incelenmiştir. Fe, Ni ve Co elementleri %99,8 ve Mn ve Si elementleri

%99,5 saflıkta temin edilmiştir. Alaşımlama işlemi için 300 rpm gezegensel tip bir öğütücü kullanılmış ve bilye/toz oranı 10:1 seçilmiştir. Sentezlenen YEA' da Mn ve Si elementlerinin etkileri XRD, SEM ve TEM karakterizasyon yöntemleri kullanılarak araştırılmıştır. Parçacık boyutu Debye scherer denklemi kullanılarak hesaplanmıştır. Sonuç alaşımları 10 dk ile 25 sa arasında farklı MA sürelerince (1, 5, 15, 20, 25 sa) öğütülmüş ve öğütülen numunelerin mikroyapı özellikleri ve manyetik davranışları gözlenmiştir. Yeterli miktarda toluen PCA olarak kullanılmak üzere tedarik edilmiştir. Büyük miktarlarda Si ve Mn elementlerinin hmk faz yapısını ymk faza dönüştürdüğü gözlenmiştir. Yüzey morfolojisinin dönüşümü MA süresine ve Mn ve Si bileşenlerine bağlı olarak araştırılmıştır. Manyetik histerisiz eğrisinden FeCoNi (Mn-Si)_{1,0} için en yüksek Ms değeri 134,21 emu/gr ve FeCoNi (Mn-Si)_{0,5} için Hc= 98,07 Oe gibi oldukça küçük bir değer okunmuştur. Sonlu elemanlar yöntemi yüzeydeki manyetik akı yoğunluğunu ölçmek ve çekirdek dönüşüm merkezini önerilen YEA' nın performansını belirtmek için kullanılmıştır. Kırılgan yapılı Si içeriğinden dolayı parçacık boyutunun hem FeCoNi (Mn-Si)_{0,5} hem de FeCoNi (Mn-Si)₁ alaşımlarında 18,08'den 9,782 nm' ye düştüğü gözlenmiştir. 25 sa alaşımlama işleminden sonra sadece ymk fazından oluşması nedeniyle FeCoNi (Mn-Si)_{1,0} alaşımının yüksek Ms değerine (134,21 emu/gr) sahip olduğu gözlenmiştir. Maksimum akı yoğunluğunun dönüştürücünün merkezinde FeCoNi (Mn-Si)_{1,0} için 0,74 Tesla olduğu ve bu değer FeCoNi (Mn-Si)_{0,5} ve FeCoNi (Mn-Si)_{0,75} alaşımlarının akı yoğunluğundan daha büyük olduğu gözlenmiştir [72].

Qin ve arkadaşları dayanımı azaltmaksızın plastikliği geliştirmek için AlCoCrFeNi alaşımına Co ymk faz dengeleyici olduğu için Co eklemişlerdir. Bu çalışmada Co eklemenin (AlCoCrFeNi)_{100-x}Co_x alaşımının faz tipine, mikro yapısına ve mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. (AlCoCrFeNi)_{100-x}Co_x (x=0, 4, 8, 12, 16 atomik oranlarda) alaşımı ark ergitme yöntemi ile Ar ortamında oluşturulmuştur. Bileşenlerin homojen birleşmesi için alaşım külçeleri yedi kez eritilmiştir. Basınç testi için külçeler birkaç parçaya bölünmüş ve bu parçalardan 4mm x6mm boyutlarında bir numune hazırlanmış sonrasında her bir numune en az 3 kez test edilmiştir. Sentezlenen alaşımlar SEM, XRD, EDS karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Sonuçlar (AlCoCrFeNi)_{100-x}Co_x sistemine Co eklentisinin hmk fazın ymk fazına dönüşümünü sağladığı gözlenmiştir. (AlCoCrFeNi)_{100-x}Co_x sistemine Co eklendikçe ymk fazın alaşımdaki hacim oranı %0 dan %77 ye yükseldiği gözlenmiştir. Basınç testi AlCoCrFeNi alaşımına Co eklenmesinin bu alaşımın plastiklik özelliğinin geliştirilmesine pozitif etki yaptığı rapor edilmiştir. Co eklentisinin %0 dan %16 ya kadar değiştikçe nihai mukavemetin 2743 MPa değerinden 2680 MPa değerine düştüğü ancak tokluğun aşamalı olarak %27 den 40'a yükseldiği görülmüştür. Nihai basma dayanımının maksimum değeri 2974 MPa a ulaşırken tokluğun %30 ulaştığı gözlenmiştir. YEA' daki plastikliğin gelişmesinin temel sebebi alaşımdaki ymk fazının

hacim oranının artması olarak değerlendirilmiştir. Ek olarak Co elementinin eklenmesiyle VEC değerinin artmasının ymk faz artışına sebep olduğu görülmüştür [73].

Na ve arkadaşları tarafından Cr yerine Ni/Al eklentisinin FeCoNiCrAl alaışımının termomanyetik ve manyetokalorik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. FeCoNi_{1-x}Cr_{1-x}Al ve FeCoNiCr_{1-x}Al_{1+x} (X=0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 ve 0,5) alaşımları ark ergitme yöntemi ile yüksek saflıkta Ar atmosferinde hazırlanmıştır. Her bir elementin %99,99 saflıkta tedarik edilmiş ve külçeler beş kez eritilmiştir. Her bir numune 600, 800 ve 1000°C sıcaklıkta 3 sa tavlansmıştır. Sentezlenen numuneler XRD, VSM, EDS, SEM karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Ni ve Al ymk fazı oluşturmaya eğilimlidirler ve bu elementlerin Al bileşimlerinde artması hmk fazını daimî kılar sonucuna ulaşılmıştır. Al nin aksine Ni bileşiminin ymk fazı oranını arttırdığı ve manyetizasyonu arttırdığı gözlenmiştir. Hmk fazının ymk fazına dönüşmesi alaışımın 800°C sıcaklıkta tavlansması difüzyon oranını arttırdığı için yoğunlaşmıştır. Manyetik bir faz geçişi tavlans FeCoNi_{1,5}Cr_{0,5}Al alaışımında yaklaşık 150 K sıcaklıkta gözlenmiştir ve FeCoNiCrAl alaışımında yaklaşık oda sıcaklığında 242,6 J/kg. K gibi yüksek bir soğutma kapasitesiyle sonuçlanan büyük bir manyetik faz geçişi gözlenmiştir. Bir manyetik entropi değişim piki $\Delta S_M = 0,674 \text{ J/kg. K}$ FeCoNiCrAl alaışımında 290 K sıcaklıkta 70 kOe uygulanan alanda gözlenmiştir. Bu manyetokalorik değerler Fe-Tm-B-Nb ve Fe-Zr-B-Co gibi Fe bazlı camı metaliklerle oda sıcaklığında benzer bir geçiş sağladığı için karşılaştırılabilirler [74].

Mishra ve arkadaşları tarafından AlCrFeMnNiTi YEA' nın manyetik ve korozyon davranışları araştırılmıştır. Her bir elementi %99,9 saflıkta olan YEA MA yöntemiyle 25 saate kadar başarılı bir şekilde üretilmiştir. Öğütme işlemi için 400 rpm hızına sahip gezegensel tip bir öğütücü ve bilye/toz oranı 40:1 seçilmiştir. Üretilen alaşım XRD, SEM, EDS, DSC ve VSM yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. 25 sa öğütme işleminin sonunda basit yapılı hmk ve ymk katı çözeltilerinin olduğu gözlenmiştir. DSC analizleri sentezlenen AlCrFeMnNiTi fazlarının 550°C sıcaklığa kadar sabit kaldığı ve sonrasında 550°C sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta kristalize olduğu gözlenmiştir. Tavlamanın manyetik karakteristiğinin ve faz oluşumlarının üzerine olan etkisini araştırmak için sentezlenen YEA 700°C sıcaklıkta 1 sa tavlansmış ve hmk fazının hacimsel oranının azaldığı görülmüştür. Sentezlenen YEA $M_s=17,55 \text{ emu/gr}$ ve $H_c=153,8 \text{ Oe}$ değerleriyle birlikte son zamanlarda sentezlenen bazı YEA' lardan ve daha önce Mishra ve arkadaşları tarafından sentezlenen CrFeMnNiTi alaşımlarından daha iyi bir ferromanyetik özelliğe sahip olduğu görülmüştür. Ek olarak AlCrFeMnNiTi alaışımının korozyon davranışları 0,5 M ve 1 M NaCl çözeltisi içerisinde araştırılmıştır. Sentezlenen alaışımın 0,5 NaCl içerisinde Al içeriğinden ötürü iyi bir korozyon direncine sahip olduğu rapor edilmiştir [75].

Li ve arkadaşları tarafından FeCoNi (MnSi)_x (0 ≤ x ≤ 0,4) alaışımının mikro yapısı ve manyetik özellikleri incelenmiştir. YEA su soğutmalı bakır potalı vakumlu bir eritme fırınında 0,1 MPa Ti katkılı Ar atmosferi altında sentezlenmiştir. Numuneler yüksek homojenlik sağlaması

açısından dört kez eritilmiştir. Sentezlenen alaşım XRD, TEM, EDS, SEM ve VSM yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. FeCoNi (MnSi)_x ($0 \leq x \leq 0,4$) alaşımının Statik Histerisiz eğrileri doğru akım (DC) koşulları altında $27 \times 9 \times 1,7 \text{ mm}$ boyutlarındaki bir numuneye 5000 A/m manyetik alan kullanılarak elde edilmiştir. Alternatif akım (AC) kalıcılığı, AC koersivite (AC Hc), geçirgenlik genliği gibi dinamik manyetik özellikler numuneye 5000 A/m manyetik alan uygulanarak elde edilen AC histerisiz eğrilerinden elde edilmiştir. XRD, TEM ve SEM sonuçları bu çalışmada araştırılan bütün FeCoNi (MnSi)_x alaşımlarında ymk fazı olduğunu doğrulamıştır. $\text{Mn}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$ oluşumunun x değeri 0,3 ten 0,4'e arttığında artığı gözlenmiştir. MnSi eklentisi Ms, Bm, AC Bm, μ_a , μ_i ve μ_{max} değerlerini olumsuz etkilerken Br, AC Br, AC Hc ve Ps v faydalı olduğu rapor edilmiştir. Sentezlenen alaşımın iyi manyetik özellikleri deniz, iletişim, taşıma ve uzay gibi birçok alan için uygun olduğunu göstermiştir sonucuna varılmıştır. Bütün bu manyetik özellikler dikkate alındığında $x=2$ değerinde YEA' nın daha iyi yumuşak manyetik özellik gösterdiği vurgulanmıştır [76].

Li ve arkadaşları tarafından $\text{FeCoNi (CuAl)}_{0,8}\text{Ga}_{0,06}$ YEA ark ergitme yöntemiyle hazırlanmış ve daha sonra farklı sıcaklıklarda 1 sa tavlama işlemine tabi tutulmuştur. Başlangıç elementleri Co, Ni, Cu, Al ve Ga %99,99 ve Fe %99,98 saflıkta temin edilmiş ve sentezlemem işlemi Ar atmosferi altında yapılmıştır. Dikdörtgen şekilli bir yapı elde etmek için ergitilmiş numune su soğutmalı bakır bir kaba sızdırılmıştır. Sentezlenen alaşımlar XRD, TEM, SEM, VSM, STEM-EDS karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Faz dönüşümleri esnasında YEA' nın mikroyapısı, faz oluşumları, manyetik ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Deney sonuçları alaşımın hmk ve ymk fazlarından oluştuğunu ve hmk fazı içerisinde çok sayıda nano çökeltinin düzenli bir şekilde dağıldığını göstermiştir. Farklı sıcaklıklarda tavlama işleminden sonra ymk fazın hmk faza dönüştüğü gözlenmiştir. Tavlama işleminden sonra hmk fazının hacim oranının arttığı ve ymk fazının içerisindeki nano çökeltilerin sentezlenen alaşımın içindekilerden daha büyük olduğu gözlenmiştir. STEM-EDS sonuçları ymk ve hmk fazları arasındaki sınır bölgelerinde Cu bakımından zengin bir alan olduğunu ve tavlamanın bu alan için önemli olduğunu göstermiştir. XRD, SEM, TEM ve STEM-EDS sonuçlarına dayanılarak ymk matrisi içerisindeki nano çökeltile ve sınır bölgelerindeki Cu bakımından zengin alanlar arasında yakın bir ilişki olduğu görülmüş ve faz dönüşümleri önerilmiştir. Ek olarak hmk fazın (veya ymk) hacim oranının manyetik özelliklere yön verebileceği gözlenmiştir. Diğer bir ifadeyle faz oluşumlarının manyetik özelliklerle yakından ilişkili olduğu ve tavlama sonrasında Ms, Bm, Br, Hc, Ps değerlerinin artarken μ_i ve μ_{max} değerlerinin azaldığı görülmüştür [77].

Li ve arkadaşları tarafından $\text{FeCoNi (CuAl)}_{0,8}\text{Ga}_x$ ($0 \leq x \leq 0,08$) YEA ark ergime yöntemiyle üretilmiştir. Başlangıç elementleri %99,99 saflıkta temin edilmiş ve ergitilen numuneler su soğutmalı bakır kap kullanılarak Ar atmosferinde sentezlemiştir. Hazırlanan numune su soğutmalı bakır kalıba sızdırılmadan önce homojen bir yapı elde etmek için en az dört kez tekrar

ergitilmiştir. Sentezlenen alaşımlar XRD, SEM, TEM, DSC ve VSM yöntemleri kullanılarak karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Li ve arkadaşları tarafından $\text{FeCoNi (CuAl)}_{0,8}\text{Ga}_x$ ($0 \leq x \leq 0,08$) YEA' nın yapısal, manyetik ve mekanik davranışları araştırılmıştır. $\text{FeCoNi (CuAl)}_{0,8}\text{Ga}_x$ ($0 \leq x \leq 0,08$) alaşımında $x=0$ iken M_s değerinin $78,9 \text{ Am}^2/\text{kg}$ olduğu ancak x değeri 0'dan 0,08'e yükseldiğinde M_s değeri $78,6$ 'dan $82,8 \text{ Am}^2/\text{kg}$ değerine yükseldiği görülmüştür. XRD sonuçları bütün numunelerin ymk ve hmk fazlarını içerdiği ve Ga eklentisinin hmk faz oluşumunu geliştirdiği görülmüştür. Ek olarak YEA' nın manyetik özelliklerin faz oluşumlarıyla yakından ilişkili olduğu görülmüştür. Ymk faz oluşumunun μ_i ve $\mu_{\max}$ değerlerini arttırırken hmk faz oluşumunun M_s , B_m , B_r , H_c , P_s değerlerini arttırdığı görülmüştür. Ayrıca $\text{FeCoNi (CuAl)}_{0,8}\text{Ga}_x$ ($0 \leq x \leq 0,08$) alaşımın mekanik özellikleri bu çalışmada tartışılmıştır [78].

Kulkarni ve arkadaşları tarafından AlNiCo temelli YEA' nın mikroyapısal ve manyetik özellikleri araştırılmıştır. AlNiCo , AlNiCoCu , AlNiCoFe ve AlNiCoCuFe alaşımları ark ergitme yöntemiyle Ar atmosferi altında sentezlenmiştir. Alaşımın başlangıç elementleri %99,5 saflıkta temin edilmiş ve külçeler yüksek homojenlik sağlanması açısından birkaç kez tekrar eritilmiştir. Daha sonra sentez alaşımları 1000°C sıcaklıkta 48 sa tavlansmıştır. Sentezlenen ve tavlanan alaşım XRD, FSEM, VSM, EDS ve SEM karakterizasyon yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Eşit atomik yapılı FeNiCo alaşımının süper paramanyetik özellik sergilediği ve Cu ve Fe eklentisinin mekanik ve manyetik özellikleri değiştirdiği gözlenmiştir. Eşit atomik yapılı AlNiCo alaşımının düşük M_s ve H_c değerlerine sahip olduğu ve 20 kOe değerine kadar manyetik doymanın olmadığı gözlenmiştir. Ymk fazının alaşıma Cu eklendiğinde ortaya çıktığı fakat Fe elementinin eklenmesiyle hmk fazının oluştuğu ve sabitlendiği gözlenmiştir. Sonuç olarak alaşımda faz ayrışmasının Cu eklendiğinde oluştuğu rapor edilmiştir. Bu çalışmada bakır eklentisinin faz ayrışmasına ve H_c değerinin artışına sebep olduğu bulunmuştur. Öte yandan Fe eklentisinin alaşımın yumuşak manyetik davranışlarının gelişmesiyle sonuçlanan ferromanyetik değişim etkisini iyileştirdiği görülmüştür [79].

Jin ve arkadaşları tarafından CoCrFeMnNi alaşımı inert gaz atomizasyon yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Alaşım elementleri %99,9 saflıkta temin edilmiş ve sentezleme işlemi 10^{-3} MPa ve Ar atmosferi altında yapılmıştır. Ardından eriyik alüminyum seramik tüp ile atomizasyon sistemine aktarılmış ve atomizasyon esnasında eriyik malzemenin donmaması için sıcaklığı bir elektrikli ısıtıcı ile 770°C dereceye yükseltilmiştir. Daha sonra eriyik Ar jeti ile 3,5 MPa basınçta atomize edilmiştir. Gaz hızı 300 ile 320 m/s arasında farklılık göstermiş ve eriyik 1,0 kg/da ile 1,2 kg/da püskürtme hızıyla püskürtülmüştür. Elde edilen sonuç alaşımı XRD, SEM, SEM-EDS ve VSM gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Atomize edilmiş CoCrFeMnNi alaşımının sadece ymk fazından oluştuğu ve her bir elementin partiküllerde eşit dağıldığı gözlenmiştir. 304 L paslanmaz çelik ile kıyaslandığında CoCrFeMnNi alaşımının %10 HCl asit çözeltisi içerisinde mükemmel korozyon direnci gösterdiği gözlenmiştir. Bu

korozyon direnci alaşımların içerdiği Ni, Cr ve Co elementlerinin sağladığı koruyucu etkiye atfedilmektedir. Ayrıca CoCrFeMnNi YEA' nın mükemmel manyetik özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Bütün bu özellikler kullanılarak diğer YEA' lar ile kontrol edilebilir yapıların hazırlanabildiği açıklanmıştır ki bunun sonucu olarak ileri malzemelerin geliştirilmesinin mümkün olduğu ortaya çıkarılmıştır [80].

Huang ve arkadaşları tarafından V, Cr ve Mn elementlerinin FeCoNiCu YEA' nın manyetik, elastik ve termal özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. YEA tutarlı potansiyel yaklaşımı kombinasyonu ile EMTO (Exact Muffin-Tin Orbital) yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Yer değiştirme bozuklukları tutarlı potansiyel yaklaşımı (CPA) kullanılarak elde edilmiştir. Paramanyetik durum DLM (disordered local moment) yöntemi kullanılarak bulunmuştur. Muffin- tin yönteminde s, p, d ve f orbitalleri temel alınmış ve skaler görecelik yaklaşımı ve yumuşak çekirdek şeması benimsenmiştir. ymk fazı içerisindeki hesaplanmış latis parametrelerin ve Tc' nin (Currie sıcaklığı) mevcut deneysel ve teorik verilerle paralellik gösterdiği gözlenmiştir. Tc 'nin V, Cr, Mn eklendiğinde sırasıyla 746 K sıcaklıktan 246 K, 251 K ve 146 K sıcaklığa düştüğü hesaplanmıştır. Bu alaşımların Termal genleşme kat sayısı 0-1200 K sıcaklıkları arasında Debye-Grüneisen modeli kullanılarak belirlenmiştir. Mn, V ve Cr elementleri eşit atomik oranda eklendiğinde manyetik davranışlarda önemli değişimlerin meydana geldiği raporlanmıştır. Üç bağımsız tek kristalli elastik sabit sonlu zorlanma yöntemi kullanılarak hesaplanmış ve kayma modülü, young modülü, pugh oranı ve elastik anizotropi içeren çok kristalli elastisite parametreleri elde edilmiş tartışılmıştır. Sıcaklığın yapısal parametreler üzerine etkisi Debye-Grüneisen modeli kullanılarak hesaplanmıştır. FeCoNiCuCr alaşımının burada çalışılan diğer alaşımlardan çok daha yüksek genleşme katsayısına sahip olduğu bulunmuştur [81].

Fu ve arkadaşları tarafından ısı iyileştirmenin ymk fazlı Fe₂₉Co₂₈Ni₂₉Cu₇Ti₇ YEA' nın mikroyapısı, manyetik özellikleri ve mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. YEA döküm yöntemi ile sentezlenmiş ve özellikleri detaylı bir şekilde araştırılmış ve tartışılmıştır. Başlangıç elementleri %99,7 saflıkta temin edilmiş ve eritme işlemi Ar atmosferi altında yapılmıştır. Eritme işlemi yüksek derecede homojen bir yapı elde etmek için dört kez tekrarlanmıştır. Sentezlenen alaşım XRD, SEM, TEM, EDS, BSE ve manyetizasyon için Quantum Design MPMS-7 SQUID manyetizasyon gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Fe₂₉Co₂₈Ni₂₉Cu₇Ti₇ alaşımının dağılmış L12 nano çökeltilerini içeren birincil ymk fazından oluştuğu gözlenmiştir. YEA' nın akma dayanımı ($\sigma_0,2$), kopma dayanımı ve toplam uzama miktarları sırasıyla 917 MPa, 1060 MPa, %1,8 olarak ölçülmüştür. Isıl işleminden sonra tek bir ymk fazından oluşan YEA' da akma dayanımının yaklaşık %55 ve kopma dayanımının %36 azaldığı ancak toplam uzama miktarının %1,8 den %52 ye yükseldiği gözlenmiştir. Öte yandan Ms (Saturation Magnetization) değerinin 111,54 ten 110.34 Am²/kg değerine azaldığı ve bunun

aksine Hc değerinin 266,65 ten 966,89 A/m değerine yükseldiği görülmüştür. Ek olarak bu çalışmada F_u ve arkadaşları tarafından mekanik ve manyetik özelliklerin azalmasının çökteltilerin çözünmesi ve tanelerin büyümesine atfedilmiştir [82].

Ayarlanabilir mekanik performansa sahip alaşımların malzeme tasarımlarında önemli olduğu Huang ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır. Bu çalışmada Huang ve arkadaşları tarafından Fe-Cr-Co-Ni-Al_x ($1 \leq x \leq 2,5$) ferromanyetik alaşımının manyetik ve kimyasal özellikleri ilk prensip alaşım teorisi (first principle alloy) yardımıyla araştırılmıştır. Değişim korelasyonu Perdew, Burke ve Ernzerho (PBE) şeklinde genelleştirilmiş gradyan yaklaşımı ile iyileştirilmiştir. Sistemdeki rastgele kimyasal bozukluklar için tutarlı potansiyel yaklaşım kullanılmıştır. Alaşım muffin-tin yöntemi ve tutarlı potansiyel yaklaşım ile birlikte sentezlenmiştir. Muffin-tin sistemi için s, p, d, f orbitallerini temel alınmıştır. Beklenilenin aksine tamamen düzensiz faz oluşumunun yerine Al elementinin etkisiyle özellikle Al yoğunluğunun büyük olduğu yerlerde young modülünün yüksek olduğu gözlenmiştir. Hmk yapılı bu alaşımda Al miktarının artması sistemin sertlik değerinin gelişmesiyle sonuçlanmıştır. Ayrıca basit tek fazlı veya multi fazlı YEA' larda uygun kontroller ile olağanüstü dayanıklılık ve sünekliğin sağlanabileceği gösterilmiştir. Pugh kriterine göre bu çalışmada elde edilen alaşımın yüksek Al konsantrasyonunun ve manyetik özelliklerin alaşımı sertleştirmesine rağmen sünek olduğu vurgulanmıştır. Düzenli ve düzensiz fazların mekanik davranışları arasındaki fark YEA' ların spesifik performanslarıyla birlikte optimize olması ve ek olarak tasarım özgürlüğü sunmasıdır [83]

Dong ve arkadaşları tarafından CoCrFeNi₂Al_{1-x}W_x (x: molar oran x = 0; 0,1; 0,2 ve 0,3) alaşımının mikro yapısı, faz kompozisyonu ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Başlangıç elementleri Fe, Al, Co, Ni ve W %99,9 ve Cr %99,6 saflıkta temin edilmiş ve alaşım ark ergitme yöntemi ile sentezlenmiştir. Döküm külçeleri yaklaşık 25 mm çapında ve 10 mm kalınlığında üretilmiştir. Elde edilen alaşımların sadece hmk ve ymk fazlarından oluştuğu gözlenmiştir. X= 0 olduğunda CoCrFeNi₂Al alaşımının başlangıç hmk fazlarından ve ötektik yapılarla birlikte hmk ve ymk fazlarından oluştuğu gözlenmiştir. CoCrFeNi₂Al_{0,9}W_{0,1}, CoCrFeNi₂Al_{0,8}W_{0,2} ve CoCrFeNi₂Al_{0,7}W_{0,3} alaşımlarının ymk yapılı faz ve hmk ve ymk fazlı ötektik yapılardan oluştuğu gözlenmiştir. CoCrFeNi₂Al_{1-x}W_x alaşımına Al elementinin etkisinin hmk ve ymk faz oluşumlarını desteklemesi olarak bulunmuştur. Öte yandan alaşımda W elementinin katı çözelti fazlarının güçlenmesine etkisinin Al elementinden daha fazla olduğu gözlenmiştir. CoCrFeNi₂Al_{1-x}W_x alaşımında x değerleri arttığında ymk fazının arttığı ve akma ve sertlik değerlerinin azaldığı rapor edilmiştir. Yapısal dönüşümün tetiklediği dayanım azalmasının W elementi eklendiğinde meydana gelen katı çözelti fazlarının güçlenmesiyle telafi edilemediği gözlenmiştir [84].

Huo ve arkadaşları tarafından Gd₁₀Tb₁₀Dy₁₀Ho₁₀Er₁₀Y₁₀Ni₁₀Co₁₀Ag₁₀Al₁₀ HEMG (High Entropy Metallic Glass) ark ergitme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Başlangıç elementleri

yüksek saflıkta temin edilmiş ve Ar atmosferi altında bir araya getirilmiştir. Sentezlenen HEMG XRD, DSC ve SQUID yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Bu çalışmada HEMG'lerin manyetokalorik özellikleri, manyetik soğutma kapasitesi, karışım entropisi ve kokteyl etkisi araştırılmıştır. Manyetokalorik etki çalışmasında HEMG'lerin geniş bir sıcaklık aralığında yüksek bir manyetik entropi değişimine sahip olduğu bulunmuş ve dolayısıyla yüksek manyetik soğutma kapasitesine sahip olduğu görülmüştür. Cam geçişi ve yüksek entropi ($\Delta S = 2,3 \text{ R}$) değerinden dolayı geniş bir sıcaklık aralığında HEMG'lerin yüksek manyetik entropi değişimine sahip olduğu görülmüştür. Bu çalışmada sentezlenen camsı metalğin ΔS , ΔT ve RC (Refrigerant Capacity) değerleri uygulanan 5T manyetik alanda sırasıyla 10,64 J/Kg.K, 6,66 K ve 532 J/Kg olduğu hesaplanmıştır. HEMG'lerin manyetokalorik özelliklerinin bileşen elementlerinin değişimi veya karışım entropisinin değişimi ile kolayca ayarlanabileceği gözlenmiştir. Huo ve arkadaşları bu çalışmada elde ettikleri sonuçlara dayanarak HEMG'lerin manyetik soğutucular için umut vadettiğini söylemişlerdir [85].

Vrtenik ve arkadaşları tarafından Gd-Tb-Dy-Ho-Lu hegzagonal YEA'nın manyetik direnci ve manyetik faz diyagramı çalışılmıştır. Eşit atomik yapıları Gd-Tb-Dy-Ho-Lu numunesi 1 bar basınç ve Ar atmosferi altındaki yüksek frekanslı bir kaldırma fırınında hazırlanmıştır. EDS yöntemi ile belirlenen numunenin kompozisyonu yaklaşık eşit atomik oranda $\text{Gd}_{21.9}\text{Tb}_{19.8}\text{Dy}_{19.7}\text{Ho}_{18.7}\text{Lu}_{19.9}$ olarak bulunmuştur. Sentezlenen alaşımı XRD, SEM, EDS, BSE ve SQUID manyetometresi gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Sentezlenen alaşımın manyetik alan sıcaklık faz diyagramlarının bir AFM (Anti Ferro Manyetizma) hali, alan kaynaklı FM (Ferro Manyetik) AFM halinden FM haline geçişi içeren karmaşık diyagramlar olduğu gözlenmiştir. Bu YEA'ların faz diyagramlarının yüksek karmaşıklığından dolayı iki benzer YEA'nın faz diyagramlarının eşleşmesi yoğun nadir elementlerden oluşan hegzagonal YEA'ların esas manyetizmi olarak düşünülen bu alaşımlarda önemli bir doğrulamadır sonucu çıkarılmıştır. Yoğun nadir elementlerden oluşan hegzagonal YEA'ların karmaşık faz diyagramlarının devasa manyetokalorik etkilere dayanan manyetik soğutmalarda önemli bir yere sahip olduğu vurgulanmıştır. Bu çalışmada Gd-Tb-Dy-Ho-Er hegzagonal YEA'nın diğer alaşımlarla karşılaştırıldığında oldukça büyük bir soğutma kapasitesine sahip olduğu görülmüştür. Bu alaşımlarda yüksek soğutma kapasitesi yavaş manyetik faz dönüşümüne ve manyetokalorik etkilerin gelişmesini neden olan büyük kimyasal bozukluklara atfedilmiştir. AFM fazı içerisinde ikinci dereceden alan bağımlılığı ile manyetik direncin pozitif olduğu görülürken, logaritmik benzeri alan ile birlikte FM fazı içerisinde negatif bir manyetik direnç gözlenmiştir [86].

Cieslak ve arkadaşları tarafından $\text{Al}_x\text{FeNiCrCo}$ ($0 \leq x \leq 1,5$) YEA'lar başarılı bir şekilde iki farklı yöntemle elde edilmiştir. Elde edilen alaşımın manyetik özellikleri VSM karakterizasyon yöntemi kullanılarak hesaplanmış ve manyetik özelliklerin büyük bir ölçüde Al bileşenine bağlı

olduğu bulunmuştur. Sentezlenen YEA' nın farklı stekiometrik ve kristal yapılı fazlara ayrılması KKR ve KKR-CPA gibi elektronik yapı hesaplamaları kullanılarak analiz edilmiş ve toplam enerji dengesi bakımından tartışılmıştır. Ek enerji azalması B2 benzeri kristal yapılarıdaki Al ve Ni bakımından zengin hmk fazlarında yönlendirilmiş atom dağılımı ile çalışılmış ve YEA' yı oluşturan bazı bileşen elementlerinin sıralanması ile belirlenmiştir. $Al_xFeCrNiCo$ alaşımı içerisinde deneysel olarak belirlenmiş fazların oluşumunun nedeni hesaplanmış olan toplam ve bölgesel manyetik momentlerin ayrılmasının güçlü bir şekilde stekiometriye dayanması olarak belirtilmiştir. YEA' da Al bileşeni artmasına rağmen hmk ve ymk fazlarındaki Al yoğunluğunun çok az değiştiği gözlenmiştir. Bu nedenle M_s değerinin farklı ölçülmesinin sebebi temel olarak bağlı faz içeriklerinin farklı olması gösterilmiştir. Bütün bunlar göz önüne alındığında ölçülen ve teorik olarak belirlenen manyetik moment değerleri arasında nominal kompozisyonlu tek fazlı YEA' nın kabul edilen KKR-CPA değerlerinden daha yakın olduğu gözlenmiştir [87].

Chaudhary ve arkadaşları tarafından üç ymk fazlı $FeCoNiCrCu_{(x)}$ YEA' nın ($x= 0, 0,5; 1,0$) manyetik ve mikro yapı özellikleri araştırılmıştır. Başlangıç elementleri %99,9 saflıkta temin edilmiş ve $FeCoNiCrCu_{(x)}$ YEA ark ergitme yöntemiyle Ar atmosferi altında elde edilmiştir. Sentezlenen alaşım $1200^{\circ}C$ sıcaklıkta 30 dakika boyunca Ar atmosferinde tavlınmıştır. Sonuç alaşımları XRD, SEM-EDS, APT (Atom Prob Tomography) ve VSM karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. İlginç bir şekilde manyetik olmayan Cu elementinin alaşıma eklenmesinin değişim etkileşimini ve düşük sıcaklık M_s değerini geliştirdiği bulunmuştur. Paramanyetik özellikten ferromanyetik özelliğe geçiş sıcaklığının (T_c) $FeCoNiCr$ için 85 K ve $FeCoNiCrCu_{(x)}$ için 118 K sıcaklığa arttığı gözlenmiştir. Düşünüldüğünde Cu manyetik olmadığı için manyetik özelliğin iyileşmesi mantık dışı görünebilir; ancak bu çalışmada ymk fazları içerisindeki Cu elementince zengin kümelerin %5 Ni ve Fe, Co ve Cr elementlerinden her birinden %1 içerdiği APT ile ortaya çıkarılmıştır. Başka bir deyişle Cu bakımından zengin kümelerin %5 oranında Ni içermesi ymk fazı içerisindeki Ni miktarının azalmasına ve bu nedenle de Fe ve Co miktarının artmasına sebep olmuştur sonucu çıkarılmıştır ve DFT (Density Functional Theory) temelli önceki çalışmalarla bu çalışmanın birbirini desteklediği görülmüştür. Önceki bu kümelerin matriks kompozisyonunu değiştirdiği ve dolayısıyla manyetik özellikleri değiştirdiği sonucu çıkarılmıştır [88].

Chattopadhyay ve arkadaşları tarafından eşit atomik yapılı YEA' ların sadece ymk, hmk, hcp, amorf veya intermetalik faz yapılarından sadece birinden mi yoksa bu fazların ikisinin veya daha fazlasının kombinasyonundan mı oluştuğunu öngören basit bir sistem geliştirilmiştir. Bu yaklaşımın bileşen elementlerinin viskozitelerinde ve uygun kristal yapıların oluşumunda kullanılan sıcaklığın bir fonksiyonu olarak alaşımın viskozitesini temel aldığı vurgulanmıştır. Birim hücre paket yoğunluğu ve bileşen elementlerinin atomik boyutları gibi bazı parametrelerin bir alaşımın viskozitesini etkilediği gözlenmiş ve model için uygun bir şekilde kullanılmıştır.

Zaman sıcaklık dönüşüm (ZSD) diyagramları CoCrCuFeNi, CoCrFeMnNi, AlCoCrFeNi, AlCuMgMnZn ve ZrTiCuNiBe alaşımlarının deneysel olarak elde edilmiş viskozite değerlerinden yararlanılarak oluşturulmuştur. Ayrıca bileşen elementlerinden oluşacak olan bütün mümkün ikili ve üçlü alaşımlar çalışılmıştır. Tek fazlı hmk, ymk, İM (intermetalik), amorf fazlar yüksek bir doğrulukla oluşturulan model tarafından tahmin edilmiştir. Ayrıca AlCuMgMnZn alaşımında deneysel verilerle mükemmel bir şekilde eşleşen İM ve hcp fazın olduğu gözlenmiştir. Ek olarak iki alaşımların (AlCoCrFeNi ve CoCrFeMnNi) faz oluşumları model tarafından tam olarak öngörülemediği gözlenmiştir. Ancak birçok alaşımların faz oluşumları doğru bir şekilde tahmin edilmiştir [89].

Aliyu ve arkadaşları tarafından beş farklı grafen oksit (GO) içeren kompozit kaplamalı MnCrFeCoNi YEA' ların mikroyapı ve korozyon özellikleri değerlendirilmiştir. Sentezlenen YEA' nın kaplaması elektrolitik yumuşak bir çelik üzerinde yapılmıştır. Bu çalışmada %99 saflıkta grafit tozları değiştirilmiş Hummer tekniği ile GO hazırlamak için kullanılmıştır. Bu yöntemde grafit tozları bilinen bir miktarda bir deney şişesi içerisinde bulunan H_2SO_4 ve $NaNO_3$ çözeltileri içerisine eklenmiştir. Çözelti yavaş bir şekilde $KMnO_4$ eklenmesini takiben homojen bir yapı için 0 C sıcaklıkta hızla karıştırılmıştır. Sentezlenen alaşımlar XRD, SEM, TEM, STEM ve AFM kullanılarak karakterize edilmiştir. Sentezlenen YEA ve YEA-GO kompozit kaplamasının korozyon direnci özellikleri potansiyodinamik polarizasyon kullanılarak belirlenmiş ve %3,5 NaCl çözeltisi içerisinde yürütülen elektrokimyasal kompedans spektroskopisi testi GO eklentisinin korozyon direncini arttırdığı ortaya çıkarılmıştır. Elektron Mikroskopisi yöntemi kullanılarak mikro yapının karakterize edildiğinde GO eklentisinin kaplama içerisinde Mn ve Cr elementlerinin çözünmesini kolaylaştırdığı ve böylece daha yüksek korozyon direncine sebep olduğu gözlenmiştir. Başka bir deyişle mikroyapı dönüşümleriyle FeCoNi zengin bölgelerinin Mn-Cr matriksi içerisine gömülmesi neredeyse homojen bir yapının oluşmasını sağlamıştır [90].

Vikas shivam ve arkadaşları tarafından AlCoCrFeNi YEA MA yöntemiyle sentezlenmiştir. Başlangıç elementleri %99 saflıkta temin edilmiş ve eşit atomik oranda bir araya getirilmiştir. Öğütme işlemi için 200 rpm hızında gezegensel tip bir öğütücü kullanılmış ve bilye/toz oranı 10:1 seçilmiştir. Alaşımların sıcaklığını düşük değerlerde tutmak ve oksidasyonu önlemek için PCA olarak toluen kullanılmıştır. Sentezlenen YEA XRD, SEM, TEM, SPS (Energy Dispersive Scanning) ve MPMS-3 (Magnetic Property Measurement System) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Basit yapıları hmk katı çözelti fazı XRD karakterizasyon yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir. Sentezlenen alaşım tozlarının nanoyapısı TEM yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Sonuç alaşımları sentezlendikten sonra 1173 K sıcaklıkta 2 sa boyunca geleneksel olarak sinterlenerek güçlendirilmiştir. Sinterlenen AlCoCrFeNi YEA' nın 2 tip tane dağılımı sergilediği görülmüştür. Bunlardan kaba taneler 18-22 μm aralığında farklı boyutlar sergilerken ince tanelerin yaklaşık 2-10 μm aralığında farklı boyutlarda olduğu homojen olarak matrisin içerisine

dağıldığı gözlenmiştir. Sinterlenen YEA' nın XRD desenleri hmk fazın Al-Ni tip B2 faza ve Co-Cr tip σ fazıyla birlikte Ni_3Al tip L12 fazına dönüştüğü gözlenmiştir. Sinterlenen numunenin $T_c = 617^\circ\text{C}$ sıcaklıkla birlikte $M_s = 70,05 \text{ Am}^2/\text{kg}$ değeriyle büyüleyici bir yumuşak manyetik özellik sergilediği gözlenmiştir. Ayrıca sentezlenen alaşımın yaklaşık 919 HV gibi yüksek sertlik değeri ve 2700 MPa akma dayanımı sergilediği gözlenmiştir [91].

Zhao ve arkadaşları tarafından ısıt iyileştirme esnasında güçlü bir manyetik alan uygulamanın AlCoCrFeNi YEA' nın manyetik ve mekanik özelliklerini iyileştirilebileceği gözlenmiştir. Her bir elementi %99,5 saflıkta temin edilen AlCoCrFeNi alaşımı ergitme yöntemiyle vakumlu indüksiyon eritme fırınında sentezlenmiştir. Ergitme ve döküm işlemi yüksek saflıkta Ar atmosferi altında yürütülmüş ve alaşım 15 dk 1550°C sıcaklıkta tutulmuştur. Yaklaşık 7,0 kg külçe döküm yöntemiyle çelik bir kap içerisinde elde edilmiştir. Sentezlenen alaşım XRD, SEM, EBSM, basma testi (MTS SANS CMT5105) gibi karakterizasyon yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. 6T manyetik alan uygulandıktan sonra sentezlenen ürünlerin ve komşu fazların arasında meydana gelen manyetik farklılık faz dönüşümlerinin Gibbs serbest enerjisini değiştirdiği gözlenmiştir. Alaşımda hmk fazı hacim oranının artmasının ve ymk ve σ fazının azalmasının M_s , kopma mukavemeti ve plastik şekil değiştirme değerini kısmen arttırdığı gözlenmiştir. Bu nedenle mükemmel M_s (89 emu/gr), elektrik direnci ($188 \mu\Omega/\text{cm}$), akma dayanımı (1231 MPa), basma mukavemeti (2708 MPa) ve plastik şekil değiştirme (%26) değerleri 1200°C sıcaklıkta ısıt iyileştirme sırasında 6 T manyetik alan uygulandığında elde edilmiştir. Bu çalışmada daha çok tercih edilen mekanik, elektrik ve manyetik özelliklerle birlikte yumuşak manyetik malzemelerin geliştirilmesi için bir potansiyel bir yaklaşım sunulmuştur [92].

Zhang ve arkadaşları tarafından FeCoNiCuZn alaşımı oda sıcaklığında ilk kez bilyeli öğütme destekli yüksek frekanslı elektro manyetik alan yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Öğütme bilyeleri sentez tankının 1/3 ü alkolle doldurulduktan sonra tankın içine yerleştirilmiştir. Daha sonra tankın içine 10 gr ham madde eklenmiş ve sentezleme işlemi başlatılmıştır. Elektro manyetik alan frekansı 200-300 kHz ve güç oranı 800 w seçilmiştir. Öğütme işleminden sonra sentez alaşımları 323 K sıcaklıkta 12 sa kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Sentez alaşımları XRD, SEM, TEM, VSM yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Ek olarak elektro manyetik özellikler vektör ağ analizi kullanılarak ölçülmüştür. FeCoNiCuZn alaşımının 65,92 emu/gr kadar yüksek bir M_s değeriyle yumuşak manyetik özellik gösterdiği gözlenmiştir. Alaşımın mikrodalga absorbe etme özelliği 2-18 GHz farklı frekans değerlerinde araştırılmıştır. En düşük yansıtma kaybı 10,96 GHz frenkansta 14,69dB şeklinde ölçülmüştür. Mekanizmanın içeriğinin anlaşılması için bu alaşım aynı deneysel koşullarda manyetik alan olmaksızın sentezlenen alaşımlarla kıyaslanmıştır [93].

Shkodich ve arkadaşları tarafından CuCrFeTiNi YEA yüksek enerjili bilyeli öğütme (YEBÖ) yöntemiyle elde edilmiştir. Başlangıç elementleri Cu (%99,5), Cr (%99,7), Fe (%99,96), Ni

(%99,5), Ti (%99,95) saflıkta temin edilmiştir. YEBÖ su soğutmalı biyeli gezegensel tip bir öğütücü kullanılmıştır. Öğütme işlemi 30 dk ile 240 da sürelerince yapılmıştır. Sentezlenen alaşımlar XRD, SEM, EDS ve DSC yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Yapısal ve kimyasal analizler 6 nm boyutunda nano kristallerden oluşan hmk fazlı CuCrFeTiNi alaışımının mikron boyutlu partikülleri YEBÖ yöntemiyle 30 dakikada elde edilmiştir. Alaşımlama süresinin CuCrFeTiNi alaışımının yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. DSC sonuçlarına baz alınarak 773 K sıcaklığa kadar alaışımın termal dengede olduğu gözlenmiştir. Sentezlenen sonuç alaşımları 973 K sıcaklığında kıvılcım plazma ile sinterlenerek güçlendirilmiştir. Öğütülmüş CuCrFeTiNi karışımının hmk (Im3m) katı çözelti fazını içerdiği rapor edilmiştir. Sentez alaışımının 873 K sıcaklıkta 3 sa tavlama işleminden sonra α -fazının (hmk) artmasına ve γ -fazının (ymk, Fm3m) oluşmasına sebep olduğu gözlenmiştir. 1173 K sıcaklıkta tavlama işleminden sonra alaışımın γ -fazına (ymk) dayalı iki katı çözelti fazından oluştuğu bulunmuştur. SPS ile güçlendirilmiş ve YEBÖ ile sentezlenen YEA' nın sertliğinin HV=7,7GPa YEBÖ yöntemi kullanılmadan SPS ile sentezlenen YEA'nın sertlik değerinden (HV=2,1 GPa) daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Sentezlenen alaışımın 3 sa tavlama işleminden sonra oda sıcaklığında paramanyetik davranışlar ve düşük bir manyetik alanda küçük ferromanyetik özellikler sergilediği gözlenmiştir. Küçük bir manyetik histerisiz yaklaşık 16 kA/m ile birlikte 5 K ve 300 K sıcaklıklarında gözlenmiştir. Ek olarak Tc sıcaklığı yaklaşık 50 K bulunmuştur [94].

Suok Min Na ve arkadaşları FeCoNi temelli YEA' ların manyetik davranışlarının büyük ölçüde genellikle yapısal değişimlerin eşlik ettiği alaşıma element eklenmesine bağlı olduğu vurgulanmıştır. Bu çalışmada FeCoNiCr_x (X=Al, Ga, Mn ve Sn) alaışımına manyetik olmayan bir bileşenin eklenmesinin ferromanyetik dönüşümlere ve manyetik davranışlara etkisi araştırılmıştır. Başlangıç elementleri en az %99,99 saflıkta temin edilmiş ve sentezleme işlemi Ar atmosferi altında yapılmıştır. Ergitilen külçeler yüksek homojenlik için en beş kez tekrar ergitilmiştir. Elde edilen her bir külçenin 60 gr olduğu hesaplanmış ve bu külçeler 1273 K sıcaklıkta 48 sa tavlama işlemiyle sentezlenmiştir. Sentezlenen alaşımlar VSM, SEM, EDS, EBSD ve XRD yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. YEA ark ergitme yöntemiyle sentezlenmiş ve manyetik alan ve sıcaklığın fonksiyonu olarak manyetik ölçümler yapmak için külçeler disk şeklinde kesilmiştir. FeCoNiCrMn ve FeCoNiCrSn alaşımlarının paramanyetik davranışlar sergilediği ve ymk yapılı katı çözelti fazından oluştuğu gözlenirken FeNiCoCr alaışımına Ga ve Al eklendiğinde ferromanyetik özellik sergilediği ve ymk ve hmk fazlarından oluştuğu gözlenmiştir. Alaşıma Ga ve Al eklentisinin hmk fazını oluşturmamasından ötürü alaışımın ferromanyetik özelliğini geliştirdiği gözlenmiştir. FeCoNiCr YEA' nın Ms değeri uygulanan 20 kOe (Tc=104 K) manyetik alanda 0.5 emu/gr olarak bulunurken FeCoNiCrGa ve FeCoNiCrAl alaşımlarının Ms sırasıyla 38 emu/gr (Tc=703 K) ve 25 emu/gr (Tc=277 K) değerlerine yükseldiği gözlenmiştir. FeCoNiCr alaışımında hmk ve ymk katı çözelti fazlarını değerlendirmek için Na ve arkadaşları tarafından VEC (Valence Electron

Concentration) parametresi önerilmiştir. Katı çözelti oluşumu için önerilen VEC kuralların FeCoNiCr tip YEA' lar ile örtüştüğü görülmüştür [95].

Stepanov ve arkadaşları tarafından CoCrFeNiMn temelli YEA 0,0; 2,0; 3,4 ve 4, 8 (CoCrFeNiMnC_x (x= 0; 0,1; 0,175; 0,25) oranlarında C elementi miktarlarıyla vakum ark ergitme yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Üretilen alaşım XRD, SEM, TEM, EDS yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiş ve Vickers sertlik değeri elmas piramit uç kullanılarak 100 gr yük 10 sa boyunca uygulanmıştır. Sertlik değerinin daha doğru ölçülebilmesi için en az ölçüm alınmıştır. Sentezlenen alaşımın yapısı 600, 800, 1000, 1200°C sıcaklıklarında 48 sa tavlandıktan sonra döküm katılaşma koşullarında araştırılmıştır. Döküm katılaştırma koşullarında CoCrFeNiMn alaşımı tek bir ymk fazından, CoCrFeNiMnC_{0,1} nano ölçekte önemsiz bir miktarda M7C3 karpitini CoCrFeNiMnC_{0,175} ve CoCrFeNiMnC_{0,25} alaşımlarının sırasıyla %5 ile %9,5 iri taneli M7C3 karpitlerini içerdiği gözlenmiştir. Alaşımın mikrosertlik değerinin C eklentisiyle 160 HV değerinden 275 HV (CoCrFeNiMnC_{0,25}) değerine arttığı gözlenmiştir. 800°C sıcaklıkta tavlama işleminden sonra M7C3 karpitlerinin CoCrFeNiMnC_{0,1}, CoCrFeNiMnC_{0,175} ve CoCrFeNiMnC_{0,25} alaşımlarında çökeldiği rapor edilmiştir. Karpitlerin çökmesi ile alaşımın sertlik değerinin yükseldiği görülmüştür. Ek olarak tavlama sıcaklığının artırılmasıyla sertlik değerinin azaldığı gözlenmiştir. ymk katı çözeltisi içerisindeki C miktarı araştırılmış ve termodinamik eşitliklerle elde edilen değerlerle karşılaştırılmıştır. Termodinamik model eşit atomik yapıli ymk fazlı Co-Cr-Fe-Ni-Mn sistemindeki bileşenlerin sayısı artırıldığında ymk fazı içindeki C çözünürlüğünün azaldığını göstermiştir [96].

Nanoyapılı (FeCoNi)₇₀Ti₁₀B₂₀ alaşımı Avar ve arkadaşları tarafından MA yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Öğütme süresinin yapısal ve morfolojik dönüşümler üzerine etkisi detaylı bir şekilde incelenmiştir. Sonuç alaşımları XRD, SEM, TEM ve DTA yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Öğütme işlemi için 500 rpm hızına sahip gezegensel tip bir öğütücü kullanılmıştır. Öğütme işleminde sertleştirilmiş çelik bilyeler kullanılmıştır. Öğütme işlemi için bilye-toz oranı 20:1 öğütme atmosferi için Ar gazı kullanılmıştır. (FeCoNi)₇₀Ti₁₀B₂₀ katı çözelti fazının oluşumunun MA süresinin ilk zamanlarında oluşmaya başladığı gözlenmiştir. Kristalit boyut ve latis gerinimlerinin 20 sa öğütme işleminden sonra kayda değer bir ölçüde değişmediği gözlenmiştir ancak öğütmenin ilk saatlerinde kristalit boyutun hızla düştüğü latis gerinimlerinin ise hızla arttığı gözlenmiştir. Öğütme süresinin biraz daha artmasıyla meydana gelen ciddi plastik deformasyonlardan ötürü (FeCoNi)₇₀Ti₁₀B₂₀ amorf fazının oluştuğu not edilmiştir. Amorf faz oluşumu alaşım elementlerinin yapıda homojen dağıldığını gösteren EDS yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir. Ayrıca 700 °C derecede ısıtılma tabi tutulmuş numelerin amorf fazdan kristalit faza geçiş yaptığı gözlenmiştir. Ayrıca yüksek basınç XRD grafikleri 30 GPa basınca kadar amorf fazın varlığını koruduğunu göstermiştir. 50 sa öğütülmüş ve 350 °C derecede tavllanmış numunelerin yumuşak manyetik özelliklerinin

önemli ölçüde geliştiği gözlenmiştir. Manyetik özelliklerde meydana gelen bu iyileşmenin sıcaklıkla birlikte amorf fazdaki artık gerilmelerin yok olmasından kaynaklandığı not edilmiştir [97].

Yapılan literatür araştırmalarında görüldüğü üzere YEA' lar yüksek sertlik, dayanım, korozyon direnci, yoğunluk ve yüksek manyetik özellik değerlerine sahip olmaktadır. YEA' nın alışlagelmiş diğer alaşımlara kıyasla çok daha üstün özellikler sergilemesi ve üretim tekniklerinin fabrikasyona uygun olması sebebiyle günümüzde daha fazla tercih edildikleri biliniyor ve gelecekte diğer malzeme gruplarının yerini alacakları öngörülmektedir. Bu malzeme gruplarından biri olan yumuşak manyetik malzemelerin günümüz teknolojinin faaliyet gösterdiği alanların neredeyse hepsinde kullanılmaktadır. Bu alanlar arasında askeri, sağlık, haberleşme, uzay-havacılık, savunma ve otomotiv endüstrisi, elektronik, enerji verimliliği, ileri mühendislik malzemeleri gibi birçok alan yer almaktadır. Sağladığı avantajlarından dolayı yüksek entropili yumuşak manyetik malzemeler, üzerinde çalışılması gereken, mühendislik malzemeleri için umut vadeden ve bilim insanları tarafından yoğun ilgi gören bir malzeme grubu olarak öne çıkmaktadır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Alaşımları oluşturan elementel Fe, Co, Ni, Nb ve Cr tozları yüksek saflıkta temin edilmiştir. Alaşım tozları MA yöntemi kullanılarak, gezegensel tip öğütücüde yüksek saflıkta Ar atmosferi altında üretilmiştir. Sertleştirilmiş çelik öğütme haznesi ve öğütme bilyeleri kullanılmıştır. Öğütme işlemi için hız 400 rpm ve bilye/toz oranı 10:1 olarak belirlenmiştir. Öğütme işlemi toplam 20 sa yapılmış ve aşırı sıcaklık artışının önüne geçmek için öğütme işlemine 30 dakikada bir 15 dakika ara verilmiştir. Öğütme işlemi başladıktan 1, 3, 5, 10, 20 sa sonra alaşım tozlarından numuneler alınmış ve XRD, SEM, EDS ve VSM yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir.

3.1. Deneyde Kullanılan Başlangıç Tozları

Bu çalışmada ticari olarak satın alınmış Fe (Riedel-de Haën, %99,9 <212 μm), Co (Sigma-Aldrich, %99,9), Ni (Sigma-Aldrich, %99,99), Nb (Aldrich, %99,9, 45 μm), Cr (Aldrich, %99,9) tozları kullanılmıştır. Tozların karışım oranları 4 farklı alaşım kompozisyonu için ayrı ayrı hesaplanmıştır. Tozların hazırlanması, tartılması ve numunelerin alınması işlemleri Şekil 3.1’de verilen Glove-Box içerisinde Ar gazı atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiCrNb alaşımlarının üretilmesi için gereken kimyasal elementlerin kompozisyonları sırasıyla Tablo 3.1, Tablo 3.2, Tablo 3.3 ve Tablo 3.4’te verilmiştir.



Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan Glove-Box cihazı.

Tablo 3.1. FeCoNi deney setinin toz karışım oranları.

Element	Atom ağırlığı	Atom yüzdeleri	Ağırlık (%)	Alaşım tozlarının ağırlığı (gr)
Fe	55,8450	33,3333	32,1427	6,4285
Co	58,9331	33,3333	33,9200	6,7840
Ni	58,6934	33,3333	33,9373	6,7875
Toplam		100	100	20

Tablo 3.2. FeCoNiNb deney setinin toz karışım oranları.

Element	Atom ağırlığı	Atom yüzdeleri	Ağırlık (%)	Alaşım tozlarının ağırlığı (gr)
Fe	55,845	25	20,9646	4,1926
Co	58,9331	25	22,1239	4,4248
Ni	58,6934	25	22,0339	4,4068
Nb	92,9060	25	34,8776	6,9755
Toplam		100	100	20

Tablo 3.3. FeCoNiCr deney setinin toz karışım oranları.

Element	Atom ağırlığı	Atom yüzdeleri	Ağırlık (%)	Alaşım tozlarının ağırlığı (gr)
Fe	55,845	25	24,7685	4,9537
Co	58,9331	25	26,1382	5,2276
Ni	58,6934	25	26,0319	5,2064
Cr	51,9961	25	23,0615	4,6123
Toplam		100	100	20

Tablo 3.4. FeCoNiNbCr deney setinin toz karışım oranları.

Element	Atom ağırlığı	Atom yüzdeleri	Ağırlık (%)	Alaşım tozlarının ağırlığı (gr)
Fe	55,8450	20	17,5407	3,5081
Co	58,9331	20	18,5107	3,7021
Ni	58,6934	20	18,4354	3,6871
Nb	92,9060	20	29,1814	5,8363
Cr	51,9961	20	16,3318	3,2664
Toplam		100	100	20

3.2. Mekanik Alaşımlama Deneyleri ve Mekanik Alaşımlama Parametreleri

MA işlemi için Retsch marka PM100 model gezegensel tip öğütücü, sertleştirilmiş çelikten imal edilmiş öğütücü hazne ve bilyeler kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan öğütücü Şekil 3.2.1’de verilmiştir. Deneyde kullanılan bilyeler 8 ve 10 mm olmak üzere iki farklı çapa sahiptir. Dört farklı kompozisyona sahip alaşım tozları 1, 3, 5, 10 ve 20 sa süre ile öğütülerek sentezlenmiş ve tüm deney setleri için bilye/toz oranı 10:1 seçilmiştir. Deney setleri için uygulanan parametreler Tablo 3.5’ te verilmiştir. Öğütme, numune alma ve toz karışımı hazırlama işlemleri

Glove-Box içerisinde Ar atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Aşırı sıcaklık artışının önüne geçmek için her 30 dk öğütme işleminden sonra 15 dk ara verilmiş ve öğütücü hazne dönüş yönü her seferinde bir öncekinin tersine olacak şekilde ayarlanmıştır. Öğütme işlemleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.2. Deneyde Kullanılan Öğütme cihazı.

Tablo 3.5. Alaşım grupları için uygulanan parametreler.

Set numarası	Öğütücü tipi	Öğütme hızı ve ortamı	Bilye/toz oranı	Bilye çapları (mm)	MA süresi (saat)
Set 1 FeCoNi	Gezegensel	400 rpm Ar Atmosferi	10:1	8-10	1, 3, 5, 10, 20
Set2 FeCoNiNb	Gezegensel	400 rpm Ar atmosferi	10:1	8-10	1, 3, 5, 10, 20
Set3 FeCoNiCr	Gezegensel	400 rpm Ar atmosferi	10:1	8-10	1, 3, 5, 10, 20
Set4 FeCoNiNbCr	Gezegensel	400 rpm Ar atmosferi	10:1	8-10	1, 3, 5, 10, 20

3.3. Kullanılan Karakterizasyon Yöntemleri

Üretilen alaşımlar, XRD analizi, SEM, EDS ve VSM yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir [98].

Sentezlenmiş olan alaşımların mikroyapı ve morfolojik özelliklerinin istenen veya beklenen nitelikte olup olmadığını analiz etmek için SEM, faz bileşimleri, kristalit boyutu, latis gerinimi, latis parameteresi ve dislokasyon yoğunluğu gibi özellikleri tayin etmek için XRD, elementel tozların alaşım içerisindeki dağılımlarını haritalamak için EDS ve manyetik özellikleri ölçmek için VSM tekniği kullanılmıştır.

3.3.1. X- Işınları Kırınımı Yöntemi

X-Işını kırınımı kristal bir numune yüzeyine θ açısıyla gönderilen ışın demetinin yüzey atomlarıyla etkileşerek yansması prensibine göre çalışır. Yüzeyle etkileşen ışınların bir kısmı saçılarak yansırken kalan kısmı bir alt tabakadaki yüzey atomlarıyla etkileşir ve bunların da bir kısmı yansırken geri kalanı bir alt tabakadaki yüzeye geçerek bu şekilde kafes sistemleri ve atom düzlemleri arasındaki uzaklık hakkında bilgi vermektedir. XRD bir malzemenin içindeki atomların geometrik düzeni ve aralarındaki uzaklık gibi nitel özellikler hakkındaki birçok bilgiyi edinmemizi sağlar [9]. X-Işını difraktometrisi ile sentezlenen toz karışımının ve başlangıç elementlerinin faz ve kristal yapıları detaylı olarak incelenmiştir.



Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan XRD cihazı.

Farklı öğütme süreleri için sonuç alaşımlarının faz bileşimleri, kristalit boyutu, latis parametreleri, latis gerinimleri ve dislokasyon yoğunluğu gibi özellikleri karakterize etmek için X-Ray Difraktometresi (XRD, PANalytical-EMPYREAN) kullanılmıştır. Şekil 3.2’de deneylerde kullanılmış olan XRD cihazını göstermektedir. XRD analizinde Cu-Ka ($\lambda = 0,15406$ nm) plaka kullanılmış olup XRD ölçümleri $2\theta = (10-90^\circ)$ aralığında 45 kV ve 40 mA değerleri ile yapılmıştır.

Ortalama kristalit boyutu ve latis gerinimleri Williamson-Hall yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır.

3.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu- Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (SEM-EDS)

Taramalı Elektron Mikroskobu ya da SEM (Scanning Electron Microscope), numune yüzeyine elektron göndererek yüzeyle ilgili bilgileri görselleştirme yoluyla uygun algılayıcılarla ekrana yansıtmaktadır. Temel olarak sentezlenen numunenin yüzeyi ve yüzeyine yakın bölgelerde nanoboyutta parçacıkların geometrileri hakkında bilgi vermektedir.



Şekil 3.3. Kullanılan SEM cihazı görüntüsü

Ayrıca SEM görüntülerinden kristalografik bilgi, morfoloji, malzemenin şekli, boyutu ve bileşimi ile ilgili bilgiler de elde edilmektedir. Ek olarak SEM görüntüleri kullanılarak İmageJ yazılımı yardımıyla ortalama parçacık boyutu hesaplanmaktadır [99]. EDS, SEM cihazıyla birlikte kullanılan ve numuneden yansıyan X- Işınlarını yakalayan özel bir dedektör sayesinde numunenin nanometre boyutundaki alanlarının görüntülerini elementel açıdan incelememizi sağlayan bir analiz yöntemidir. EDS ile elementlerin numunedeki yerleri haritalama (Mapping) ile gösterilmektedir. Bu haritalama sayesinde sentezlenen malzemelerin hangi elementleri içerdiğini ve bu elementlerin numunenin farklı bölgelerindeki yoğunluğu tespit edilebilmektedir. Ek olarak bu yöntemle numunedeki kalıntılar, partiküller tanımlanmakta ve yoğunlaşma

değişimleri tespit edilmektedir Sentez alaşımlarını oluşturan elementlerin alaşım sisteminde homojen dağılması alaşımlama işleminin başarılı bir şekilde yapıldığını göstermektedir [100].

MA işleminden sonra elde edilen sonuç alaşımlarının SEM analizleri (FEI Quanta FEG 450) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Başlangıç tozlarının ve MA işleminden sonra elde edilen alaşımların partikül boyutu ve dağılımları ve tane sınırları gibi morfolojik özelliklerin analiz edilmesi amacıyla SEM kullanılmıştır. Şekil 3.3 deneyde kullanılan SEM cihazının fotoğrafını göstermektedir. Alaşımda yer alan elementlerin alaşım içerisindeki dağılımını göstermek için Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) analizi kullanılmıştır. EDS analizi sayesinde her bir elementin alaşım içerisinde homojen dağılıp dağılmadığı kolay bir şekilde görülebilmektedir.

3.3.3. Titreşimli Numune Magnetometresi (VSM)

Titreşimli Numune Magnetometresi (Vibrating Sample Magnetometer) malzemelerin manyetik özelliklerini ölçmeye yarayan bir ölçüm cihazıdır. VSM Faraday'ın indüksiyon yasasını temel alır. Bu yasaya göre kapalı bir devrede meydana gelen akı değişimi indüksiyon elektromotor (e.m.k) kuvvetini oluşturur. Denklem 3.1 kullanılarak emk değeri aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır [101].

$$\varepsilon = -N (d\Phi)/dt \quad (3.1)$$

Burada N bobin sarım sayısını, I manyetik akıyı göstermektedir. Manyetik akı değişimi; zamanla değişen manyetik alan uygulamak, manyetik alanda bulunan numuneyi titreştirmek, kapalı devrenin alanını değiştirmek gibi birkaç farklı yolla sağlanabilir. VSM manyetik alanda bulunan numuneyi titreştirerek manyetik akı (I) değişimini sağlamaktadır [101].

VSM, içine yerleştirilen bir numuneye manyetik alan uygulanırken numuneyi titreştirerek oluşan manyetik akı değişimini ölçer. Bu değişim histerisiz eğrisinden malzemelerin kalıcı manyetizasyon (M_r), doygunluk mıknatıslanma (M_s), zorlayıcı alan (H_c) değerleri okunur. VSM ölçüm yapılmadan önce manyetik moment değerleri bilinen standart malzemeler (Ni, Pd gibi) kullanılarak kalibre edilir. Kalibrasyon işlemi VSM cihazında okunan değerlerin standart değere bölünerek elde edilen katsayı kullanılarak yapılan bir işlemdir [8]. VSM cihazı kalibre edildikten sonra ilk olarak numune yokken ölçüm yapılır. Daha sonra numune yerleştirilir ve bir daha ölçüm yapılır. Elde edilen bu iki ölçüm değerinin farkı alınarak manyetik özellik değerleri elde edilir [101].

Sonuç alaşımlarının manyetik davranışları, belirli sıcaklık değerlerinde (10, 300 K) her bir set için ayrı ayrı ölçülmüş ve histerisiz eğrilerinde gösterilmiştir. Farklı sıcaklık değerlerine karşılık manyetik özelliklerde meydana gelen değişim (Quantum Design Model 600) PPMS (physical properties measurement system) düzeneğinin VSM şekli kullanılarak ölçülmüştür.

Manyetik ölçümler ± 30 kOe aralıklarında uygulanan manyetik alan varlığında oda sıcaklığında (300K) yapılmıştır. Şekil 3.4 karakterizasyon işlemleri için kullanılan VSM cihazını göstermektedir. Bütün numunelerin manyetotermal özellikleri 300 kHz frekans ve 400 Oe genlik değerleri varlığında Ambrell Easy Heat L1 model RF sinyal üretici ve Neoptix fiber optik sıcaklık sensörleri kullanılarak tespit edilmiştir. Ölçümler yapılmadan önce numuneler ultrasonik olarak izopropil alkol içerisinde dağıtılmıştır.

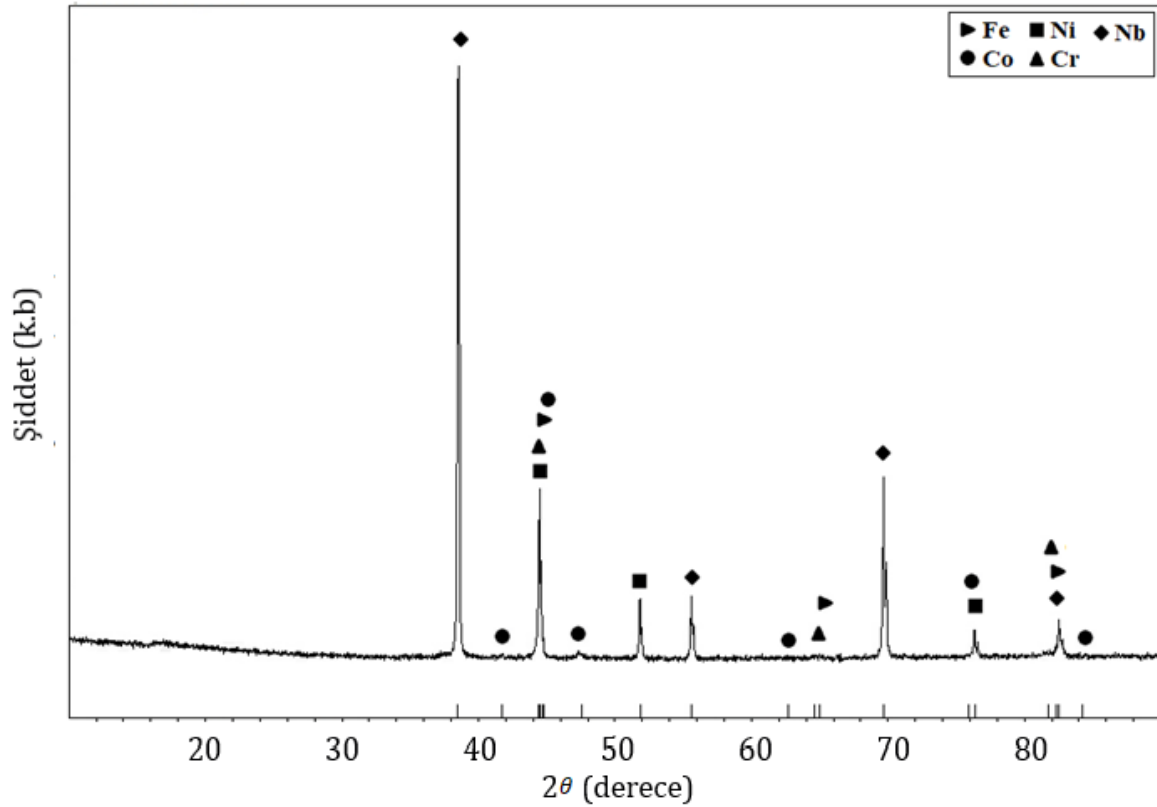


Şekil 3.4. Deneylerde kullanılan VSM cihazı.

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. XRD Analizi Sonuçları

Başlangıç tozlarının XRD grafiği Şekil 4.1' de gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü üzere Fe (ICDD: 87-0721, Kübik, $Im\bar{3}m(229)$), Co (ICDD: 05-0727, Kübik, $Fm\bar{3}m(225)$), Ni (ICDD: 04-0850, Kübik, $Fm\bar{3}m(225)$), Cr (ICDD: 85-1335, Kübik, $Im\bar{3}m(229)$) ve Nb (ICDD: 34-0370, Kübik, $Im\bar{3}m(229)$) elementlerine ait pikler dışında herhangi bir pik tespit edilmemiştir. Bu durum başlangıç elementlerinin saf bir şekilde temin edildiğini göstermektedir.



Şekil 4.1. Başlangıç tozlarının XRD grafiği.

Şekil 4.2, Şekil 4.3, Şekil 4.4 ve Şekil 4.5 'te sırasıyla FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiCrNb alaşımlarının öğütme süresine bağlı olarak XRD grafiklerini göstermektedir. Şekil 4.2 incelendiğinde öğütmenin ilk saatinden sonra Fe, Co ve Ni'ye ait piklerin azaldığı, öğütme işleminin 5 saatinden sonra Fe ve Co elementlerinin Ni elementinin latisleri içerisine çözünmeye başlayarak ymk yapılı katı çözelti bir faz oluşturduğu görülmüştür. 20 sa öğütme sonrasında, ymk fazına ait piklerin boylarının azaldığı ve piklerin altında kalan alanların genişlediği gözlenmiştir. Bu durum Fe ve Co elementlerinin Ni içerisinde tamamen çözündüğünü ve aynı zamanda kristalit boyutlarının azaldığını göstermektedir [49].

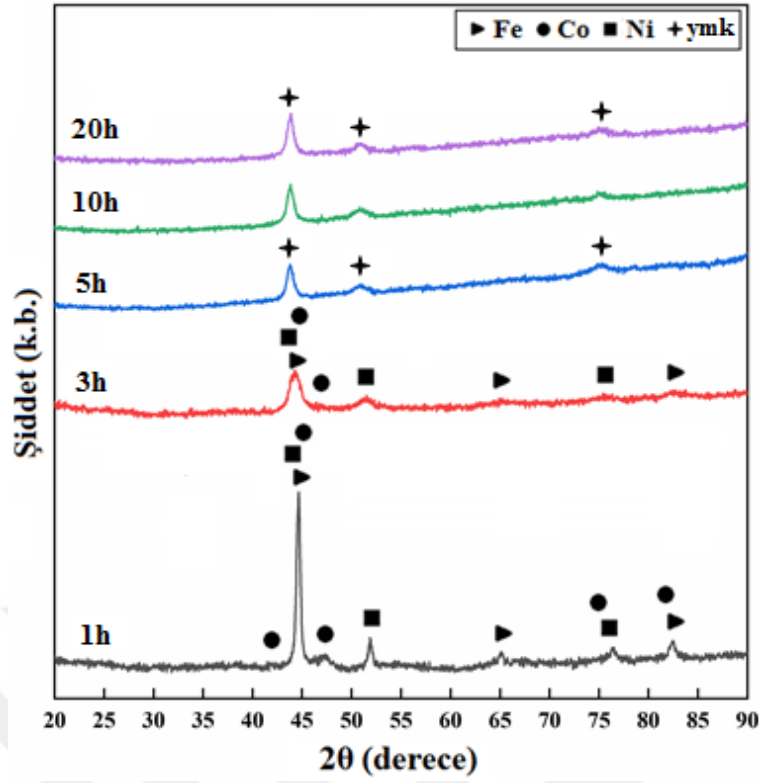
Nb elementi FeCoNi ile birlikte öğütüldüğünde 3 sa öğütme işleminden sonra bütün elementlere ait piklerin neredeyse kaybolduğu Şekil 4.3 'te açıkça görülmektedir. Ymk fazına ait piklerin 3 sa öğütme işleminden sonra oluşmaya başladığı ve 10 sa öğütmeden sonra tamamen yok olduğu gözlenmiştir. Kristal piklerin 10 sa öğütme işleminden sonra genişleyerek amorf bir faz oluşturduğu görülmektedir. Öğütme işlemi 20 sa kadar sürdüğünde ise amorf + ymk fazlarına ait tek bir pikin oluştuğu gözlenmiştir. Amorf fazın meydana gelmesinde Nb elementinin diğer elementlerle oluşturduğu yüksek ΔH_{mix} etkili olduğu görülmüştür. FeCoNiNb YEA' nda tek fazlı yapıların meydana gelmesi yüksek ΔS_{mix} etkisine atfedilmiştir.

FeCoNi tozlarına Nb yerine Cr eklendiğindeyse 20 h öğütme işleminden sonra sadece ymk yapıları katı çözelti fazlarına ait piklerin oluştuğu Şekil 4.4'te net bir şekilde görülmektedir. İlk 3 sa öğütme işleminden sonra diğer elementlerin Ni latisleri içerisinde çözünerek ymk yapıları katı çözelti fazını oluşturduğu görülmektedir. Nb nin aksine Cr eklentisinin ymk fazı oluşturması Cr elementinin kristalizasyonu geliştirmesine atfedilmiştir. Cr elementi eklendiğinde katı çözelti ymk fazı oluştuğu gibi FeCoNi alaşım sisteminde de benzer bir şekilde 20 sa öğütme işleminden sonra ymk yapıları katı çözelti fazına ait piklerin oluştuğu görülmüştür [63].

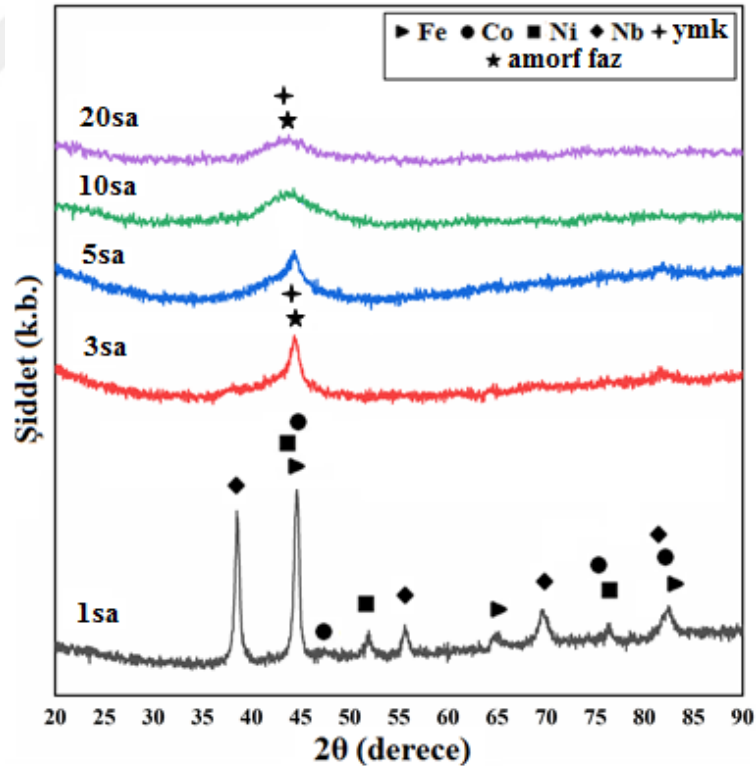
Öte yandan FeCoNiCrNb elementlerinin tamamı eşit molar ölçüde birlikte öğütüldüğünde 5 sa öğütme işleminden sonra sadece Nb elementine ait piklerin yok olmadığı diğer bütün piklerin kaybolduğu Şekil 4.5' te gözlenmektedir. Ancak 10 sa öğütme işleminden sonra Nb pikinin de yok olduğu ve amorf fazın yoğun bir şekilde oluştuğu şekilde görülmektedir. Amorf faza ait pik genişliğinin 20 sa öğütme işleminden sonra arttığı farkedilmektedir. FeCoNi sistemine Nb eklentisinin amorf fazı geliştirdiği gözlenmiştir. Amorflaşmanın meydana gelmesi alaşım elementleri arasındaki büyük negatif entalpi farkına (ΔH_{mix} , kJ/mol) atfedilmiştir. Alaşım elementleri arasındaki negatif entalpi, her bir alaşım elementinin sahip olduğu atomik yarıçap ve erime noktaları Tablo 4.1'de verilmiştir. Tablo incelendiğinde Nb elementinin diğer elementlerle yüksek negatif entalpi farkına sahip olduğu açıkça görülmektedir. FeCoNiNb ye ait XRD grafikleri dikkatlice incelendiğinde Nb eklentisinin amorf faz oluşumuna büyük bir katkı sağladığı açıkça görülmektedir.

Tablo 4.1. Alaşım elementleri arasındaki negatif entalpi farkı (ΔH_{mix} , kJ/mol) ve elementlerin atomik yarıçapları ve erime noktaları [102].

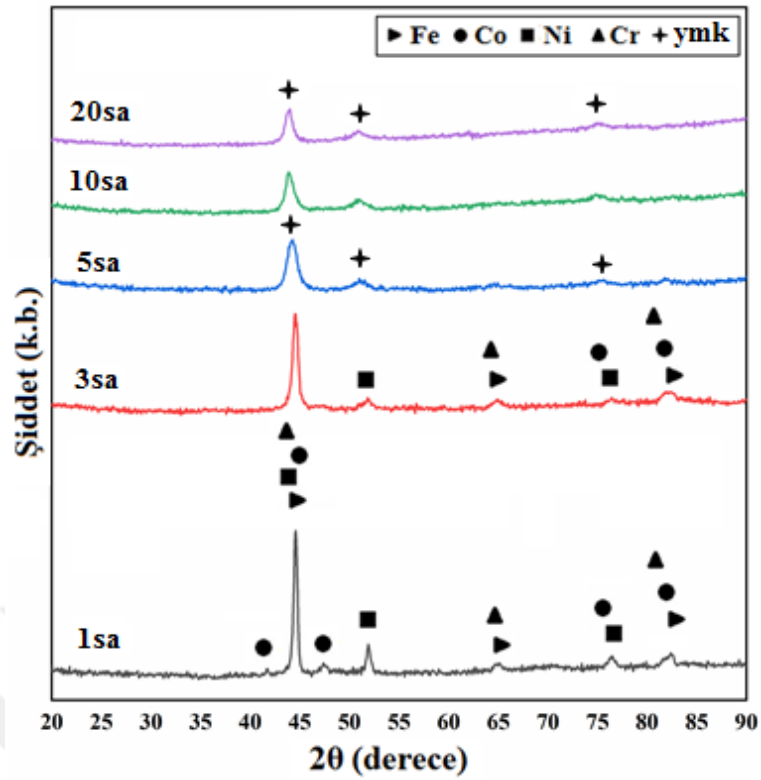
Element	Atomik Yarıçap (nm)	Erime Noktası (°C)	Fe	Co	Ni	Cr	Nb
Fe	0,124	1535	-	-1	-2	-1	-16
Co	0,152	1495		-	0	-4	-25
Ni	0,149	1455			-	-7	-30
Cr	0,128	1857				-	-7
Nb	0,146	2092					-



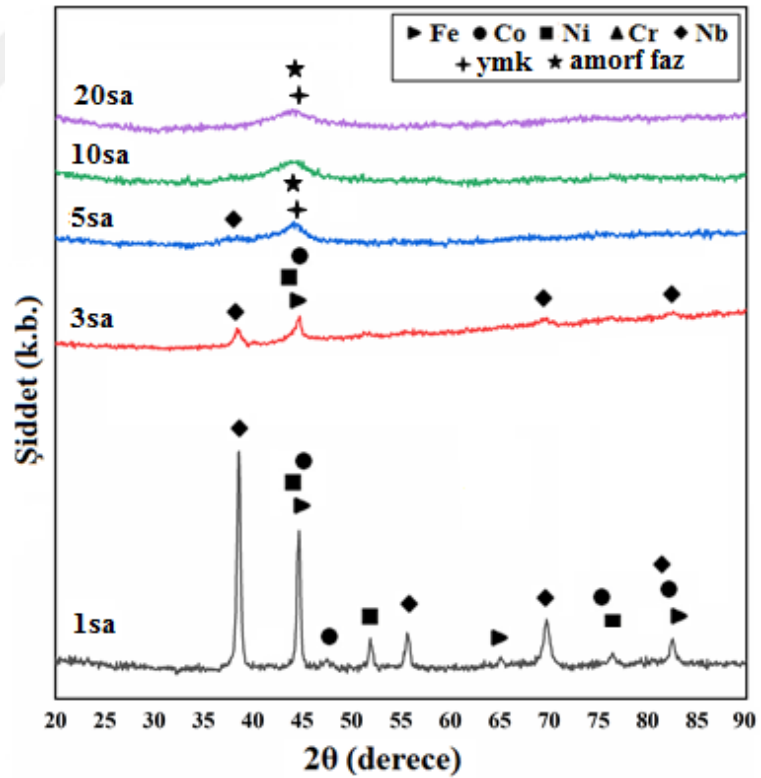
Şekil 4.2. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNi alaşımına ait XRD grafikleri.



Şekil 4.3. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiNb alaşımına ait XRD grafikleri.



Şekil 4.4. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiCr alaşımına ait XRD grafikleri.



Şekil 4.5. Farklı öğütme süresine bağlı olarak FeCoNiNbCr alaşımına ait XRD grafikleri.

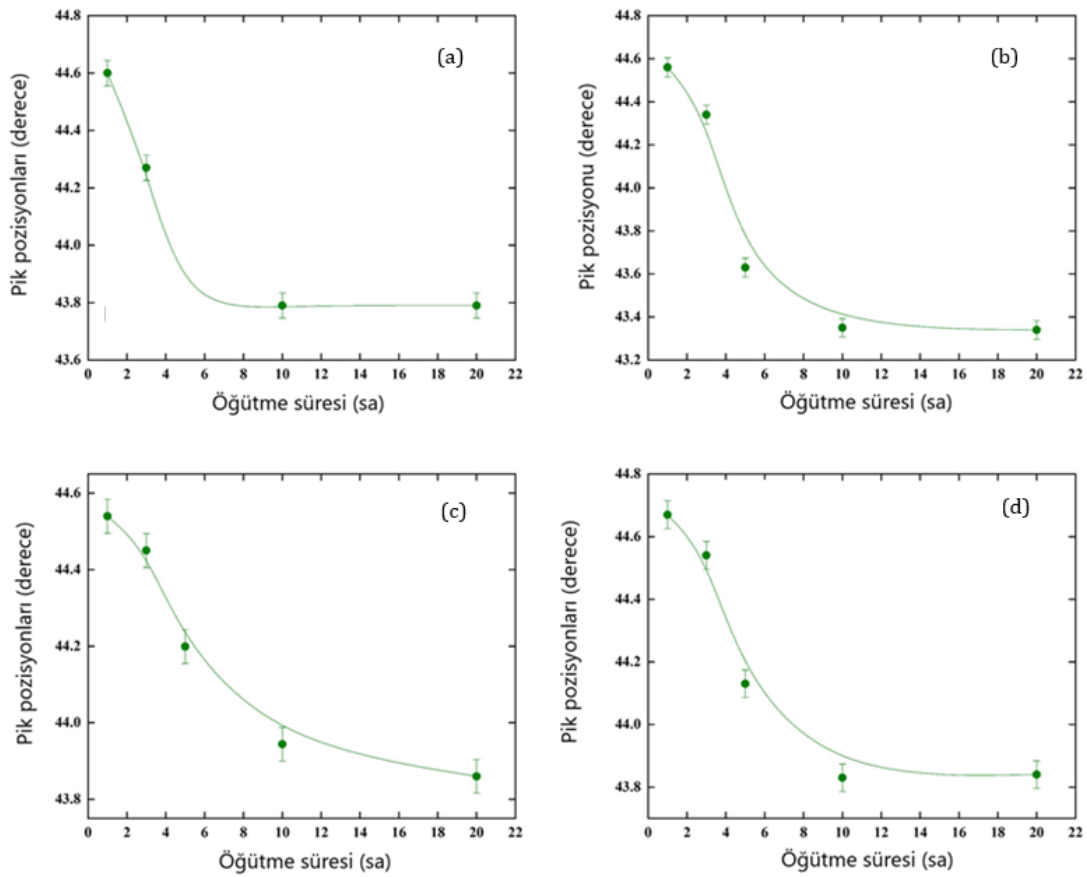
Bilindiği üzere yüksek negatif karışım entalpisinin ve benzer atom yarıçaplarının elementlerin birbiri içerisinde çözünmesini geliştirmektedir [102,103]. Kristalit boyutun

azalması ile kristalitler kararsız bir hal alarak amorf faz oluşumunu geliştirmektedir. Alışım elementlerinin atom büyüklükleri arasındaki farkın büyük olması da amorf fazın oluşmasını sağlayan sebeplerden biri olmaktadır. Atom boyutları arasındaki fark arttıkça latis gerinimi artmakta ve sonucunda latis hatalarına, mikro yapısal bozukluklara ve dislokasyon yoğunluğunda artışa sebep olmaktadır. Dislokasyon yoğunluğu ve latis gerinimi arttıkça kristal yapının kararsız bir hal alarak amorf fazı geliştirdiği önceki çalışmalarda belirtilmiştir [104, 105].

Bilindiği üzere benzer atom yarı çapları elementlerin birbiri içerisinde çözünmesini geliştirmektedir. Daha düşük atom yarıçaplarına sahip olan Cr ve Nb elementlerinin kolay bir şekilde FeCoNi sisteminde çözülmesi yukarıda verilen XRD grafiklerinde açıkça görülmektedir. Bunun yanı sıra sürekli olarak devam eden çözülme ve latislerde meydana gelen düzensizliklerden ötürü alışımında yüksek miktarda yapısal bozukluklar meydana gelmiştir ki bu bozukluklar amorf fazın oluşumunda artışa sebep olmuştur [49, 104,105].

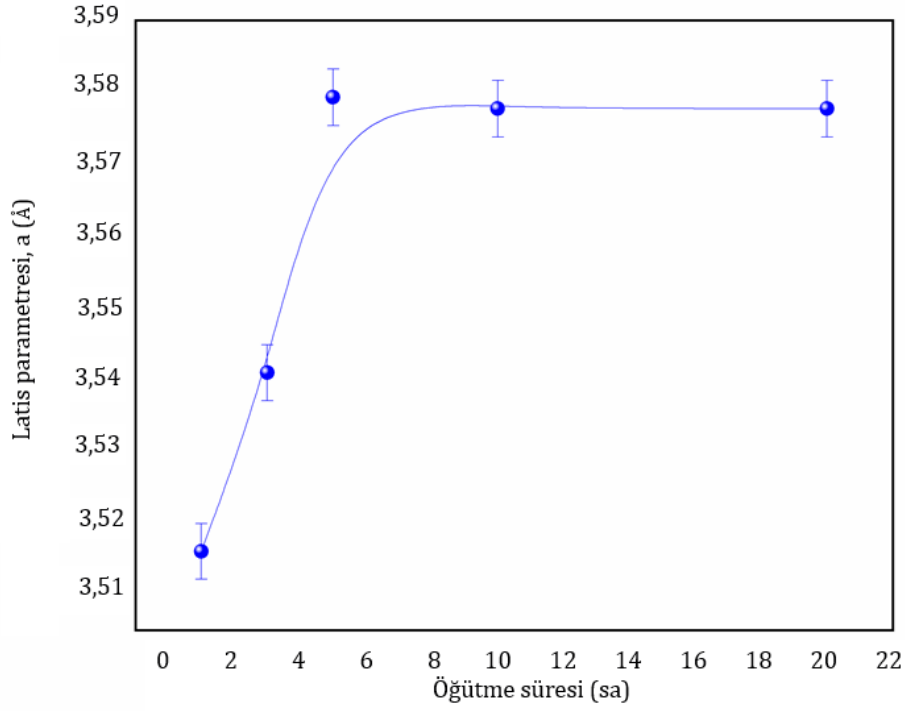
FeCoNi alışımı ve FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr YEA'lara ait pik konumları (2θ derece) Şekil 4.6 (a)- (d)'de verilmiştir. Şekil incelendiğinde öğütme süresi arttıkça bütün alışım sistemlerinde pik yoğunluğunun (en şiddetli pikin, yaklaşık olarak $\sim 44, 6$) düşük açılara doğru kaydığı görülmektedir. XRD grafikleri incelendiğinde (Şekil 4.2- Şekil 4.5), piklerin sola doğru kaydığı açıkça görülmektedir. Bu durum öğütmenin başlangıcından itibaren katı çözelti fazlarının oluştuğunu göstermektedir. Öğütme süresi 20 saate çıkarıldığında ana pikin genişlediği ve sola doğru kayarak 43,4 dereceye kaydığı gözlenmiştir. Pik genişliğinin artması katı çözelti fazlarının amorf faza dönüştüğünü göstermektedir. Piklerin sola kaymasının ise latis parametrelerinin değişmesinden yani elementlerin birbiri içerisinde çözülmesinden kaynaklandığı önceki çalışmalarda da vurgulanmış olup bu çalışmada yer alan alışım gruplarında da benzer bir durum meydana gelmiştir [106]. Zhang ve arkadaşları pik yoğunluğunun sola kaymasını alışım elementlerinin atom yarıçapları arasındaki farktan kaynaklandığını belirtmişlerdir. Farklı atom yarıçaplarına sahip alışımın latis bozukluklarına sebep olduğu belirtilirken, daha büyük yarıçapların piklerde sola kaymaya sebep olduğu da vurgulanmıştır [68]. Ek olarak artan dislokasyon yoğunluğu, kristalitlerin incilmesi ve latis parametrelerinin artması da piklerin sola doğru kaymasına katkı sağlamaktadır [107].

Öğütme süresine bağlı olarak tüm alışım gruplarına ait latis parametreleri Şekil 4.7- Şekil 4.10' da verilmiştir. Şekil 4.7 incelendiğinde MA'nın ilk zamanlarında latis parametrelerinin 3,515 Å değerinden 3,575 Å değerine arttığı görülmektedir. 20 sa öğütme işleminden sonra ise nihai değeri olan 3,577 Å değerine yükselmektedir. Latis parametrelerindeki bu artışın öğütme süresi esnasında tanelerin hacim oranlarında meydana gelen artış ve başlangıç elementlerinde yer alan % micro-gerinimlere atfedilebilir [108]. Ayrıca önceki çalışmalarda da belirttiği gibi katı çözelti fazlarının oluşması da latis parametrelerinin artışında etkili olmaktadır [109].

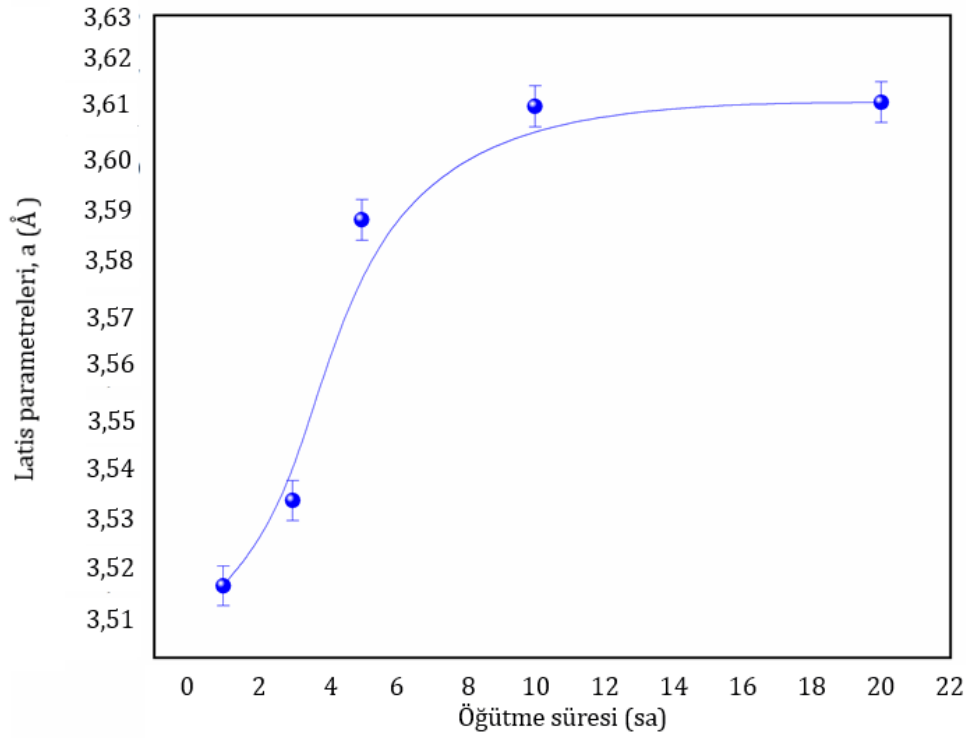


Şekil 4.6. (a)FeCoNi, (b)FeCoNiNb, (c) FeCoNiCr, (d) FeCoNiNbCr alaşımlarına ait pik konumları.

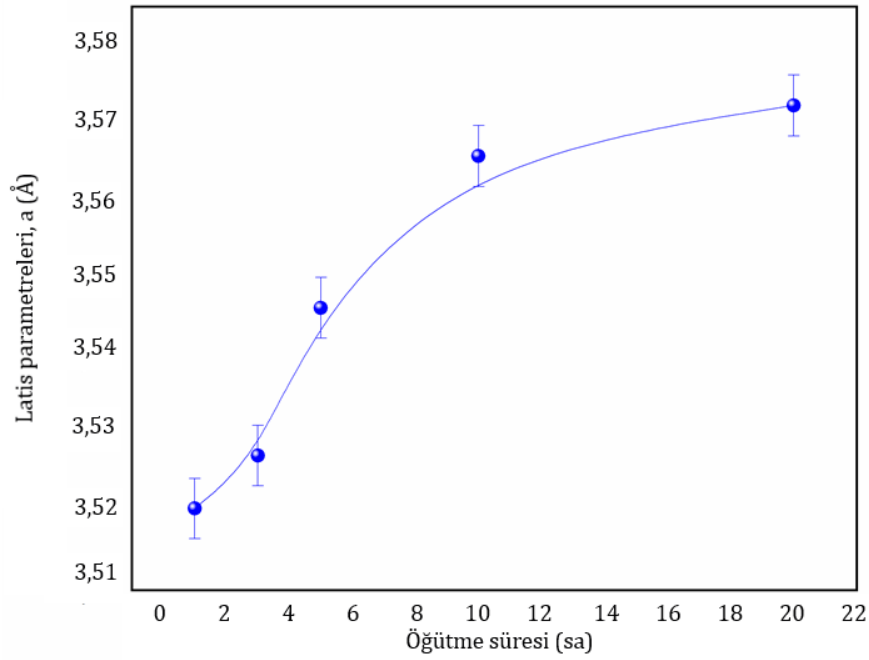
Ek olarak önceki çalışmalarda da belirtildiği gibi atom yarıçapı Ni elementin yarıçapından büyük olan Fe ve Co elementlerinin Ni içerisinde çözünmesi de latis parametresinin artmasına sebep olmaktadır [107-110]. FeCoNiNb alaşımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri Şekil 4.8' de verilmiştir. Şekil incelendiğinde MA'nın ilk 3 saatinde latis parametresinin azaldığı gözlenmektedir. Bu durumun öğütme esnasında meydana gelen yoğun çarpışmalardan dolayı oluşan sıkıştırıcı kuvvetlerden kaynaklandığı önceki çalışmalarda da vurgulanmıştır [97]. Öğütme işleminin 3.saatinden 20. saatine kadar latis parametresinin sürekli artarak yaklaşık 3,61 Å değerine ulaştığı görülmektedir. Latis parametrelerindeki bu artış, katı çözelti fazlarının oluşmasından ve MA esnasında meydana gelen dislokasyon yoğunluğu, tane sınırları oluşumu ve kusurlar gibi yapısal bozukluklardan ve yoğun plastik deformasyondan kaynaklanmaktadır. Ek olarak atom yarıçapı daha büyük olan Fe, Co ve Nb elementlerinin Ni latisleri içerisinde çözünmesi de latis parametrelerini arttıran etkenler arasındadır [107-110].



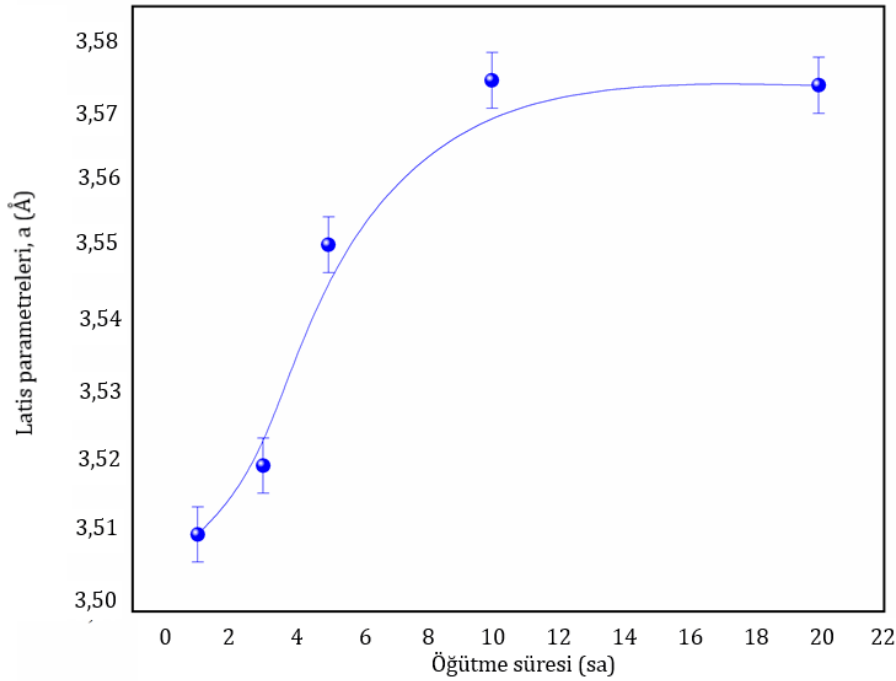
Şekil 4.7. FeCoNi alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri.



Şekil 4.8. FeCoNiNb alaışımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri.



Şekil 4.9. FeCoNiCr alaşımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri.



Şekil 4.10. FeCoNiNbCr alaşımının öğütme süresine bağlı olarak latis parametreleri.

Öğütme sürelerine bağlı olarak FeCoNiCr alaşımına ait latis parametreleri Şekil 4.9' da verilmiştir. Şekil incelendiğinde MA'nın başlangıcından itibaren 20 sa öğütmeye kadar latis parametrelerinin yaklaşık 3,52 Å değerinden 3,57 Å değerine arttığı gözlenmektedir. Latis parametrelerindeki bu artışın katı çözültü fazlarının oluşumu, diğer elementlerin Ni latisleri içerisinde çözünmesi, yoğun dislokasyon ve plastik deformasyonlardan kaynaklanmaktadır. Şekil

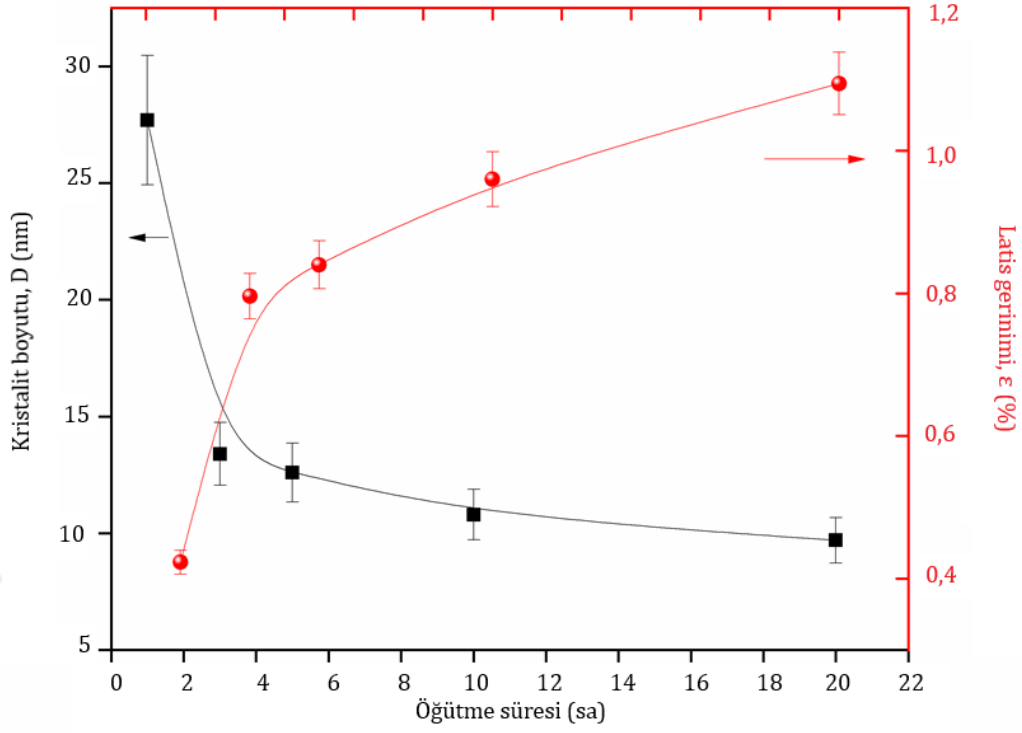
4.10 incelendiğinde diğer alaşım gruplarına benzer olarak latis parametrelerinin MA'nın başlangıcından sonuna kadar artış gösterdiği görülmektedir. Latis parametrelerindeki bu artış diğer alaşım gruplarında olduğu gibi, yoğun plastik deformasyon, yüksek dislokasyon yoğunluğu ve katı çözelti fazlarının oluşumuna atfedilmektedir. Bu durum diğer alaşım gruplarında ve önceki çalışmalarda da belirtilmiştir [109-112].

FeCoNiCrNb, FeCoNiCr, FeCoNiNb ve FeCoNi sonuç alaşımlarının ortalama kristalit boyutu ve latis gerinimleri sırasıyla Şekil 4.11-Şekil 4.14' te verilmiştir. Kristalit boyutu (D) ve latis gerinimi (ϵ) Denklem 4.1'de verilen Williamson-Hall kullanılarak XRD analizlerinden hesaplanmıştır.

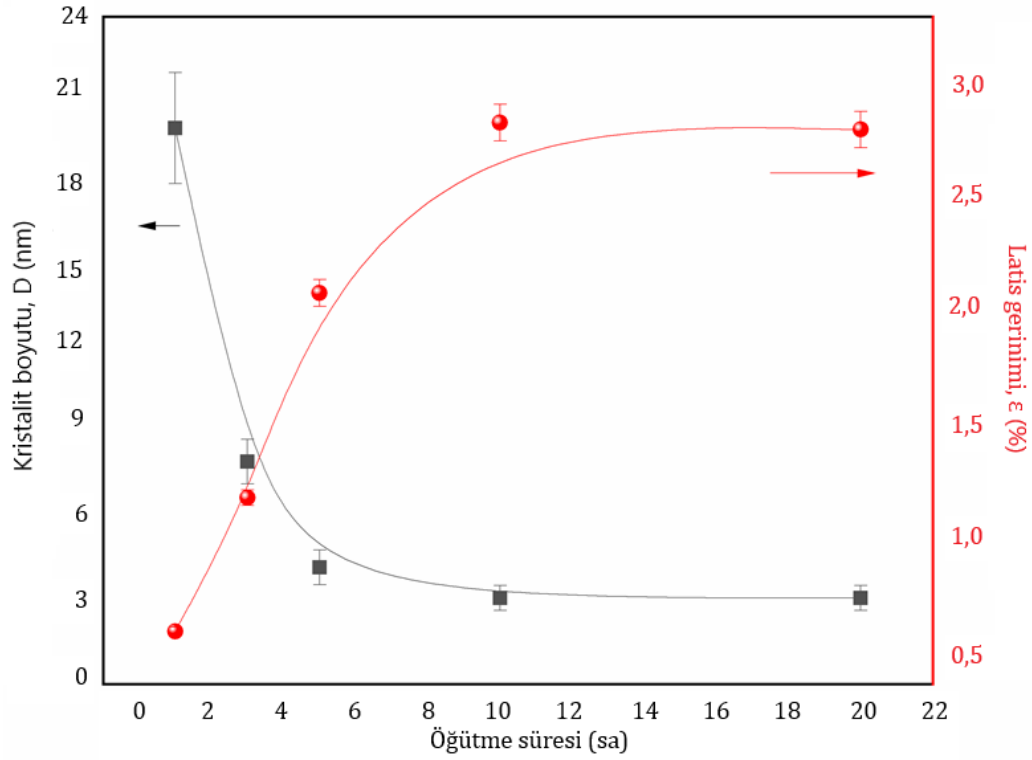
$$B_s \cos \theta = K\lambda/D + 2(\epsilon) \sin \theta \quad (4.1)$$

Burada B_s yansıyan en büyük pikin yarı genişliği, λ XRD ölçümlerinde kullanılan dalga boyu, K değeri 0.9 olan bir sabit ve θ ise Bragg açısıdır.

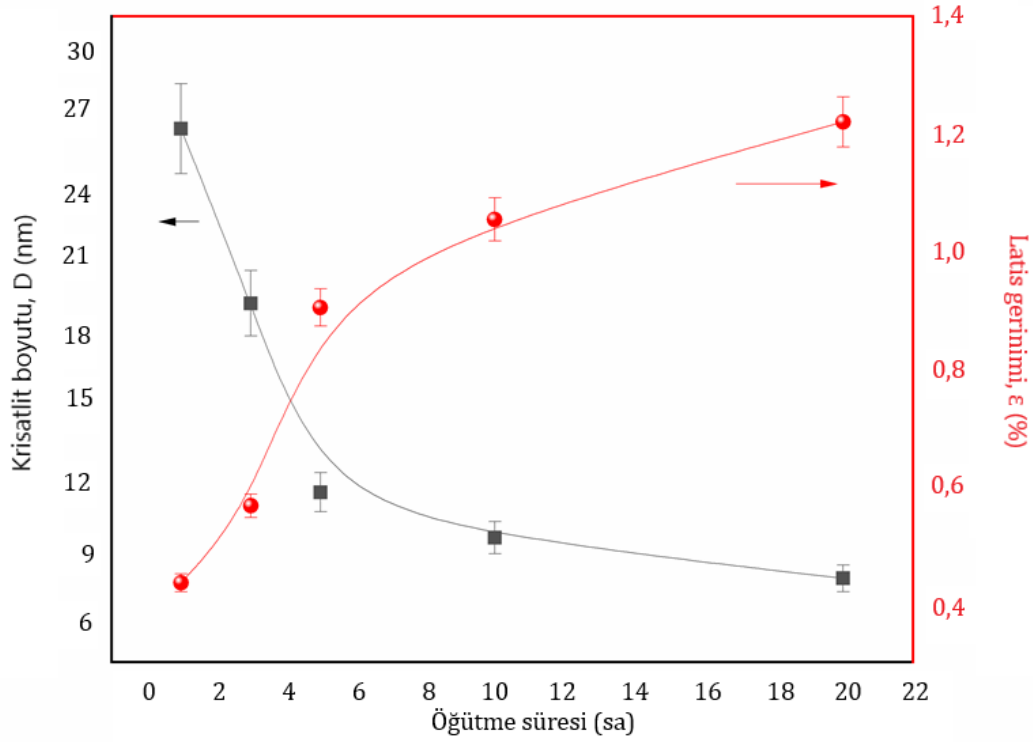
Şekil4.11-Şekil4.14 incelendiğinde bütün alaşım gruplarında kristalit boyutun MA süresinin artmasıyla sürekli olarak azaldığı görülmektedir. XRD grafiklerinden anlaşılaacağı üzere MA'nın en başından itibaren pikler genişlemekte ve boyları kısalmaktadır. Bu durum literatürde yapılan birçok çalışmada gözlenmiştir [111-113]. 20 sa öğütme işleminden sonra FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiCrNb alaşımları için kristalit boyutu sırasıyla 9,7 nm 3,1 nm, 8,3 nm, 4,4 nm olarak hesaplanmıştır. MA'nın ilk saatlerinde kristalit boyutta meydana gelen büyük değişim dislokasyonların yok olması ve tekrar oluşmasından kaynaklanmaktadır. MA'nın ilk safhalarında meydana gelen bu düşüşün dislokasyon yoğunluğunun artması ve tane altı nanoyapıların oluşmaya zorlanmasından kaynaklanmaktadır. Öğütme esnasında meydana gelen plastik deformasyon ve dislokasyonlar atomların diziliş düzenini hızlıca değiştirerek kristal yapıda bozulmalara sebep olmaktadır. Artan MA süresiyle birlikte dislokasyon yoğunluğu da artmakta bunun sonucu olarak yeni tane sınırları oluşmakta ve kristal yapılar nanokristallere dönüşmektedir [104, 108, 114].



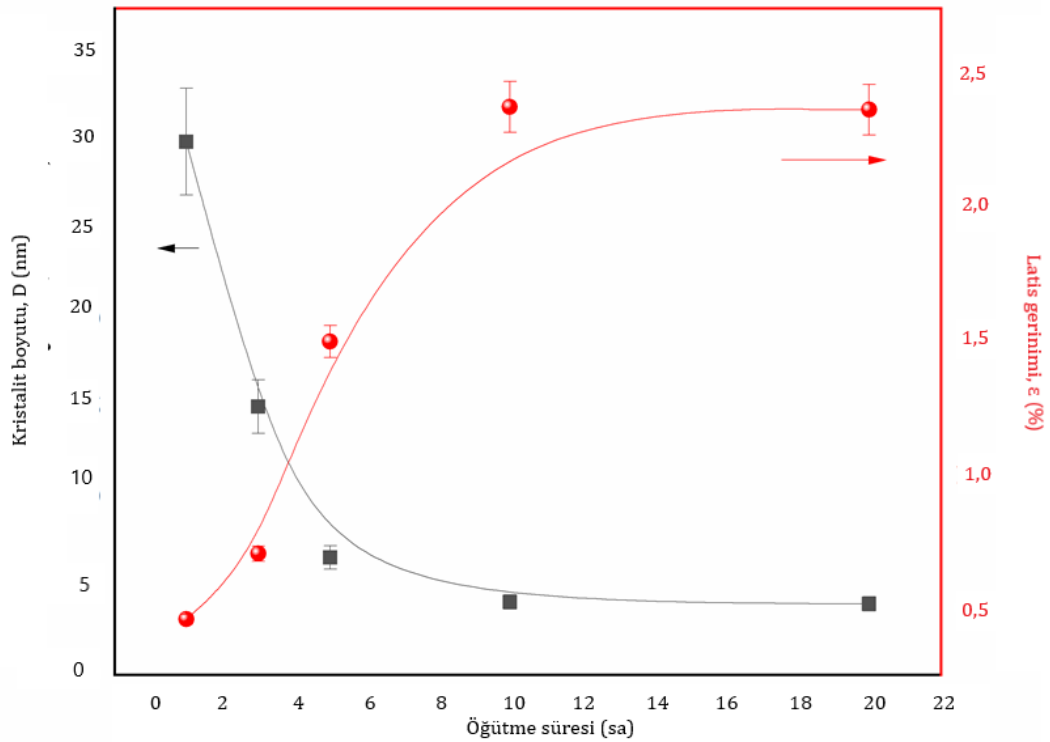
Şekil 4.11. FeCoNi alaışımının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi.



Şekil 4.12. FeCoNiNb alaışımının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi.



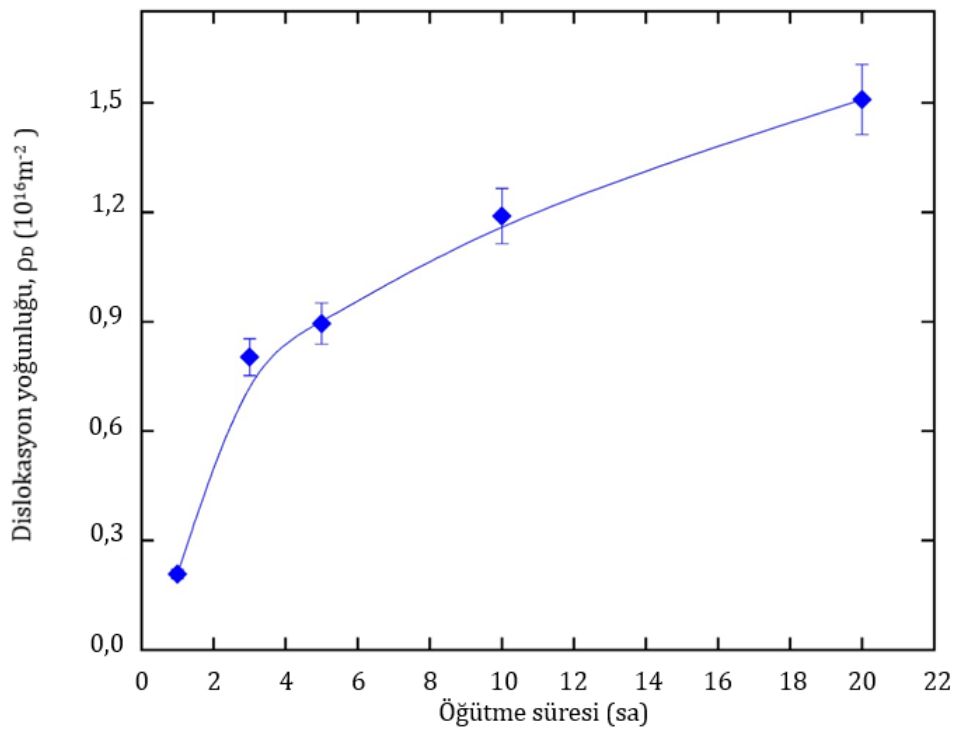
Şekil 4.13. FeCoNiCr alaışımının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi.



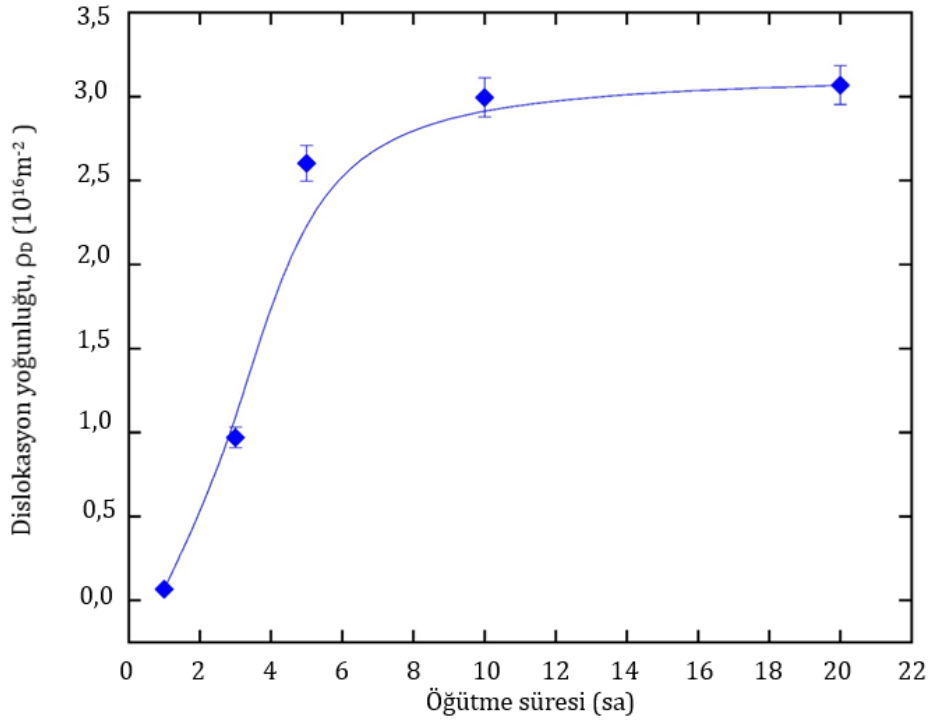
Şekil 4.14. FeCoNiNbCr alaışımının öğütme süresine bağlı olarak kristalit boyutu ve latis gerinimi.

Sentezlenen alaşımlarının latis gerinimleri ele alındığında kristalit boyutun aksine bu değerler MA süresiyle birlikte artış göstermektedir. Bu durum MA süresince mekanik darbelerin

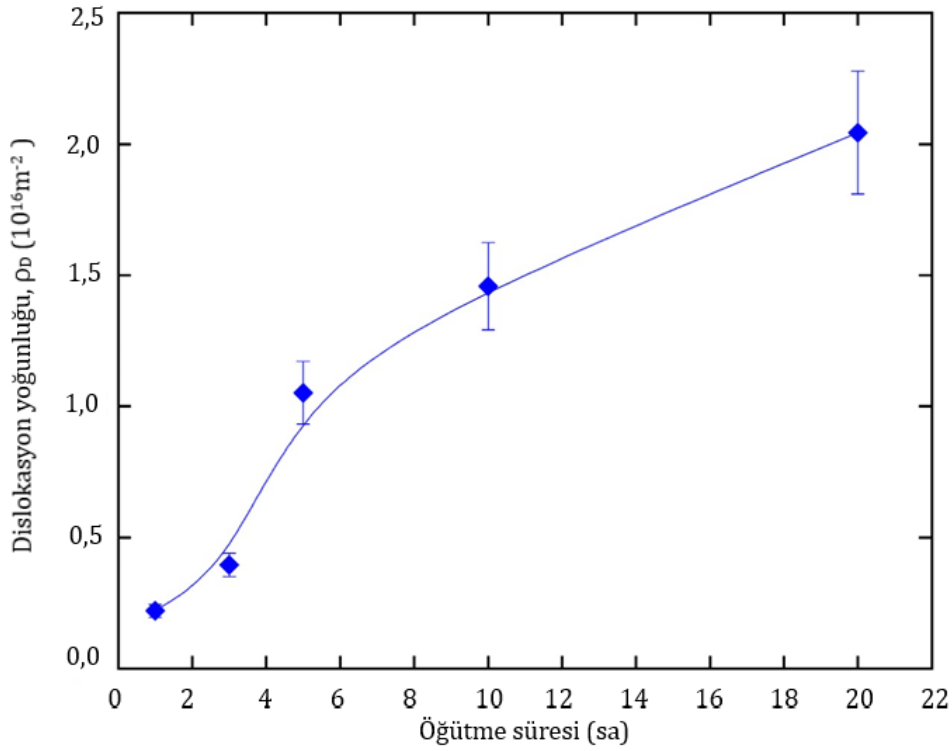
etkisiyle oluşan plastik deformasyonlar ve bunların sonucunda artan dislokasyon yoğunluğuyla açıklanabilmektedir [97, 114]. Shen ve arkadaşlarının MA yöntemi kullanarak sentez yaptıkları Ni-%15Fe-%5Mo çalışmasında latis geriniminin artmasını mikroyapısal ve makro yapısal açıdan ele almışlardır. Mikroyapısal açıdan ele aldıklarında alaşım elementleri arasındaki boyut uyumsuzluğunun latis gerinimini arttırdığını vurgulamışlardır. Makro yapısal açıdan ele aldıklarında ise; tane sınırları oluşumunun ve deformasyon yoğunluğundaki artışın latis gerinimini arttırdığını belirtmişlerdir. Öğütme süresi arttıkça dislokasyon yoğunluğunun ve dolayısıyla latis geriniminin arttığını ve kristalit boyutunun ise azaldığını vurgulayan birçok çalışma bulunmaktadır [97, 104, 115].



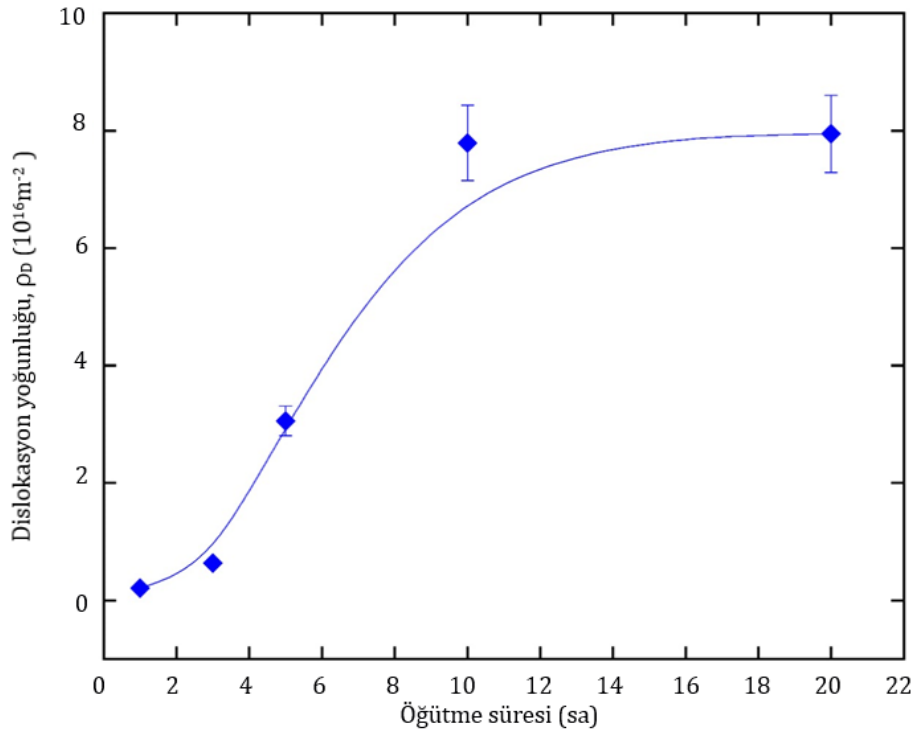
Şekil 4.15. FeCoNi alaşımına ait dislokasyon yoğunluğu grafiği.



Şekil 4.16. FeCoNiNb alaşıma ait dislokasyon yoğunluğu grafiği.



Şekil 4.17. FeCoNiCr Alaşıma ait dislokasyon yoğunluğu grafiği.



Şekil 4.18. Sırasıyla FeCoNiNbCr alaşımlarına ait dislokasyon yoğunlukları.

Bütün numunelerin dislokasyon yoğunluğu (ρ_D) Denklem 4.2 kullanılarak hesaplanmıştır.

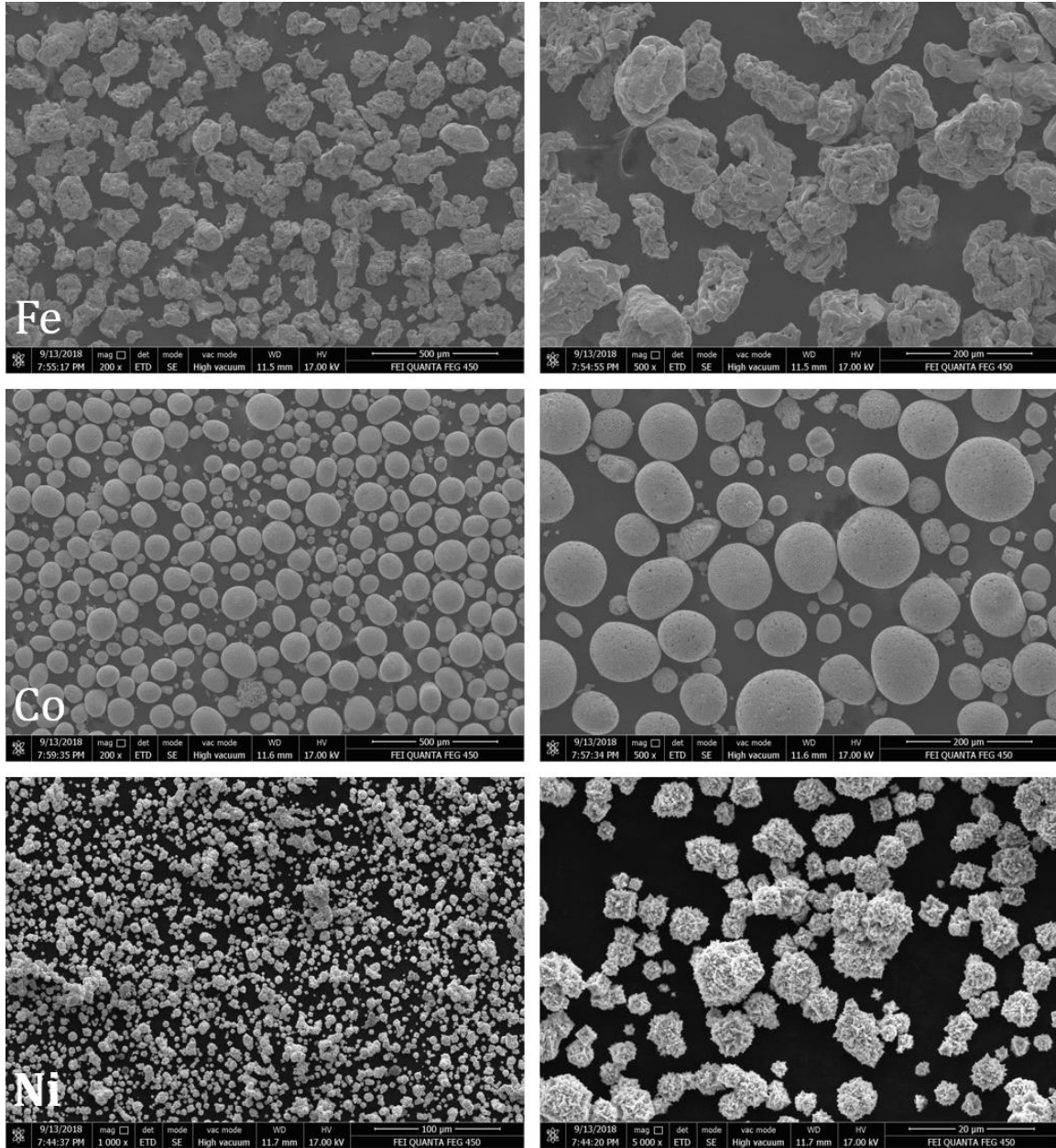
$$\rho_D = 2\sqrt{3} \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{D.b} \quad (4.2)$$

Burada ε latis gerinimi, D kristalit boyutunu, b ise Burger vektörünü göstermektedir. Şekil 4.15- Şekil 4.18 sırasıyla FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve FeCoNiCrNb alaşımlarına ait ρ_D değerlerini göstermektedir. Şekil incelendiğinde öğütme süresi arttıkça tüm alaşımlara ait ρ_D değerlerinin arttığı görülmektedir. FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr and, FeCoNiCrNb alaşım setlerine ait maksimum ρ_D değerleri sırasıyla $\sim 1,5 \times 10^{16}$, $3,06 \times 10^{16}$, $2,04 \times 10^{16}$ and, $7,94 \times 10^{16} \text{m}^{-2}$ olarak hesaplanmıştır. Benzer sonuçlar $\text{Fe}_{70}\text{Ni}_{12}\text{B}_{16}\text{Si}_2$ alaşımı için Zaara ve arkadaşları tarafından ve Fe-Co-Nb-B alaşımı için Carillo arkadaşları tarafından elde edilmiştir [107]. Ayrıca diğer birçok çalışmada ve bu çalışmada olduğu gibi Zhao ve arkadaşları CoCrxCuFeMnNi alaşımı için MA süresi arttıkça latis geriniminin ve dislokasyon yoğunluğunun arttığını kristalit boyutun ise azaldığını rapor etmişlerdir. Öğütme süresi arttıkça yüksek mekanik darbelere maruz kalan tozlarda plastik deformasyonlar meydana gelmekte ve sonucunda da dislokasyon yoğunluğu artmaktadır. Ek olarak atomik yarıçaplar arasındaki fark arttıkça latis gerinimi ve nihayetinde dislokasyon yoğunluğu da artmaktadır. Atomik yarıçap arttığında elementlerin birbiri içerisinde çözünmesi

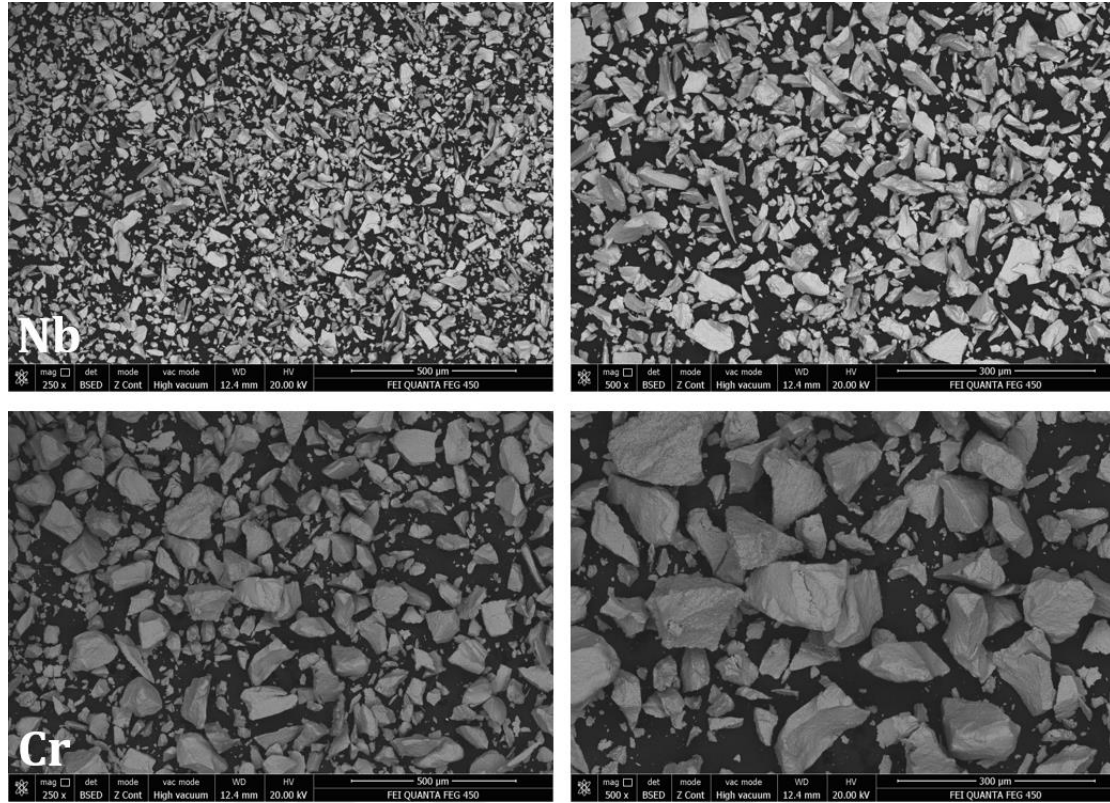
zor bir hal alarak kristal yapıda çeşitli bozukluklara ve latis hatalarına sebep olmaktadır. Bu durum hem latis gerinimini hem de dislokasyon yoğunluğunu arttırmaktadır [20, 66].

4.2. SEM ve EDS Sonuçları

MA süresi boyunca alaşım tozları bilye-bilye ya da bilye-hazne duvarı arasında mekanik bir kuvvetle karşılaştıkları için kırılma-soğuk kaynaklanma ve tekrar kırılma işlemlerine maruz kalmaktadırlar. MA süresi arttıkça bu işlemler birbirini alaşım tozlarında deformasyon sertleşmesi meydana gelene kadar tekrar etmektedir. Deformasyon sertleşmesi meydana geldiğinde soğuk kaynaklanma ve kırılma hızları birbirine çok yakın olduğu için bu olaydan sonra partikül boyutunda meydana gelen değişimler çok düşüktür ve genellikle kayda değer görünmez. Henüz MA işlemine tabi tutulmamış olan başlangıç tozlarının tane boyutları ve şekilleri genellikle birbirinden farklıdır [116]. Deneyde kullanılan Fe, Co, Ni başlangıç tozlarının SEM grafikleri Şekil 4.19' da ve Nb ve Cr başlangıç tozlarının SEM grafikleri Şekil 4.20' de verilmiştir. Şekiller incelendiğinde her bir elementel tozun partikül büyüklükleri ve şekillerinin birbirinden farklı olduğu görülmektedir. Kullanılan Fe tozlarının 32-185 μm boyutunda ve düzensiz şekillere sahip olduğu Şekil 4.19' da görülmektedir. Co tozlarının küresel benzeri bir yapıya sahip olduğu ve toz büyüklüklerinin 11-108 μm aralıklarında çeşitlilik gösterdiği Şekil 4.19' da görülmektedir. Ni tozlarının pul benzeri bir görüntüye ve 1-11 μm aralıklıklarında çeşitli partikül boyutlarına sahip olduğu görülmektedir. Cr ve Nb tozları ele alındığında her ikisinin uzun şerit benzeri bir yapı sergiledikleri ve sırasıyla 3-135 ve 1-124 μm aralıklarında çeşitli partikül boyutlarına sahip olduğu Şekil 20' de görülmektedir.

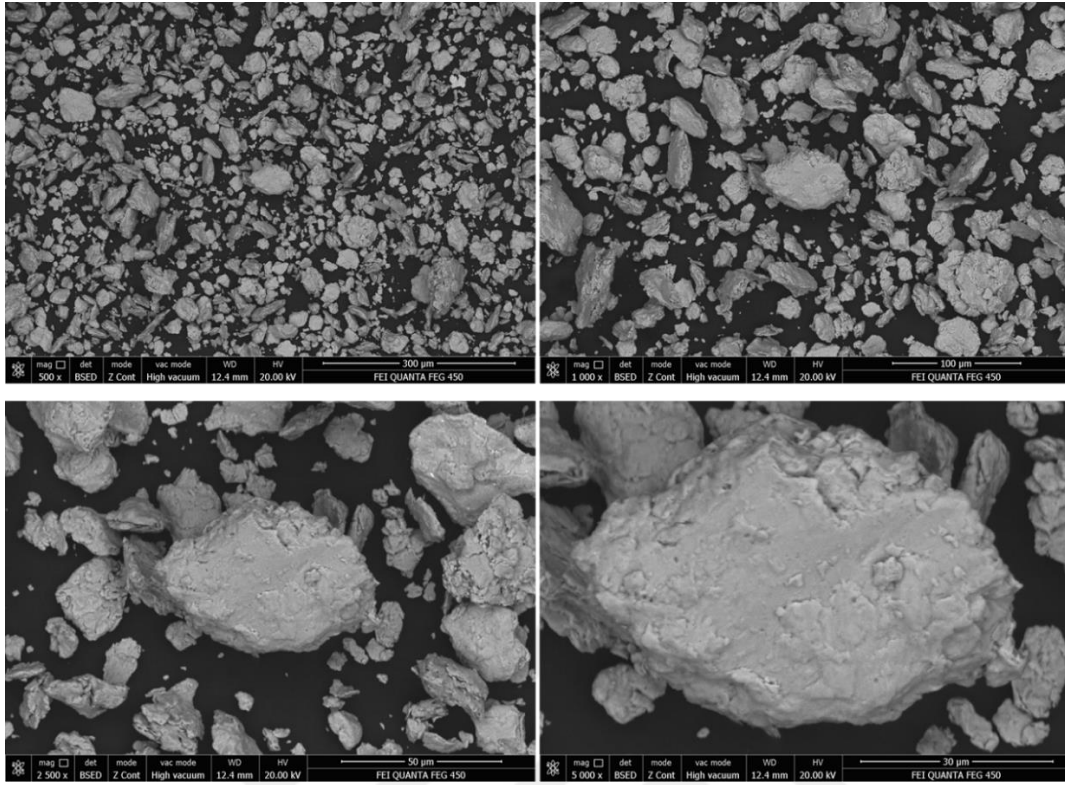


Şekil 4.19. Başlangıç tozlarının SEM görüntüleri.

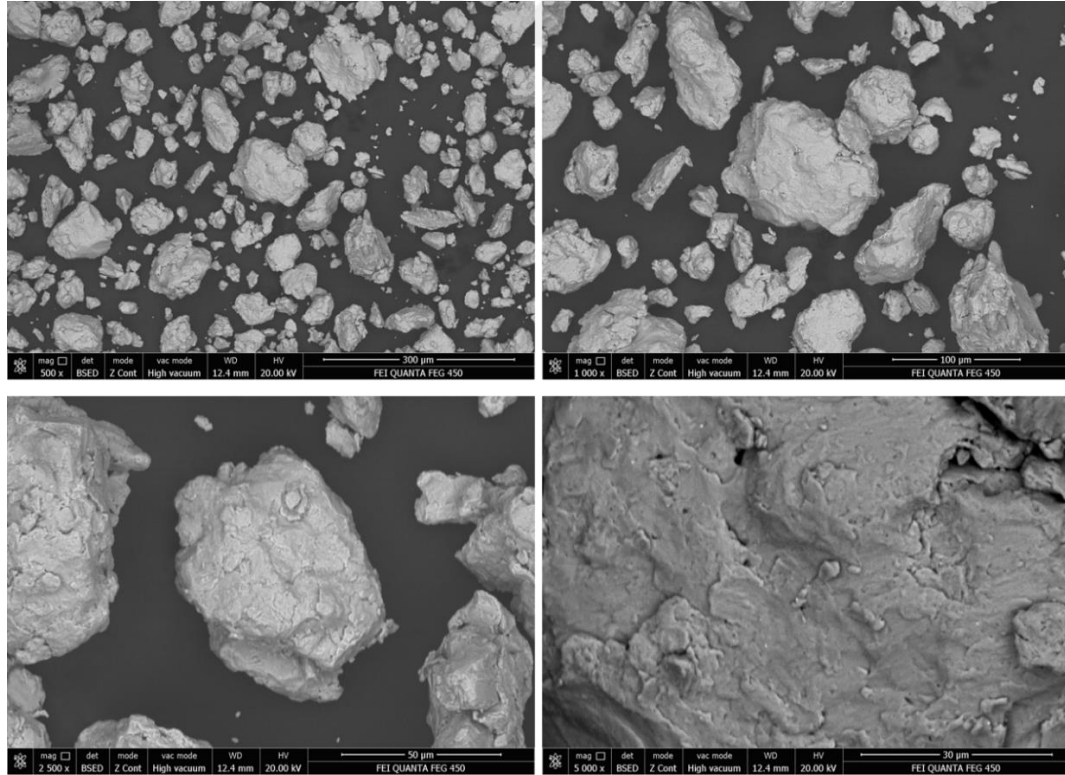


Şekil 4.20. Nb ve Cr başlangıç tozlarının SEM görüntüleri.

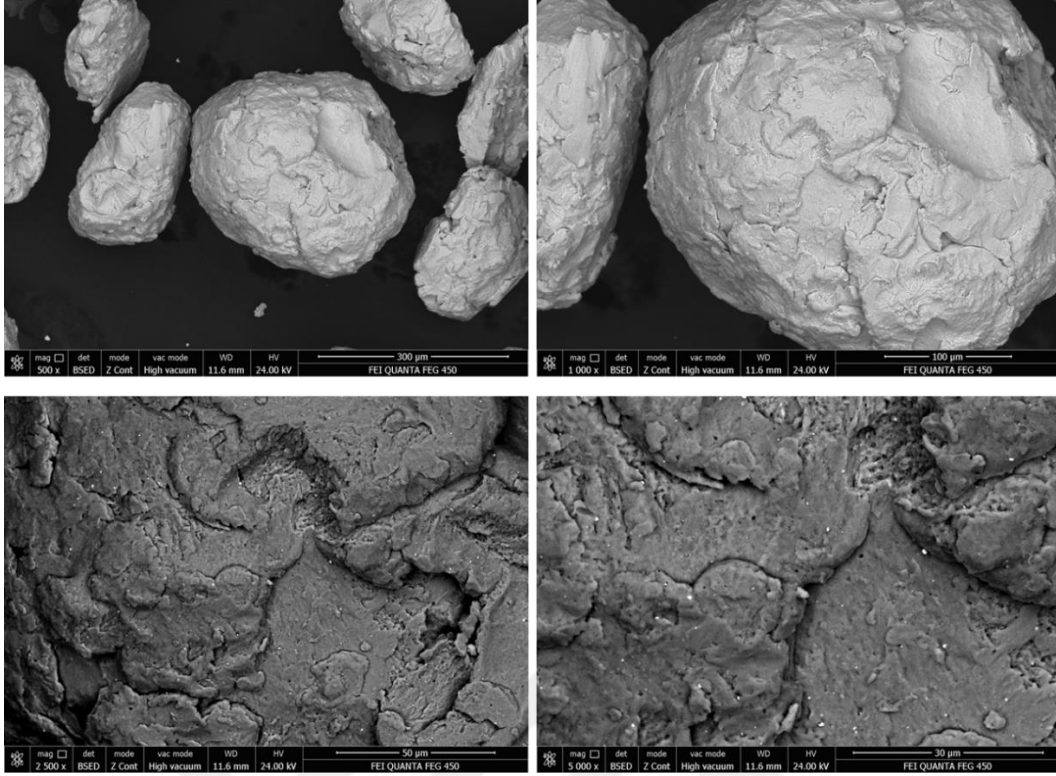
FeCoNi kompozisyonuna sahip alaşım için SEM görüntüleri Şekil 4.21 incelendiğinde 1 sa alaşımlama işleminden sonra partikül boyutunun çeşitlilik gösterdiği ve genel olarak partikül boyutunun arttığı görülmektedir. Meydana gelen bu artış mekanik darbelerle maruz kalan alaşım tozlarının soğuk kaynaklanmasıdır [111]. Partikül şekillerinin ise çeşitlilik gösterdiği ve büyüklük bakımından farklı olduğu gözlenmektedir. Bu düz yapıların bilye darbeleriyle birlikte sünek olan tozların yassılaşması sonucu meydana geldiği tahmin edilmektedir [117]. MA sürecinde sünek tozlar yassılaşırken gevrek tozları engellemekte böylece soğuk kaynaklanma meydana gelmekte ve bunun sonucu olarak partikül boyutu artmaktadır [118]. MA süresinin 10 saate kadar artmasıyla birlikte partikül boyutunun azaldığı ve partikül büyüklüğünün ve şeklinin düz olmaktan çıktığı ve benzer olduğu Şekil 4.24' te görülmektedir. Partikül boyutunun küçülmesi tozlarda deformasyon sertleşmesinin oluşmaya başladığı ve bunun sonucu olarak kırılma hızının soğuk kaynak hızından büyük olduğu söylenebilir [113]. MA işlem süresi 20 saate kadar çıktığında ortalama partikül boyutunun $137 \pm 15 \mu\text{m}$ değerine düştüğü Şekil 4.26' da görülmektedir. 20 saat öğütme işleminden sonra partikül şekillerinin küresel yapıya benzediği Şekil 4.25' te görülmektedir. Ayrıca partikül boyutlarının numunenin her tarafında benzer büyüklükte ve şekilde olduğu gözlenmektedir. Partikül boyutunun daha çok küçülmüş olması sürekli olarak bilye darbelerine maruz kalan tozların deformasyona uğraması ve bunun sonucunda sertleşmesi ve dolayısıyla kırılkan bir yapıya sahip olmasından kaynaklanır.



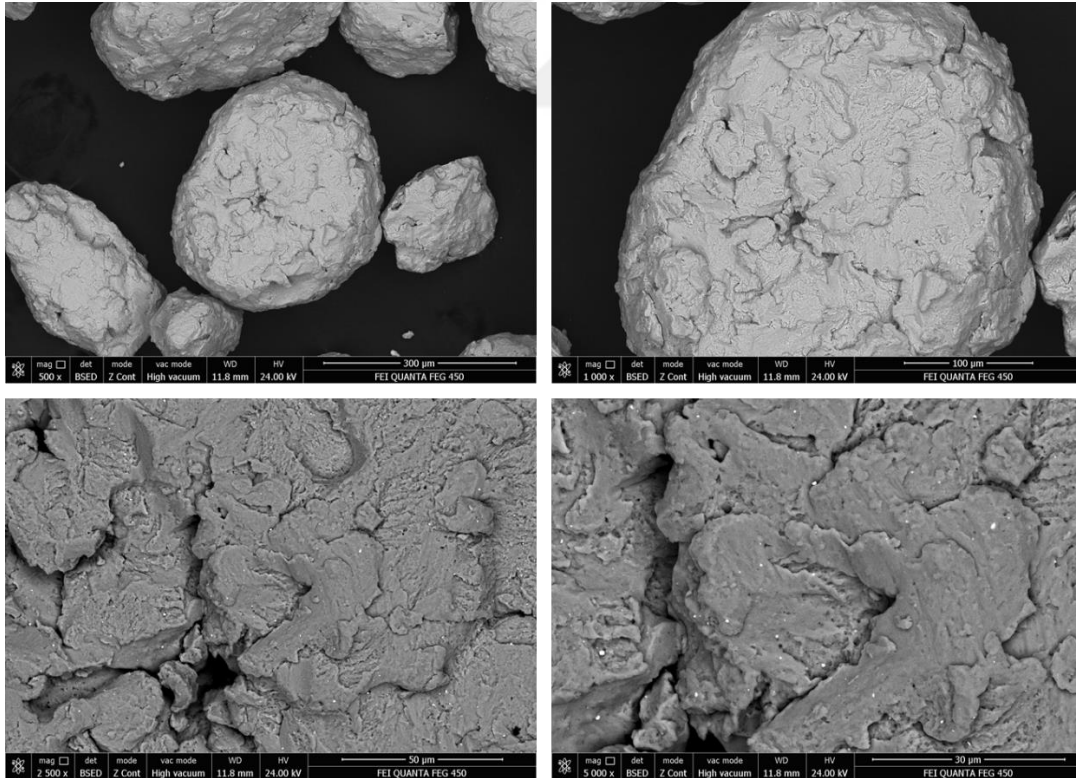
Şekil 4.21. (1sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri.



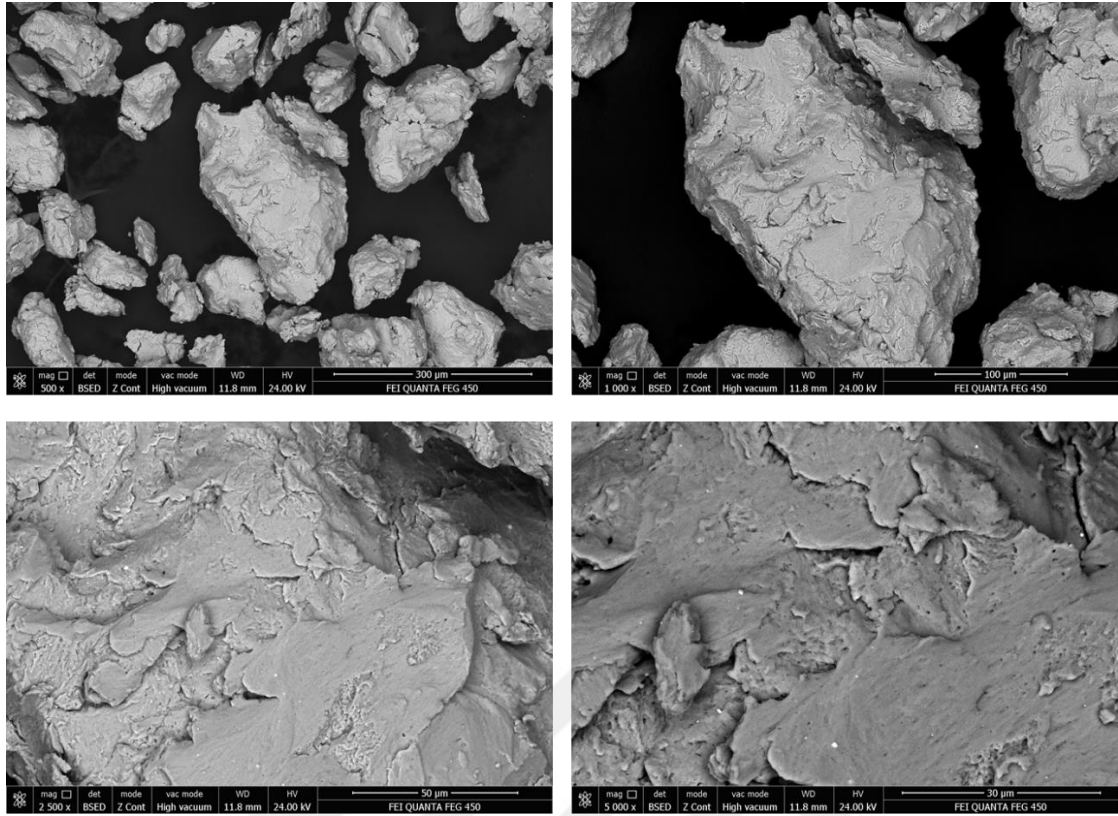
Şekil 4.22. (3sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri.



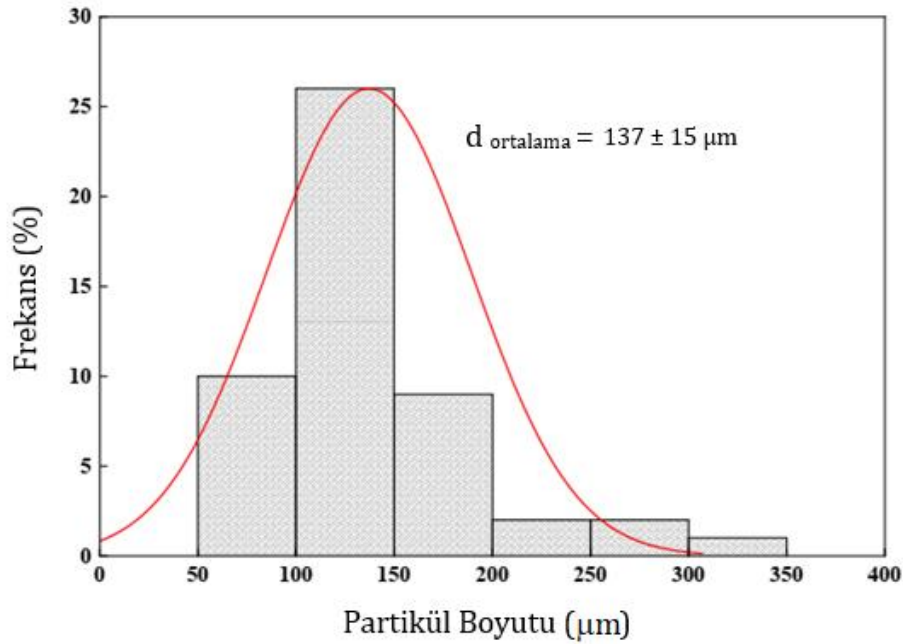
Şekil 4.23. (5sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri.



Şekil 4.24. (10sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri.



Şekil 4.25. (20 sa) öğütülmüş FeCoNi alaşımına ait SEM grafikleri.

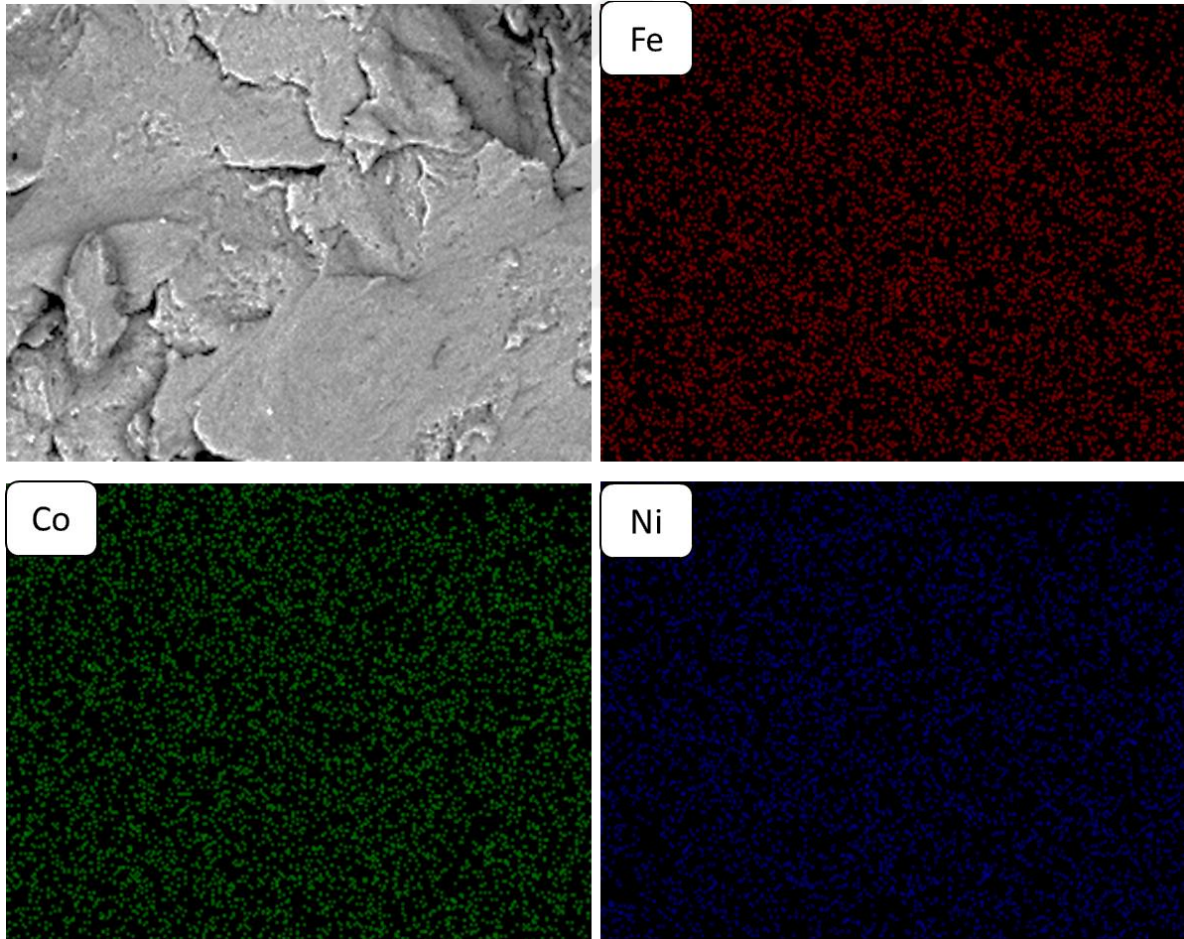


Şekil 4.26. FeCoNi alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği.

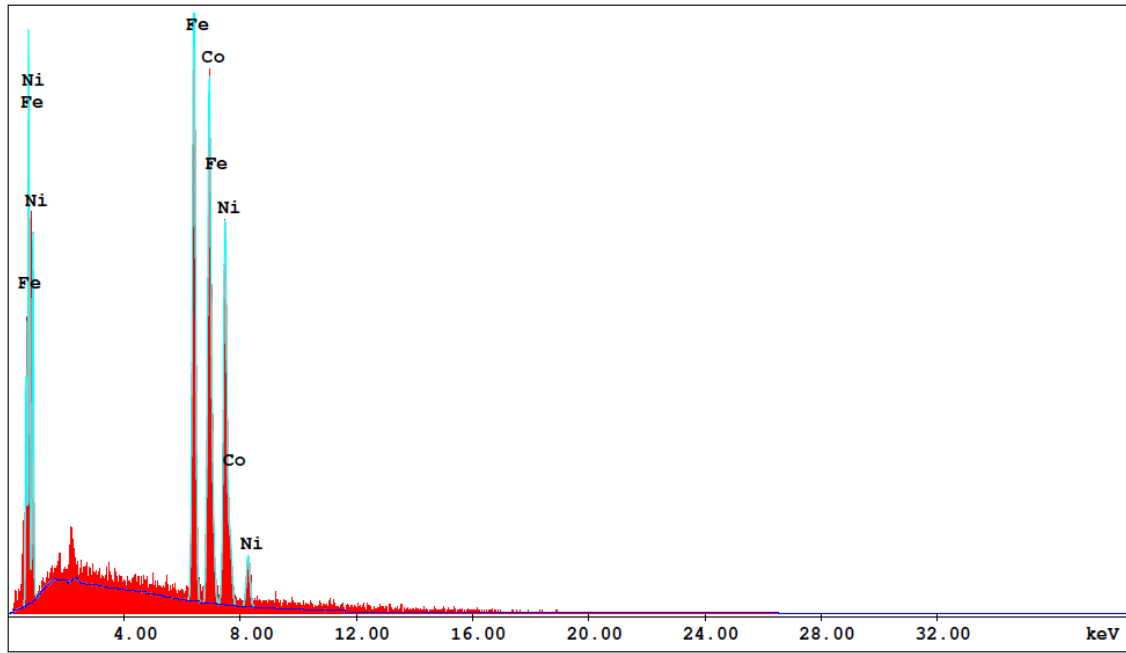
Artan MA süresiyle partikül büyüklüğünün azaldığı ve partikül şekillerinin benzerlik gösterdiği daha önce yapılmış olan çalışmalarda da rapor edilmiştir [119]. Bununla birlikte MA işlem süresinin başlarında toz partiküllerin homojen dağılmadığı gözlenirken alaşımlama süresinin sonlarına doğru alaşımın her tarafına homojen dağıldığı ve küresel benzeri şekillere

benzediği görülmüştür. Meydana gelen bu durum alaşımlamanın istenilen şekilde olduğunu göstermektedir. MA süresi arttıkça dislokasyon yoğunluğunun, latis gerinimlerinin ve tane sınırlarının MA esnasında meydana gelen soğuk kaynaklanma ve kırılma işlemlerinin tekrar etmesiyle arttığı söylenebilir [46]

FeCoNi alaşımlarının 20 sa öğütme işleminden sonra elde edilen elementel haritası Şekil 4.27' de gösterilmiştir. Şekil incelendiğinde alaşımı oluşturan elementlerin yapıda homojen dağıldığı açıkça görülmektedir. Bu durum alaşımlama işleminin doğru bir şekilde yapıldığını yani elementlerin birbiri içerisinde tamamen çözündüğünü göstermektedir. FeCoNi alaşımlarının EDS grafiği Şekil 4.28' de gösterilmiştir. Şekil incelendiğinde alaşım sisteminde kirlenmenin meydana gelmediği ve dolayısıyla alaşımların saf bir şekilde elde edildiği gözlenmektedir. MA işlemiyle 20 sa öğütülmüş numunelerin SEM ve XRD sonuçları gibi EDS sonuçları da alaşımlama işleminin başarılı bir şekilde yapıldığını ve homojen bir yapının oluştuğunu göstermektedir.

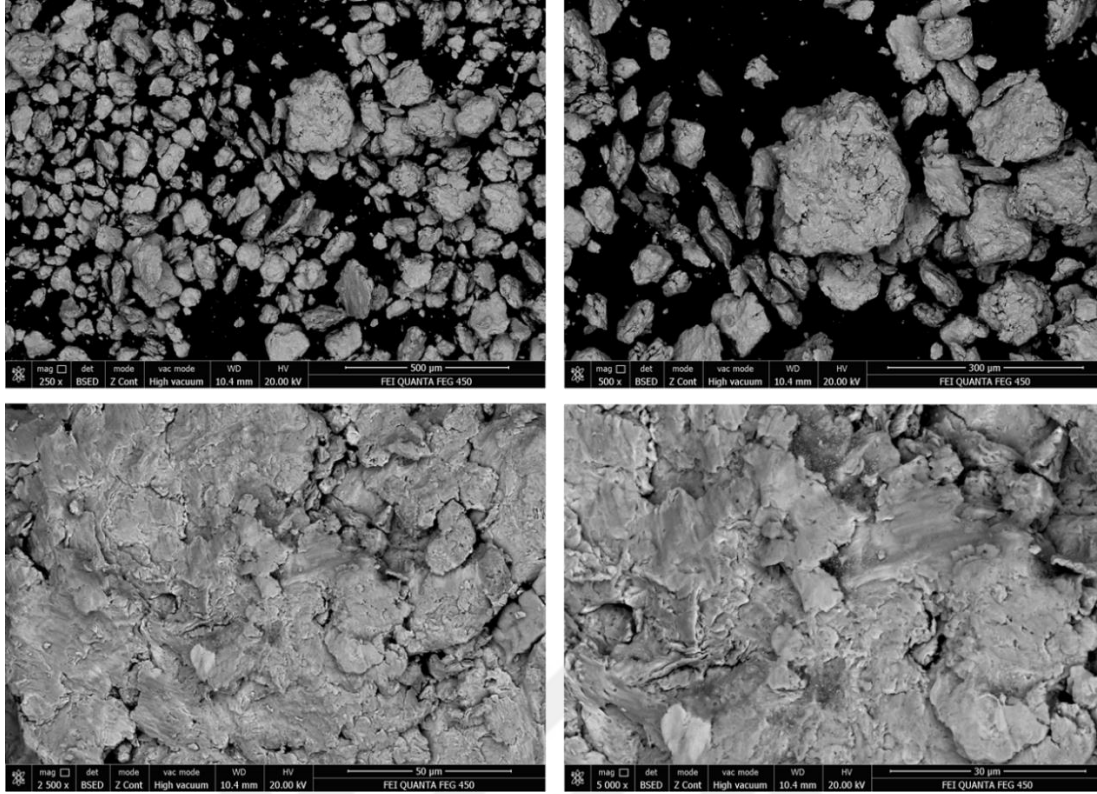


Şekil 4.27. FeCoNi alaşımlarına ait elementel harita.

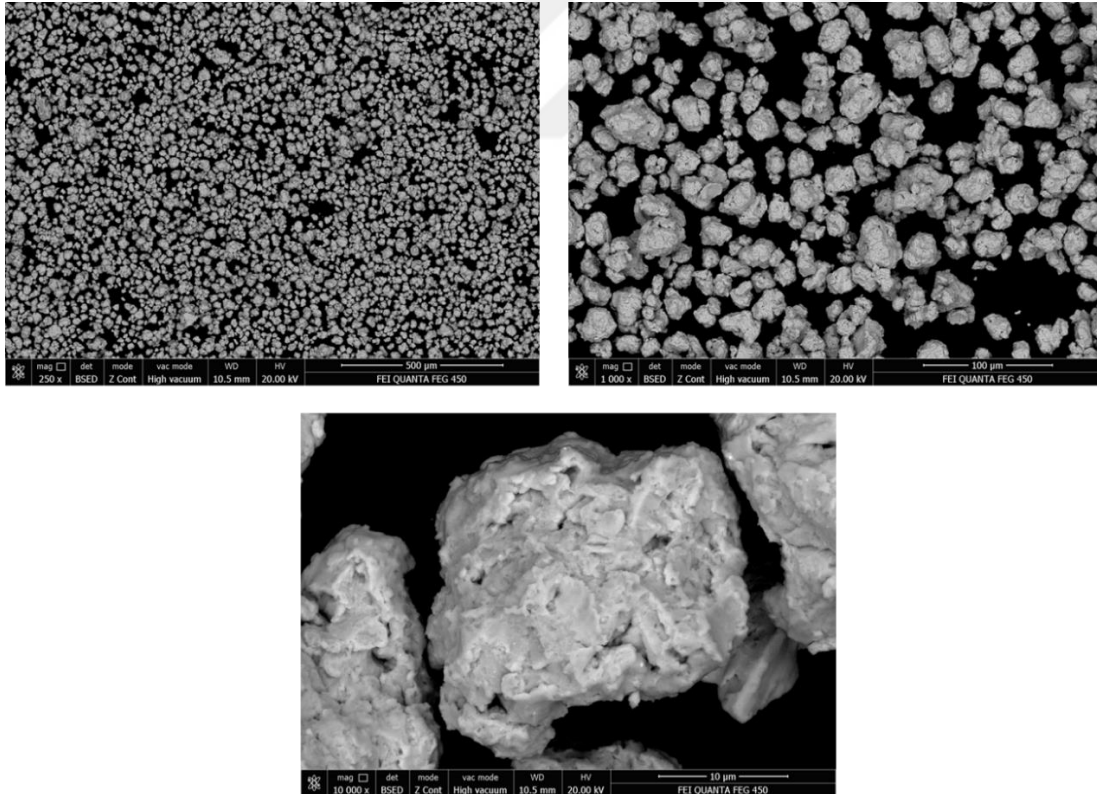


Şekil 4.28. FeCoNi alaşıminin EDS grafiği.

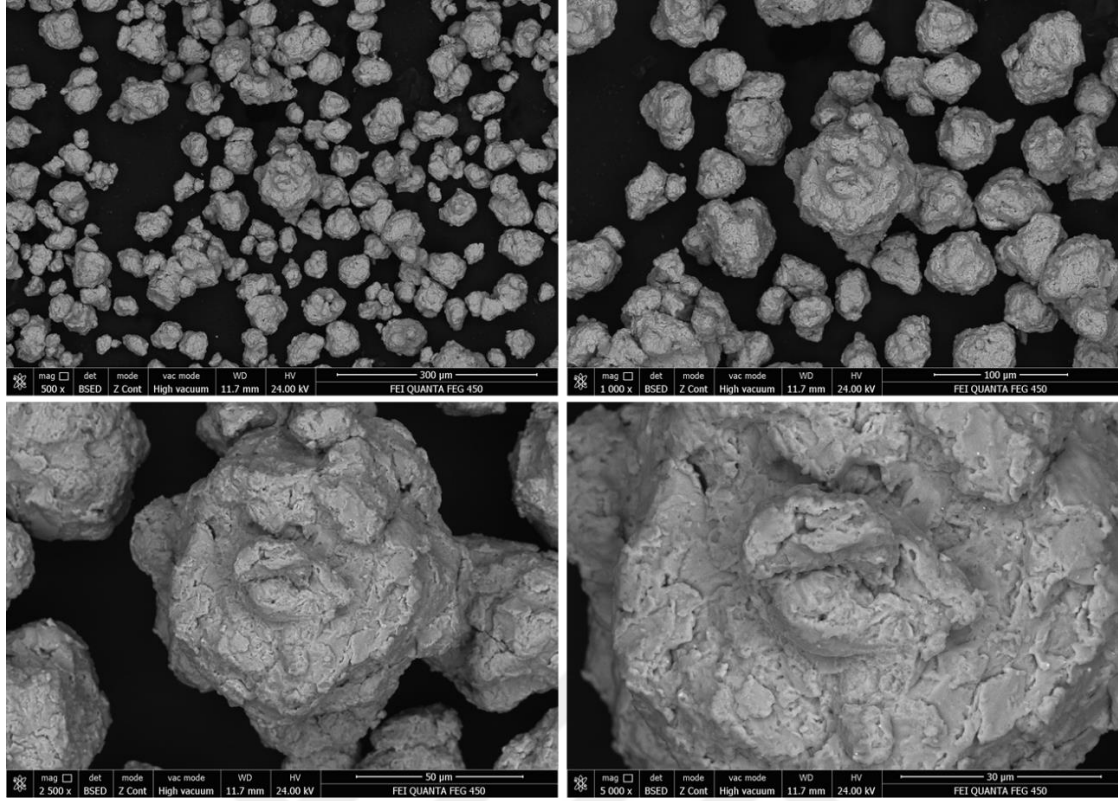
FeCoNiNb kompozisyonuna sahip alaşımin Şekil 4.29-Şekil 4.33' te yer alan SEM görüntüleri incelendiğinde sünek bir yapıya sahip olan Nb eklentisinin etkisiyle topaklanmanın daha çok meydana geldiği dolayısıyla partikül boyutunun MA işleminin ilk saatlerinde hızla arttığı gözlenmektedir. MA işlem süresi arttıkça partikül boyutunda küçülme ve büyüme olayları birbirini tekrar etmektedir. Bu durumun temel sebebi kırılan tozların oluşturduğu yeni yüzeylerin diğer tozlarla kaynaklanması ve tekrar kırılması işlemlerinin devam etmesidir [120]. MA işleminin ilk saatlerinde partikül büyüklüklerinin ve dağılımlarının heterojen olduğu ancak 20 sa öğütme işleminden sonra ortalama partikül boyutunun $79 \pm 17 \mu\text{m}$ değerine düştüğü Şekil 4.34' te görülmektedir. Sünek olan Nb elementinin eklenmesiyle tozlarda topaklanma miktarının arttığı gözlenmektedir. Şekil 4.35 ise FeCoNiNb alaşımına ait EDS grafiğini ele almaktadır. Şekil incelendiğinde 20 saat öğütülmüş alaşımda herhangi bir kirliliğin oluşmadığı net bir şekilde gözlenmektedir. Bu durum alaşım sisteminin ve parametrelerinin uygun seçildiğini ve alaşımlamanın başarılı bir şekilde meydana geldiğini göstermektedir [63,72]



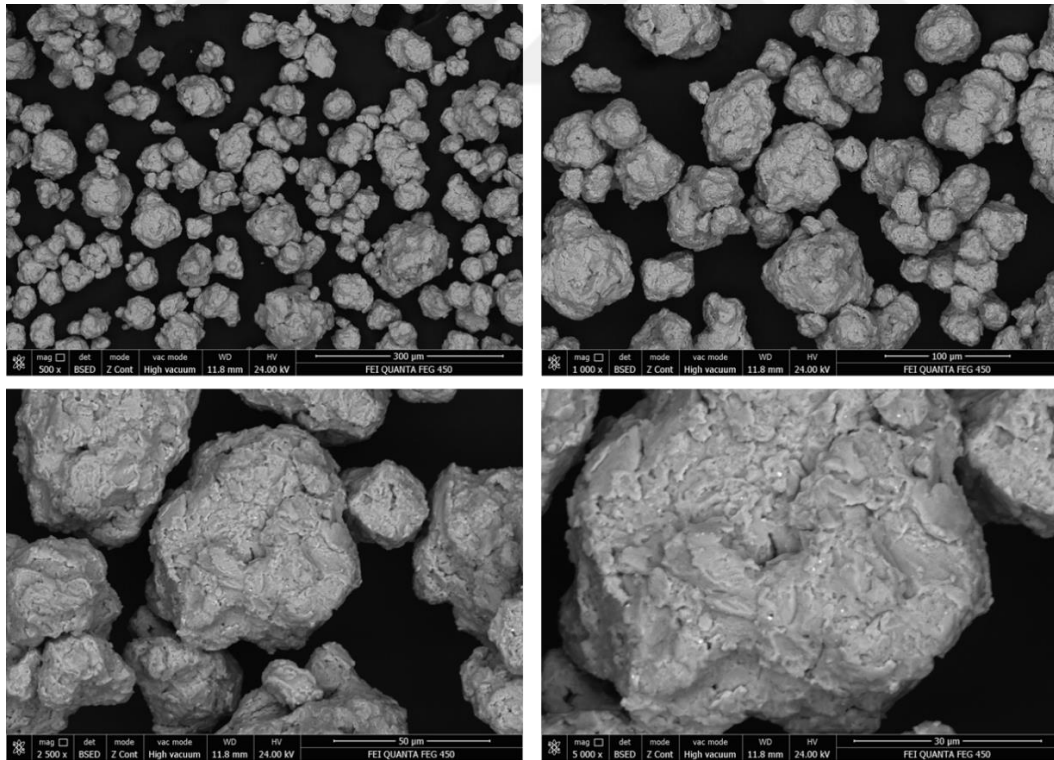
Şekil 4.29. (1sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri.



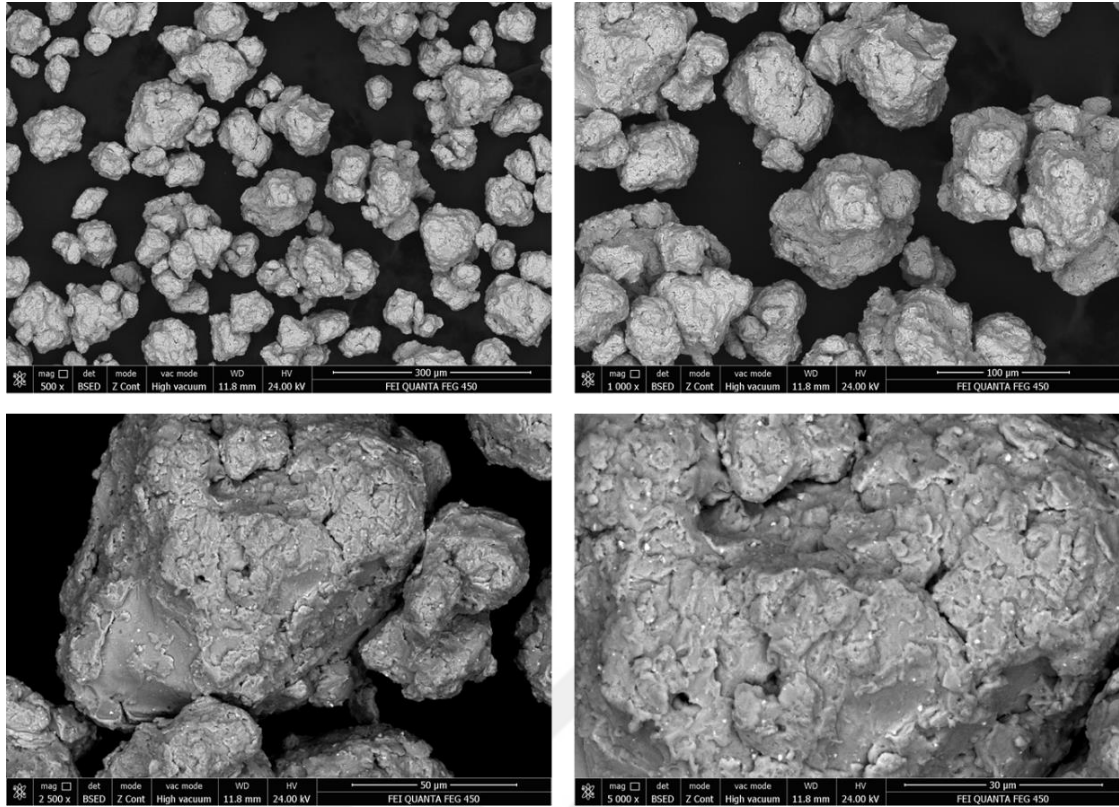
Şekil 4.30. (3 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri.



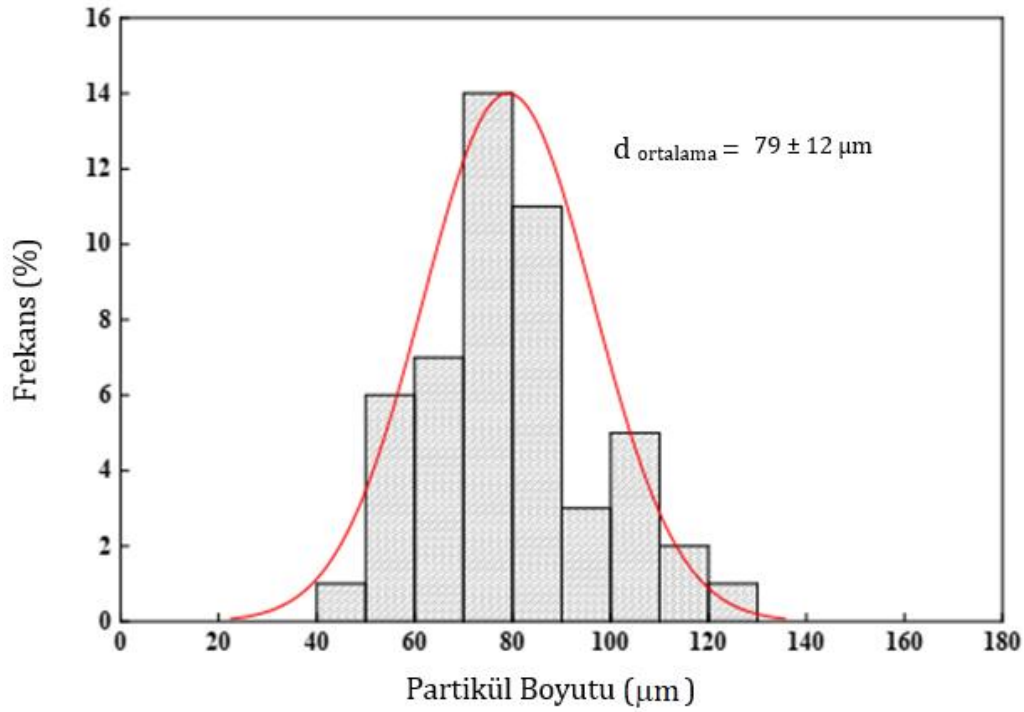
Şekil 4.31. (5 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri.



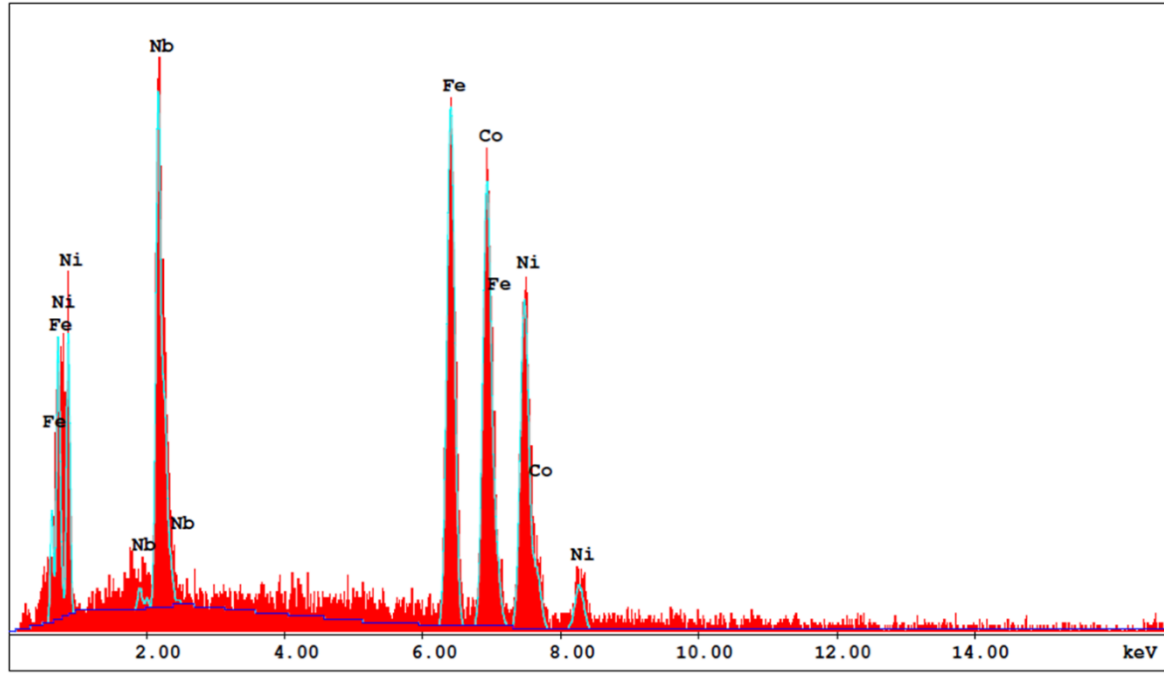
Şekil 4.32. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri.



Şekil 4.33. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNb alaşımına ait SEM grafikleri.

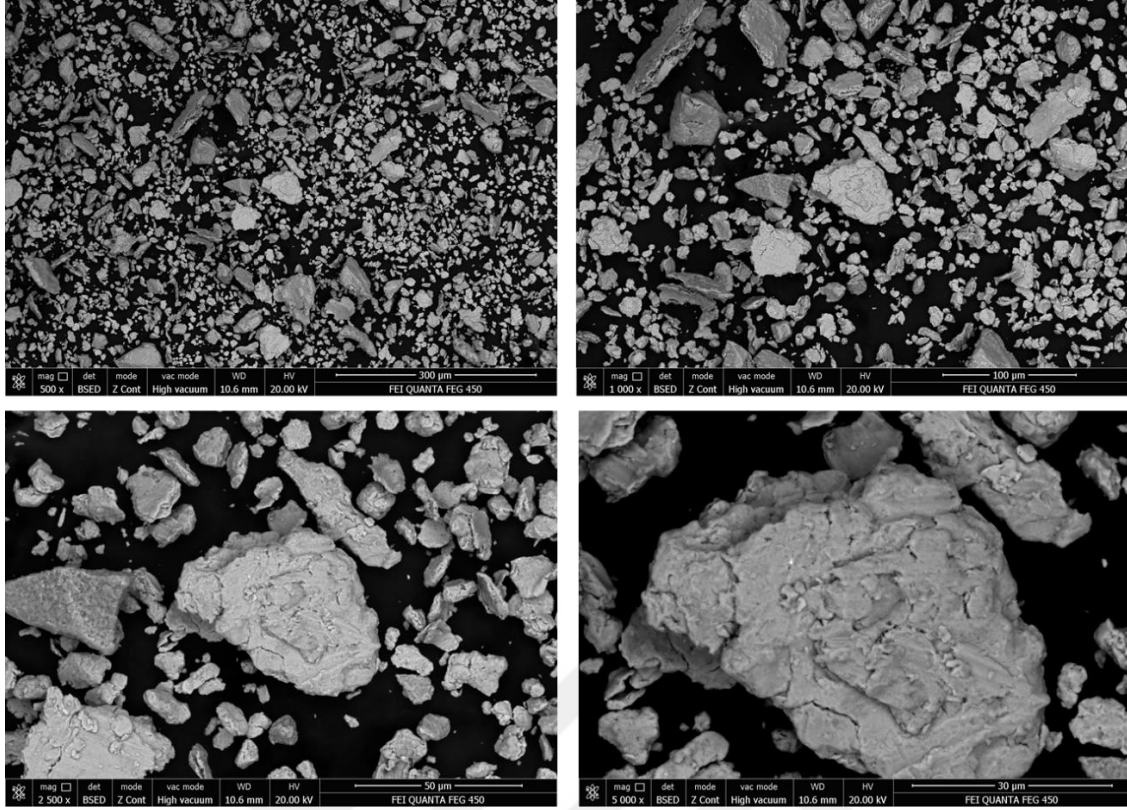


Şekil 4.34. FeCoNiNb alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği.

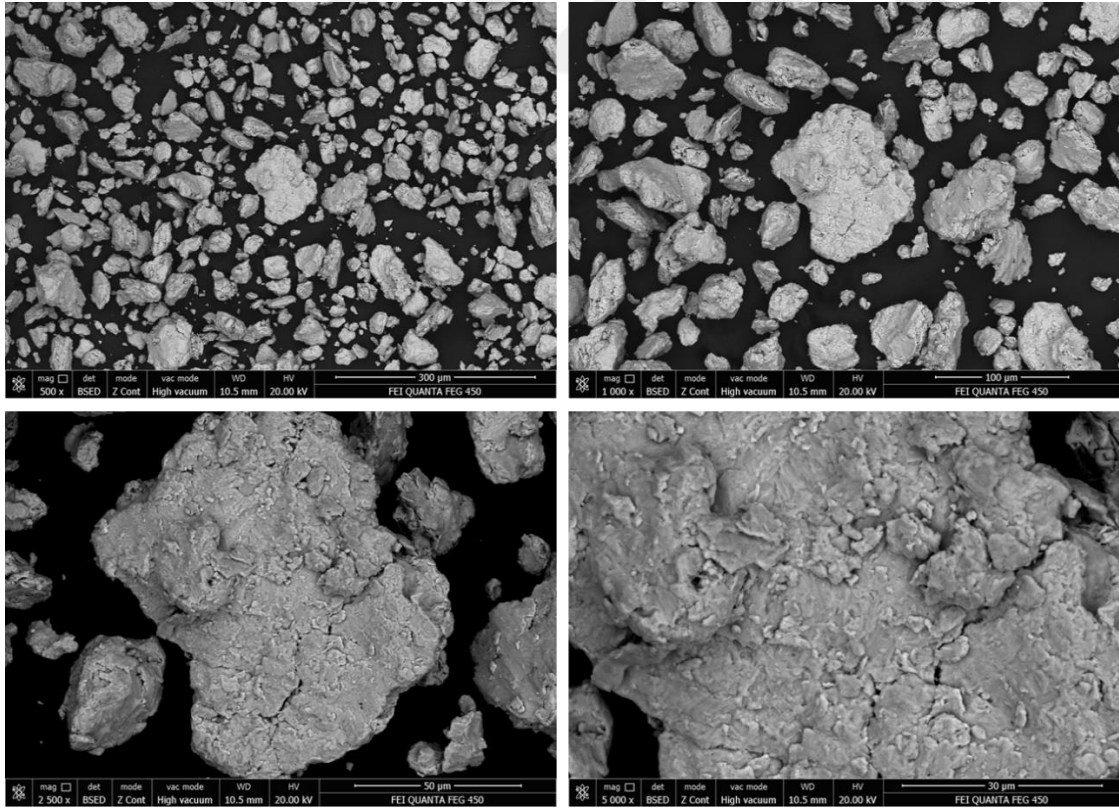


Şekil 4.35. FeCoNiNb alaşımlarının EDS grafiği.

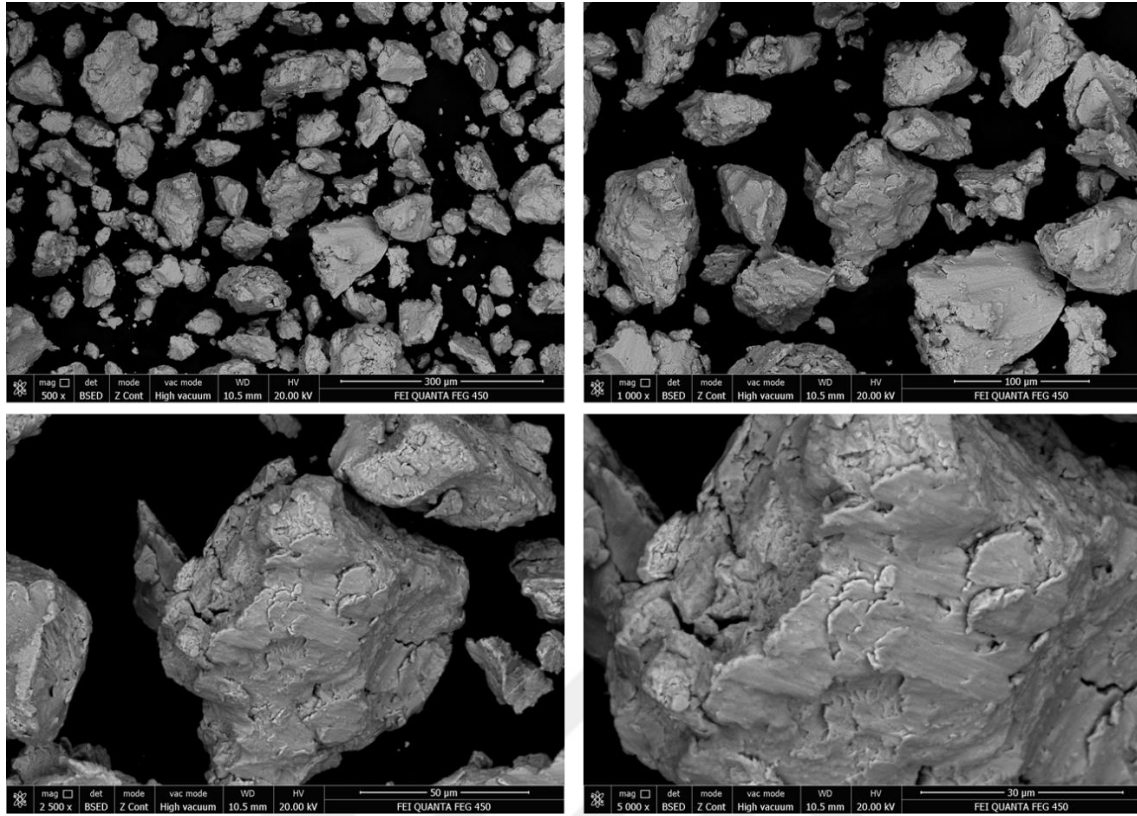
FeCoNiCr kompozisyonuna sahip alaşım sistemi için SEM görüntüleri Şekil 4.36-Şekil 4.40 incelendiğinde diğer alaşım kompozisyonlarında olduğu gibi MA işlem süresinin ilk saatlerinde topaklanmanın meydana geldiği dolayısıyla partikül boyutunun hızlıca arttığı görülmektedir. Alaşımlamanın ilk saatlerinde partikül boyutunun çeşitlilik gösterdiği ve partikül dağılımının homojen olmadığı görülmektedir. Bu durum alaşımlama işleminin henüz bitmediği soğuk kaynaklanma ve kırılma olaylarının birbirini tekrarladığı anlamına gelmektedir. MA işlem süresinin artmasıyla ortalama partikül boyutunun $117 \pm 24 \mu\text{m}$ değerine düştüğü ancak diğer alaşım kompozisyonlarına nazaran daha yavaş düştüğü Şekil 4. 41' de görülmektedir. Bu durum Cr elementinin diğer elementlerde çözünürlüğünün daha güç olduğu ve tane sınırlarında çökerek sert bir yapı oluşturduğu ve dolayısıyla kırılmasının güçleştiğini göstermektedir. Cr elementinin bu alaşım sisteminde tane sınırlarında çökeldiği gibi daha önce yapılan çalışmalarda da çökeldiği ve dayanıklı bir yapı oluşturduğu görülmüştür. Duan ve arkadaşları FeCoNiAlCr_x (0,1; 0,3; 0,5; 0,7 ve 0,9 mol) alaşımını MA yöntemi kullanarak başarılı bir şekilde 90 sa sentezlemişlerdir [35].



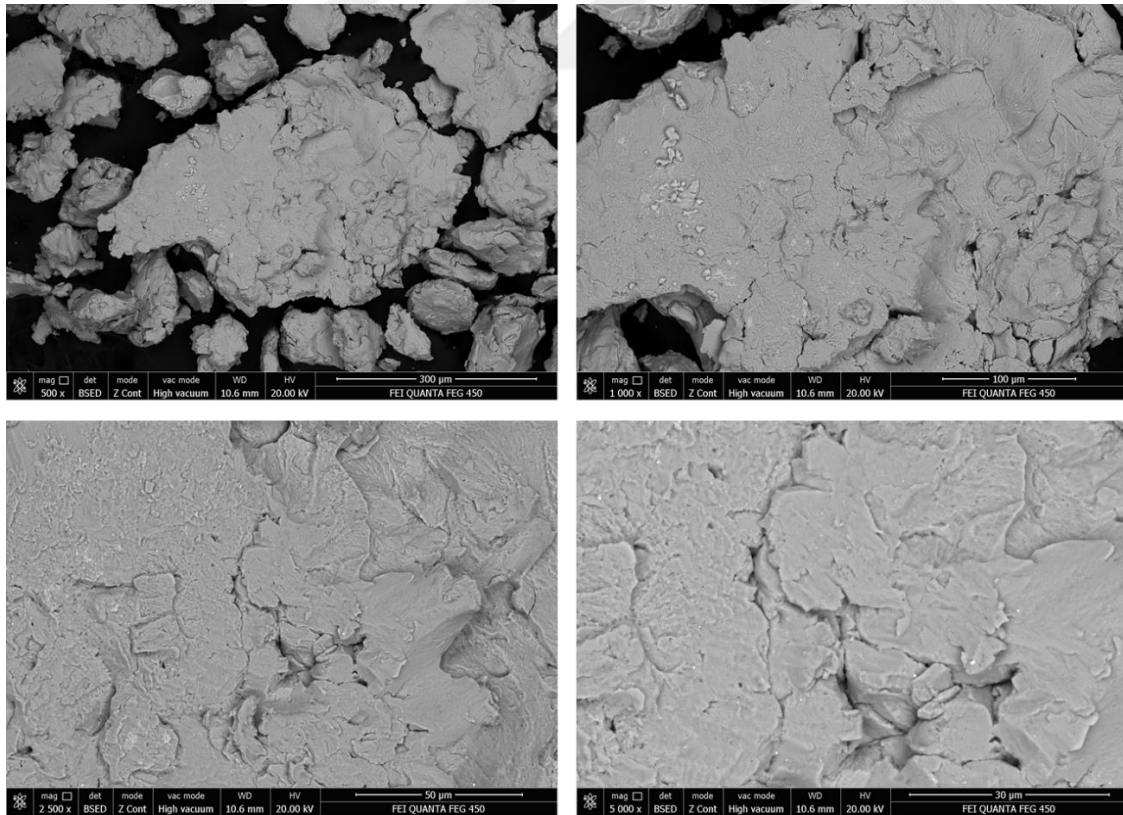
Şekil 4.36. (1sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



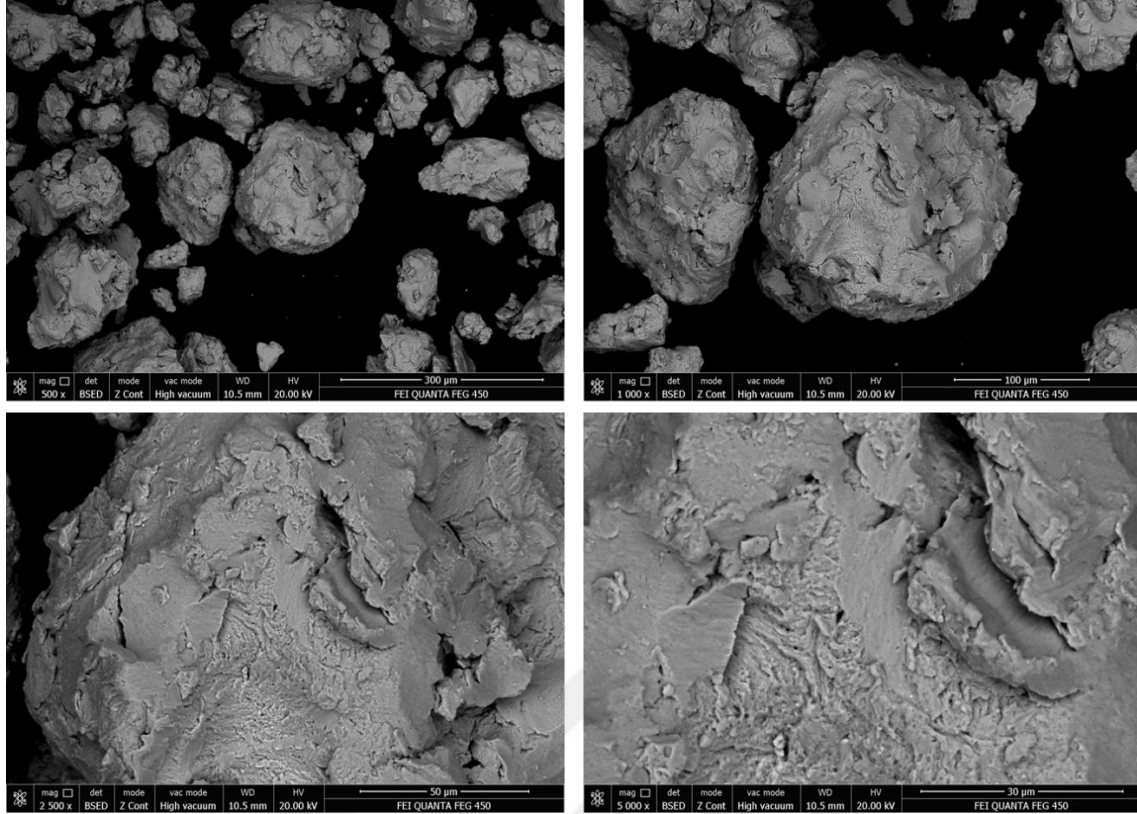
Şekil 4.37. (3sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



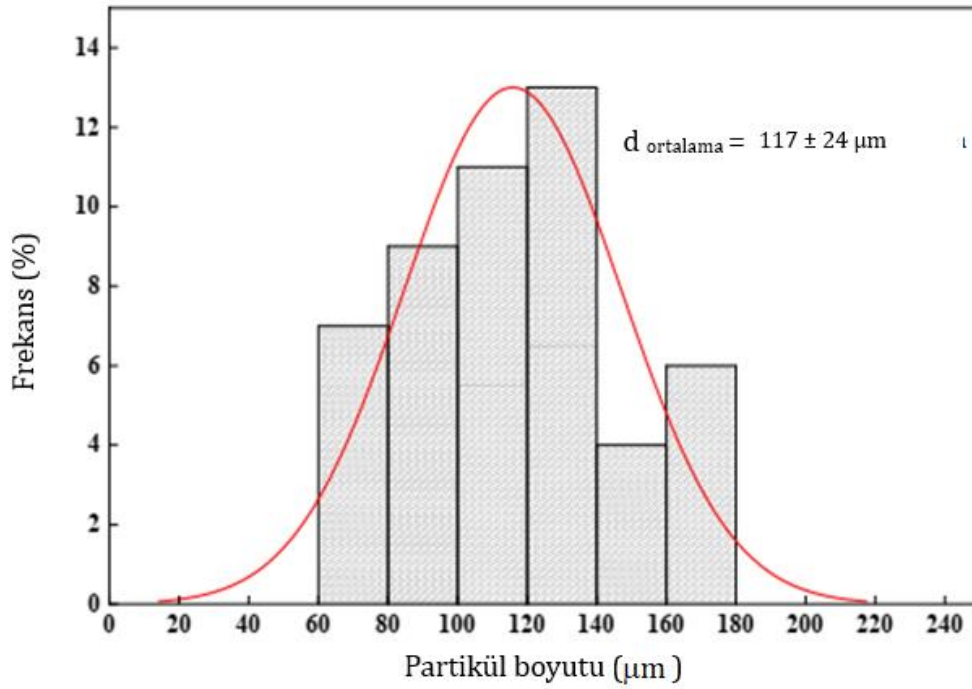
Şekil 4.38. (5sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



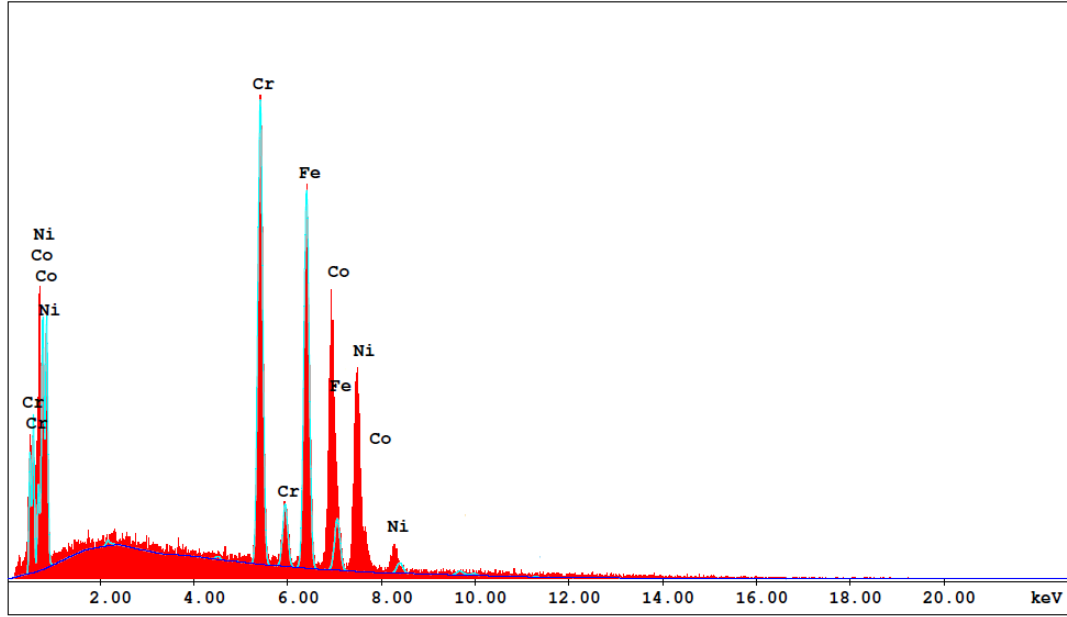
Şekil 4.39. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



Şekil 4.40. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



Şekil 4.41. FeCoNiCr alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği.



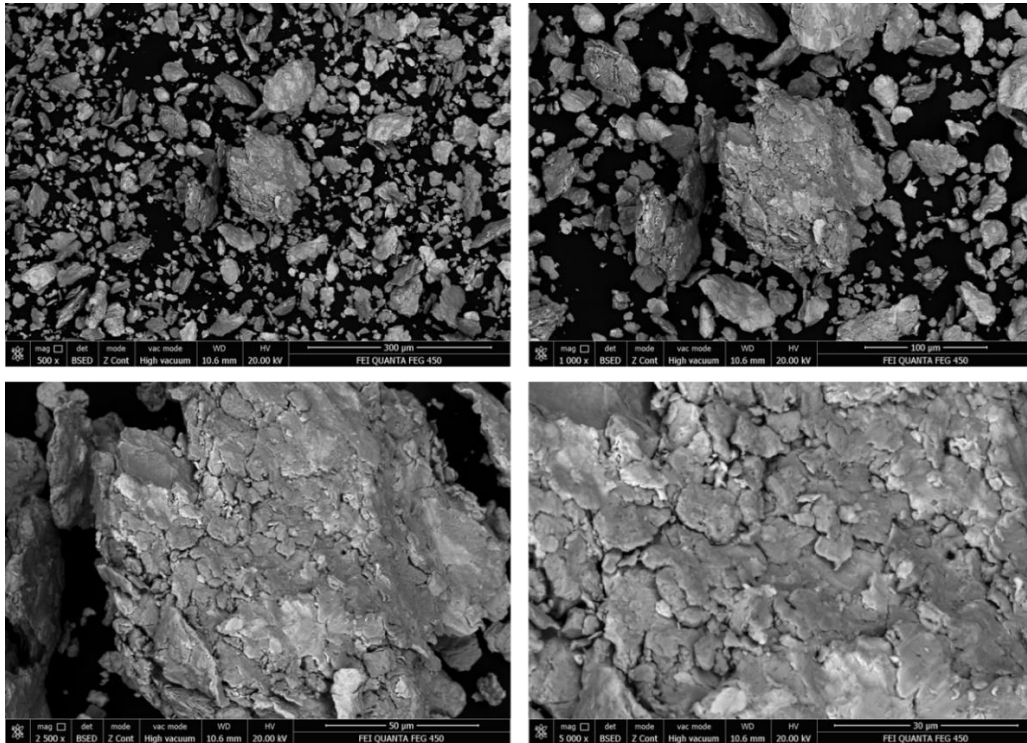
Şekil 4.42. FeCoNiCr alaşımlarının EDS grafiği.

Alaşımlarına Cr eklentisi arttıkça partiküllerin sahip olduğu yüzey alanlarının ve büyüklüklerinin arttığı gözlenmiştir. Bu durum Cr elementinin tane sınırlarında çökerek sert bir yapı oluşması ve bilye darbelerine dayanıklı bir yapı oluşturmasıyla açıklanmıştır [35, 122]. Topaklanma ve kırılma işlemlerinin birbirini takip etmesi sayesinde taneler incelmekte böylece elementlerin birbiri içerisinde çözünmesi kolay bir hale gelmektedir. Şekil 4.42 ise FeCoNiCr alaşımlarına ait olan EDS grafiğinin görüntüsünü göstermektedir. Şekil ele alındığında alaşımlar sisteminde herhangi bir kirlenmenin oluşmadığı açıkça görülmektedir. Alaşımlar sisteminde kirlenmenin oluşmaması sonuç alaşımlarının istenen saflıkta ve homojenlikte üretilmesine katkı sağlamıştır.

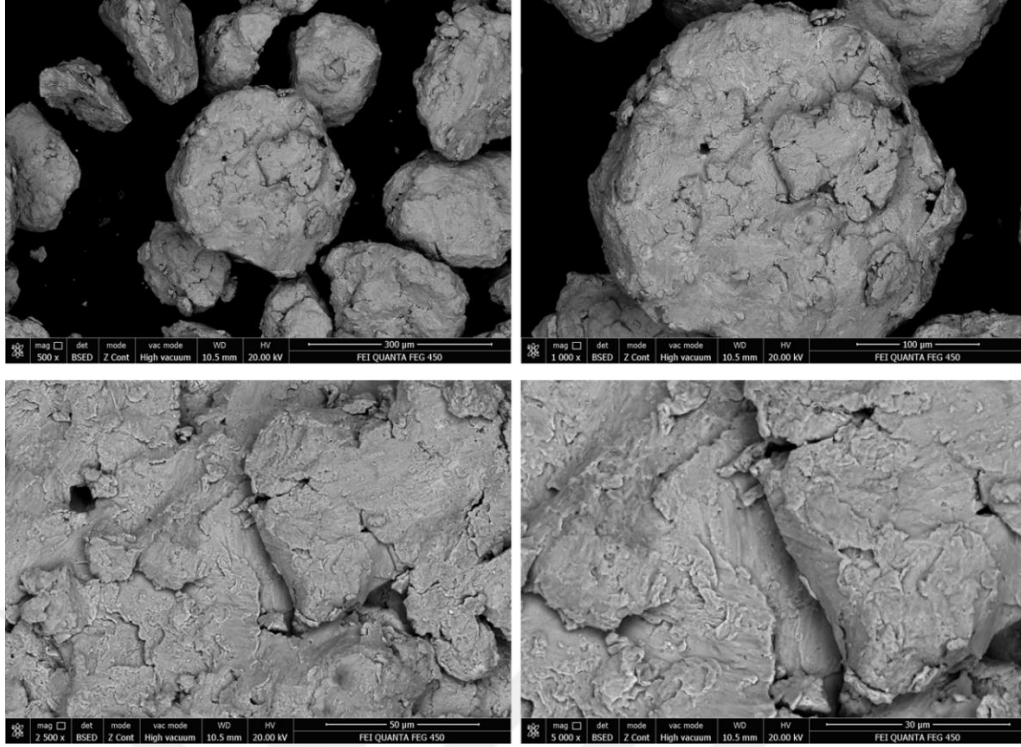
Şekil 4.43- Şekil 4.47 ise FeCoNiNbCr alaşımlarının 1, 3, 5, 10 ve 20 sa öğütme işleminden sonra elde edilmiş SEM görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.43 incelendiğinde, 1sa alaşımlama işleminden sonra tozların bir kısmının kırıldığı ve bir kısmının da topaklandığı görülmektedir. Öğütme sırasında tozlara aktarılan mekanik darbelerin etkisiyle gevrek tozların bir kısmının kırıldığı sünek tozların ise yassılaştığı ve yassılaştıran bu tozların kırılmış olan gevrek tozları hapsederek partikül boyutunu arttırdığı görülmektedir. Öte yandan 3 sa öğütme işleminden sonra alaşımlar tozlarının yüksek oranda topaklandığı ve partikül boyutunu büyük miktarda arttırdığı Şekil 4.44' te görülmektedir. Bu durum soğuk kaynak hızının kırılma hızından büyük olduğunu dolayısıyla partikül boyutunun arttığını göstermektedir.

5 sa öğütme işleminden sonra elde edilen SEM görüntüsü Şekil 4.45 incelendiğinde partikül boyutunun azaldığı görülmektedir. Partikül boyutunda meydana gelen bu azalma ise soğuk kaynak hızının kırılma hızından düşük olmasıyla açıklanabilir [123-124]. Alaşımların 10 ve

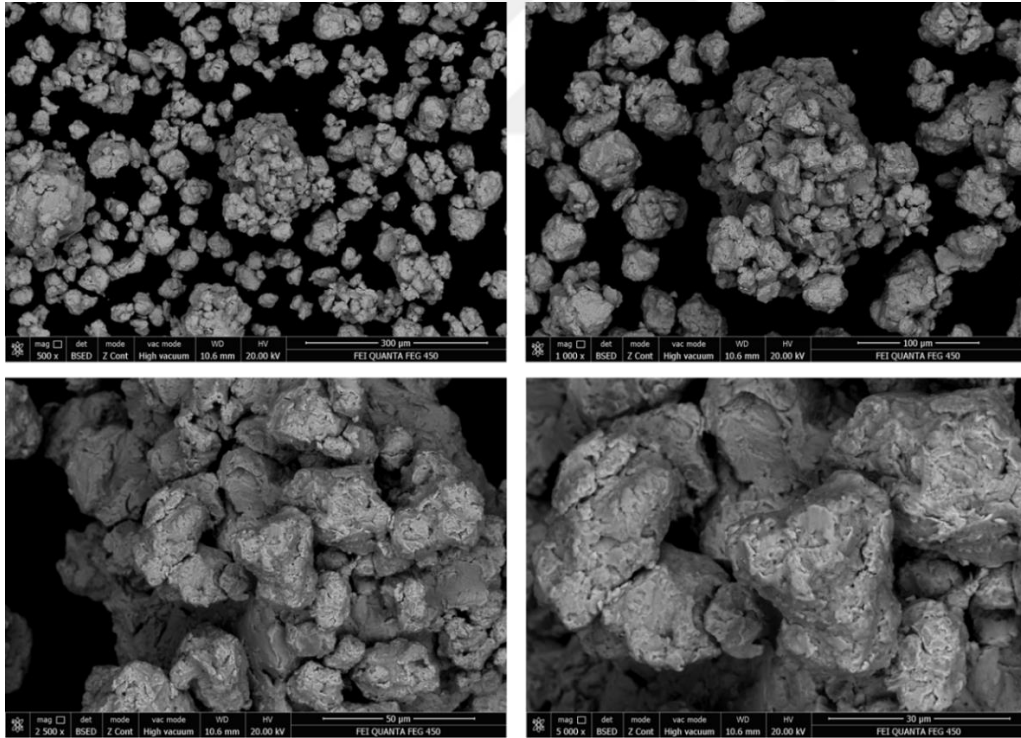
20 sa öğütülmesi sonucunda elde edilen SEM grafikleri Şekil 4.46 ve Şekil 4.47 incelendiğindeyse ve partiküllerin küreselimsi bir yapıya büründüğü görülmektedir. 20 saat öğütme işleminden sonra partikül boyutunun $54 \pm 10 \mu\text{m}$ olduğu Şekil 4.48’ de görülmektedir. Özellikle 20 sa öğütme işleminden partikül boyutunun daha homojen dağıldığı ve daha küreselimsi ve benzer yapılar gösterdiği görülmektedir. Partikül boyutunun homojen olması ve partiküllerin benzer şekillerde olması alaşımlama işleminin başarılı bir şekilde yapıldığını göstermektedir. Bu durum alaşım tozlarının deformasyon sertleşmesine uğramasından kaynaklanmaktadır. Deformasyon sertleşmesinin meydana gelmesi, partiküllerin kırılmasını ve daha fazla küçülmesini engellemektedir. Böylece partikül boyutu sabit kalmakta ancak latis gerinimleri ve dislokasyon yoğunluğu artmaya devam etmektedir. Zaara ve arkadaşları MA yöntemini kullanarak sentezledikleri $\text{FeCoNi}(\text{B}_{0,5}\text{Si}_{0,5})$ alaşım için benzer sonuçlar elde etmişlerdir. Öğütme işleminin ilk 5 saatinde bilye-toz-bilye çarpışmalarının etkisiyle yoğun plastik deformasyonların meydana geldiği not edilmiştir. Öğütme işlemi 50 sa kadar çıkarıldığında partikül boyutunun azaldığı ve küreselimsi bir şekil aldığı belirtilmiştir [107]. Benzer sonuçlar Nowroozi ve arkadaşları tarafından $\text{Fe}_{42}\text{Ni}_{28}\text{Zr}_8\text{Ta}_2\text{B}_{10}\text{C}_{10}$ alaşımı için elde edilmiştir. Öğütme işleminin 12 sa kadar devam etmesiyle soğuk kaynaklanmanın etkisiyle partikül boyutunun arttığı ancak 66 sa öğütme işleminden partikül boyutunun azaldığı ve partiküllerin homojen dağıldığı gözlenmiştir. Öğütme işlemi 176 sa yapıldığında soğuk kaynak ve kırılma hızlarının birbirine yakın olmasının sonucu olarak partiküllerin küresel benzeri bir şekil aldığı ve homojen dağıldığı görülmüştür [123].



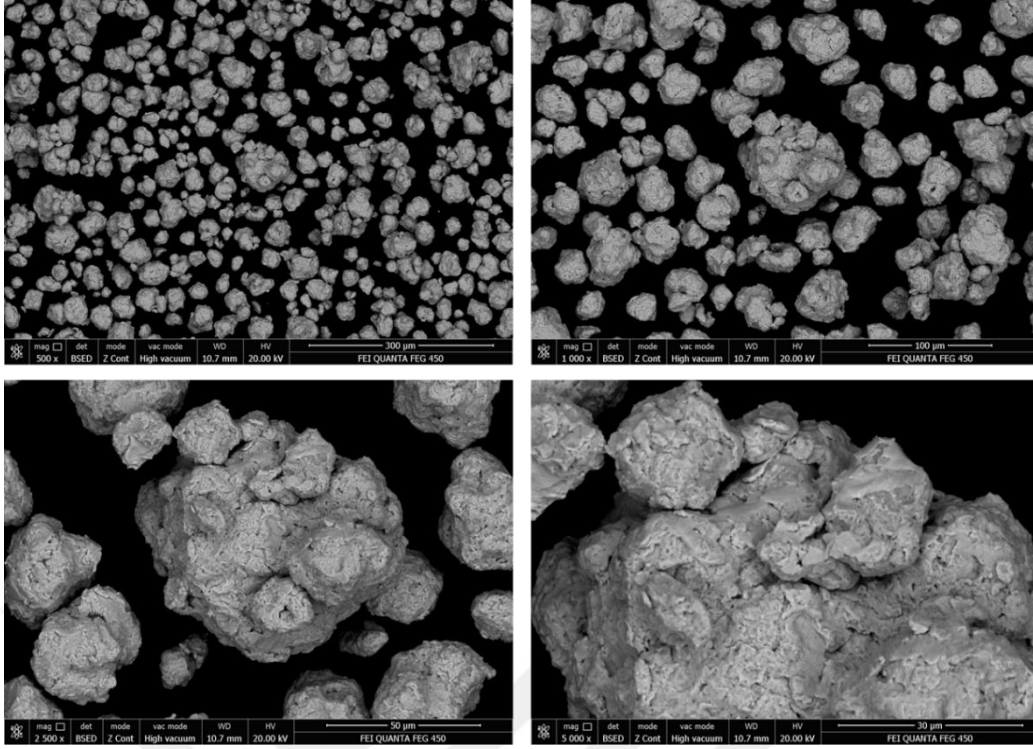
Şekil 4.43. (1sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



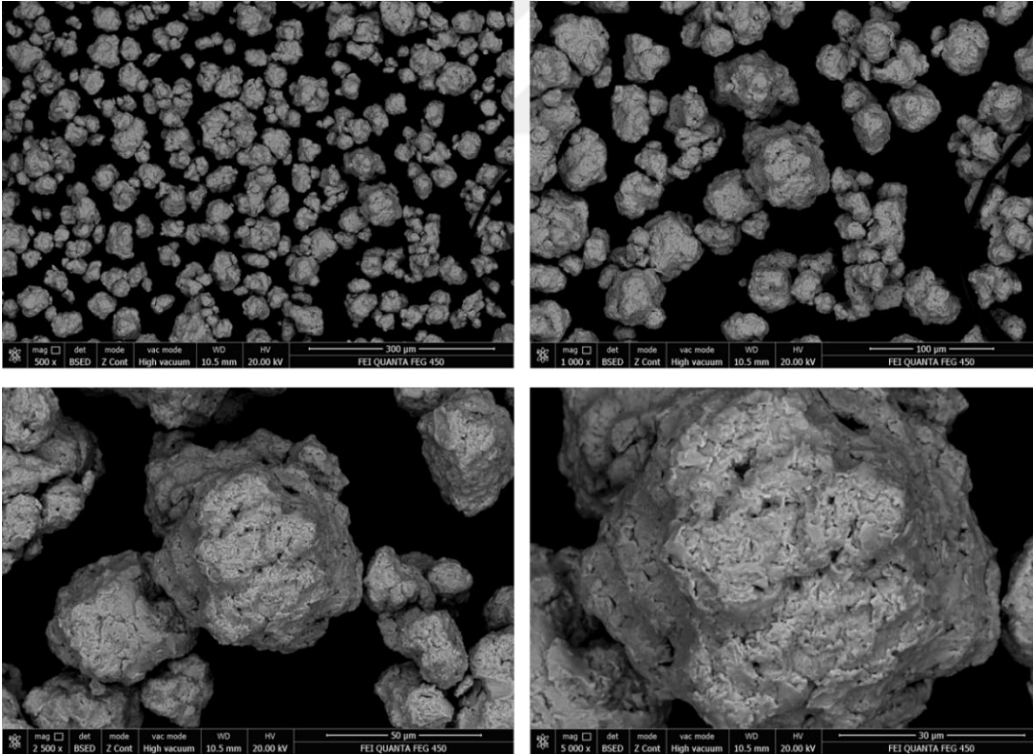
Şekil 4.44. (3sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



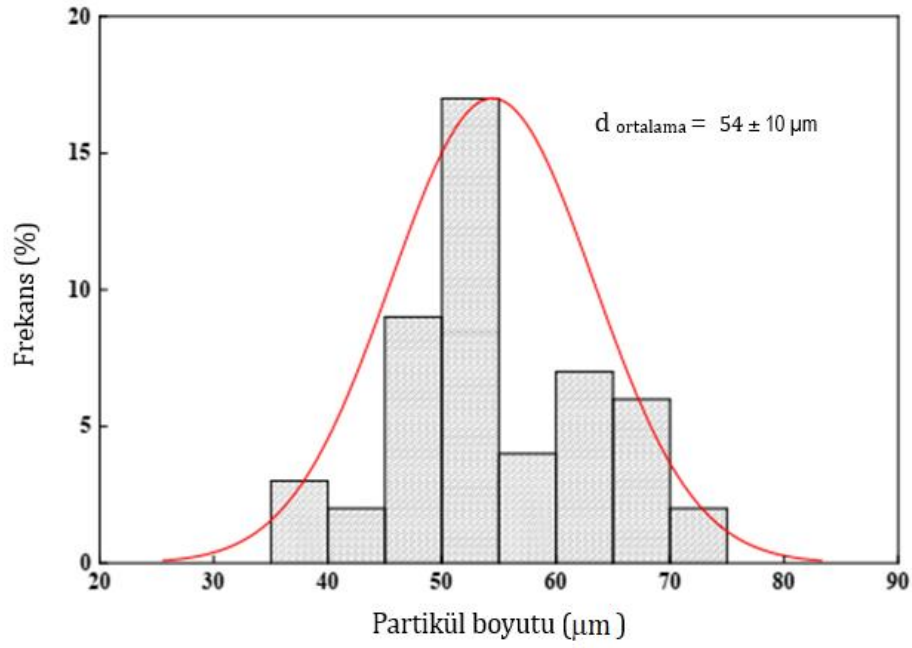
Şekil 4.45. (5sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



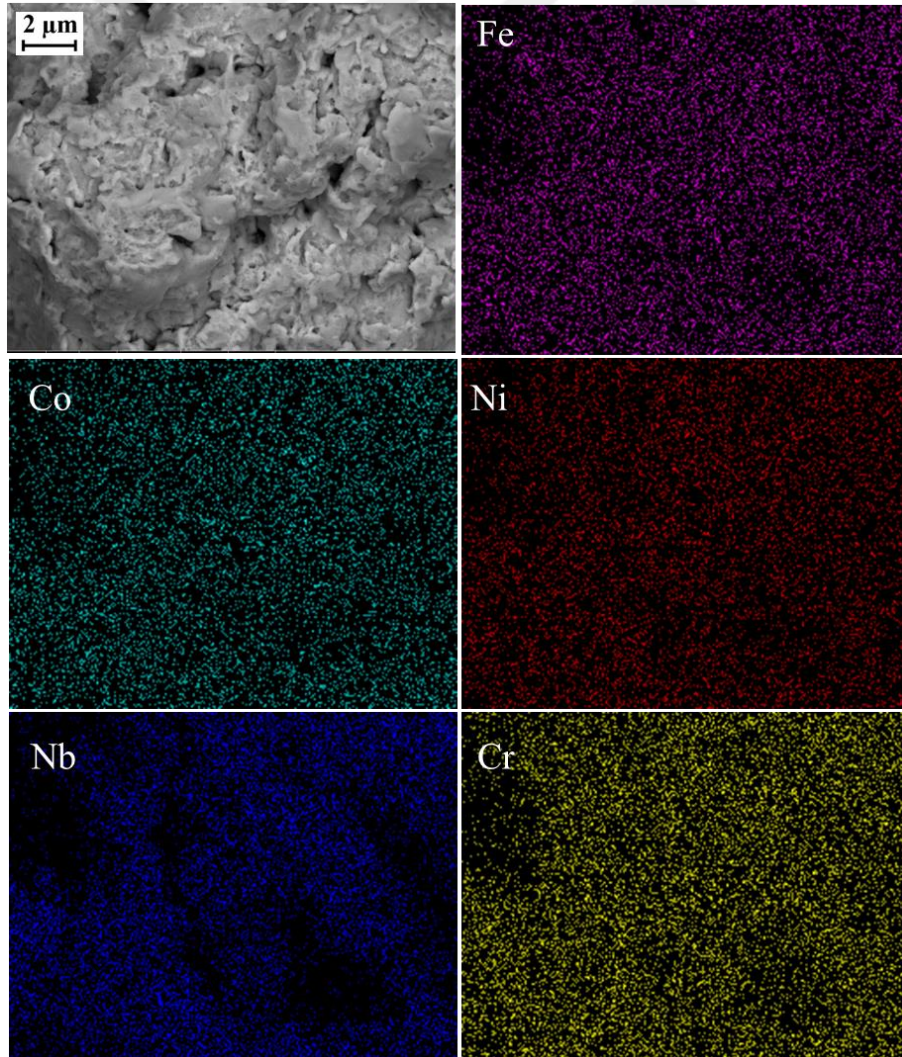
Şekil 4.46. (10 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri.



Şekil 4.47. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımına ait SEM görüntüleri.

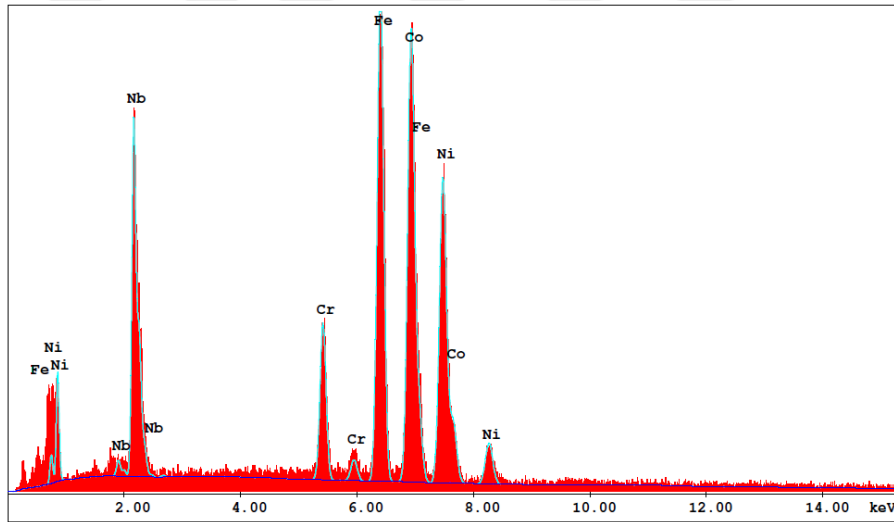


Şekil 4.48. FeCoNiNbCr alaşımına ait ortalama partikül boyutu grafiği.



Şekil 4.49. FeCoNiNbCr alaşımının elementel dağılım haritası.

Alaşım elementlerinin elde edilen alaşımda homojen dağılıp dağılmadığını tespit etmek için SEM-EDS sistemi birlikte kullanılmaktadır. EDS her bir elementten yansıyan piklerin konumunu tespit ederek numune içerisinde hangi elementin nasıl dağıldığını göstermektedir. Şekil 4.49 ise (FeCoNiNbCr) yer alan elementlerin MA işlemi sonunda numune içerisindeki dağılımını gösteren harita görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.50 ise FeCoNi alaşımına ait EDS grafiğini göstermektedir. Elde edilen harita görüntüleri incelendiğinde alaşım setini oluşturan içerik elementlerinin homojen dağıldığı açıkça görülmektedir. Bütün elementlerin yapı içerisinde homojen dağılmış olması alaşımlama işleminin başarılı bir şekilde yapıldığını göstermektedir [125]. EDS görüntüleri incelendiğindeyse alaşım sisteminde herhangi bir kirlenmenin meydana gelmediği yani alaşımın tamamen homojen bir şekilde elde edildiği görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde MA işleminin sonunda partiküllerin homojen dağıldığı ve benzer şekillerde olduğu sonucu göz önünde bulundurulduğunda EDS ve SEM sonuçlarının birbirini desteklediği görülmektedir.



Şekil 4.50. (20 sa) öğütülmüş FeCoNiNbCr alaşımının EDS grafiği.

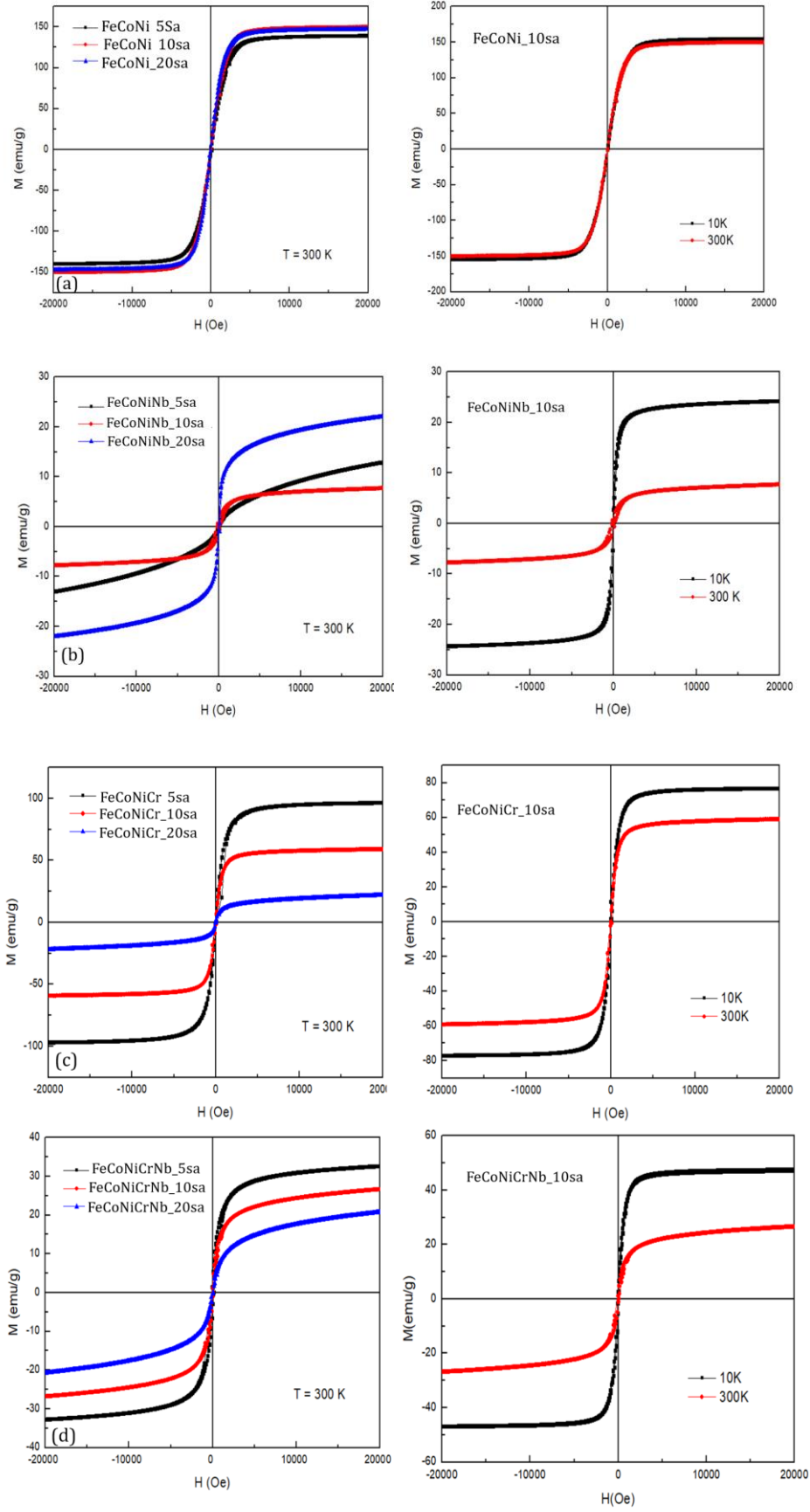
4.3. Manyetizma Sonuçları

Şekil 4.51' de farklı MA sürelerine bağlı olarak FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr ve YEA FeCoNiNbCr alaşımlarına ait histerisiz eğrileri ve 10 sa süre ile öğütülmüş numunelerin 10 K ve 300 K sıcaklıktaki histerisiz eğrileri verilmiştir. Sentezlenen FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr alaşımlarına ait XRD grafikleri incelendiğinde 10 sa öğütme işleminden sonra katı çözelti fazlarının meydana geldiği gözlenmektedir. Bu nedenle 10 sa öğütme işlemine tabi tutulmuş numunelerin 10 K ve 300 K sıcaklıktaki manyetik özellikleri incelenmiştir. Histerisiz eğrileri manyetik özellikler hakkında bilgi veren ve manyetik özelliklerin yorumlanmasına olanak sağlayan oldukça önemli olan eğrilerdir [126]. Yumuşak manyetik uygulamalar için yüksek M_s ,

yüksek geçirgenlik, düşük H_c ve düşük çekirdek kayıpları istenen en önemli özellikler arasında yer almaktadır [127-129]. FeCoNi alaşımına ait oda sıcaklığında (300K) ölçülmüş olan histerisiz eğrileri Şekil 4.51' de verilmiştir. Histerisiz eğrileri incelendiğinde M_s değerinin öğütme süresinin ilk 10 sa yükselerek maksimum değerini aldığı, 20 sa öğütme işleminden sonra 147,2 emu/gr değerine düştüğü görülmektedir. Alaşımlama işlemi 5, 10 ve 20 sa yapıldığında M_s değerleri sırasıyla 139,5 emu/gr, 150,4 emu/gr ve 147,2 emu/gr olarak ölçülmüştür. Yumuşak manyetik uygulamalar için en önemli özelliklerden biri olan M_s değerinde meydana gelen artış manyetik vektörlerin hareket etmesini kolaylaştıran ve tane incelmelerinden kaynaklanan manyetik anizotropinin azalmasına ve alaşımlama işleminin tamamlanmış olmasına atfedilmektedir [130]. Öğütme süresi 20 sa artırıldığında gözlenen azalma ise azalan parçacık boyutu ile çakılan yüzey spin sayısının artmasından kaynaklanmaktadır [62, 105,124]. Şekil 4.51(a-d)' de sağda yer alan grafikler incelendiğinde 10 K sıcaklıkta ölçülen M_s değerinin termal etkilerin azalmasından ötürü 300 K sıcaklıkta ölçülen M_s değerlerinden yüksek olduğu görülmektedir.

Yumuşak manyetik uygulamalar için önem arz eden H_c değeri; mikro gerinimler, safsızlık ve yapıda meydana gelen kusurlar gibi etkenlerden ötürü artabilmektedir. Bütün bunların yanı sıra H_c değerini önemli ölçüde etkileyen en temel özelliğin kristalit boyut olduğu bilinmektedir [108, 131]. Öğütme süresi arttıkça kristalit boyut düşmekte ve buna bağlı olarak H_c değeri de azalmaktadır [132]. Kristalit boyut ferromanyetik değişim uzunluğundan (L_{ex}) küçük olduğunda yüksek performanslı yumuşak manyetik malzemeler elde edilebilmektedir [133]. Prasad ve arkadaşları L_{ex} değerini 46 nm olarak hesaplamışlardır [111]. Bütün alaşım gruplarına ait kristalit boyutlar farklı öğütme sürelerine bağlı olarak 46 nm değerinden küçük olduğu görülmektedir. Bu durumda manyetik taneler tek bir etki alanı olarak düşünülebilmekte ve H_c rastgele anizotropi modeline bağlı olarak Denklem 4.3 kullanılarak ölçülebilmektedir [133].

$$H_c = \frac{P_c D^6 K_1^4}{\mu_0 M_s A^3} \quad (4.3)$$



Şekil 4.51. (a)FeCoNi, (b)FeCoNiNb, (c)FeCoNiCr, (d)FeCoNiCrNb alaşımlarına ait histerisiz eğrileri.

Burada P_c bir sabit, D kristalit boyut, K manyetokristal anizotropi, μ_0 serbest boşluğun geçirgenliği ve A değişim sabitidir. Denklem incelendiğinde H_c değerinin D nin 6. Kuvvetine bağlı olduğu dolayısıyla kristalit boyutun değişiminden büyük ölçüde etkilendiği görülmektedir. Bu yüzden öğütme süresi arttıkça kristalit boyut düşmekte bunun sonucu olarak genellikle H_c değeri azalmaktadır. Tablo 4.2 incelendiğinde bütün alaşım gruplarına ait H_c değerlerinin 10-198 Oe arasında yer aldığı ve yumuşak manyetik özellik sergilediği görülmektedir. FeCoNi alaşımına ait grafik Şekil 4.51(a) incelendiğinde öğütme süresi arttıkça M_s değerinin arttığı H_c değerinin ise azaldığı görülmektedir. H_c nin 5, 10 ve 20 sa öğütme işlemlerinden sonra sırasıyla 45, 36 ve 13 Oe olarak ölçülmüş ve Tablo 4.2' de verilmiştir. H_c değerlerinde meydana gelen azalmanın kristalit boyutta meydana gelen düşüşe atfedilmiştir. Ayrıca tek fazlı katı çözeltilerin meydana gelmesi de H_c değerinin azalmasına katkı sağlamıştır [113].

Tablo 4.2. Öğütme sürelerine bağlı olarak M_s , H_c , M_r/M_s değerleri.

Numune	M_s (emu/g)	H_c (Oe)	M_r/M_s	Öğütme süresi (sa)
FeCoNi	139,5	45	0,0372	5
	150,4	36	0,0033	10
	147,2	13	0,0163	20
FeCoNiNb	~ 13	52	-	5
	8,0	198	0,0061	10
	~ 24	32	-	20
FeCoNiCr	95,8	79	0,0621	5
	61,0	10	0,0061	10
	21,4	12	0,0248	20
FeCoNiCrNb	32,5	136	0,1452	5
	26,8	82	0,0824	10
	20,9	81	0,0536	20

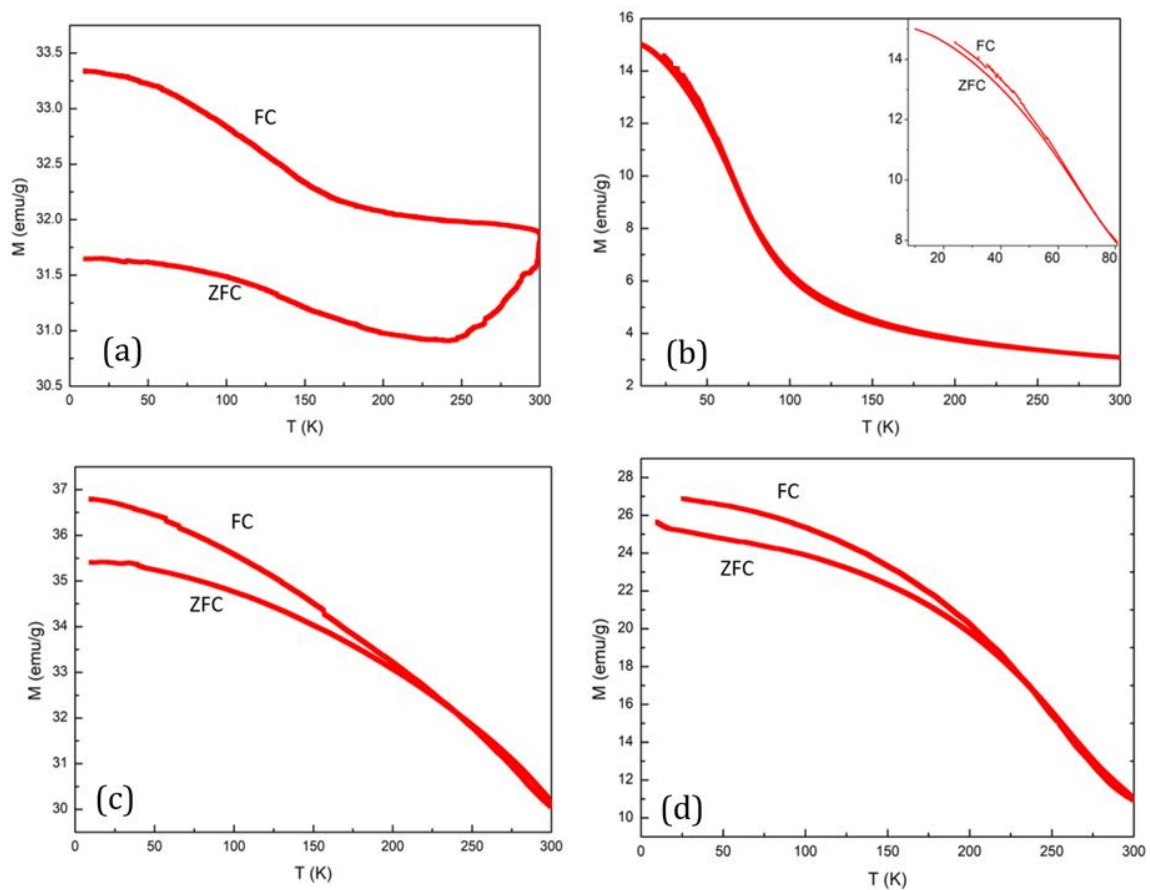
FeCoNi alaşım tozlarına Nb eklentisi yapılarak sentezlenen YEA' nın manyetik özelliklerinde meydana gelen değişimler Şekil 4.51 (b)' de histerisiz eğrilerinde açıkça görülmektedir. Manyetik olmayan elementel tozların alaşım sistemine eklenmesinin manyetik özelliklerde azalmaya sebep olduğu literatürde yer alan birçok çalışmada belirtilmiştir [105,108]. FeCoNiNb alaşımına ait histerisiz eğrileri Şekil 4.51(b) incelendiğinde ilk 10 saatinde M_s değerinin azaldığı gözlenmiştir. M_s değerindeki bu azalma manyetik olmayan Nb elementinin eklenmesi, öğütme esnasında oluşan yüksek dislokasyon yoğunluğu, artan mikro gerinimlere atfedilmiştir. Ayrıca Nb eklentisinin amorf yapı oluşumuna katkı sağlamasıyla birlikte kristalit boyutun azalması da M_s değerinin azalmasına sebep olmaktadır [105]. Öte yandan 20 sa öğütme işleminden sonra M_s değerinin arttığı gözlenmiştir. M_s değerindeki bu artış alaşımlamanın meydana gelmesine, tane incelmesinden ötürü manyeto kristal anizotropide meydana gelen azalmaya atfedilebilir. Ayrıca yüksek entropinin etkisiyle tek fazlı katı çözeltilerin oluşması M_s

değerinin artışına katkı sağlamaktadır [116]. Ms değerinin aksine Nb eklentisiyle Hc değerinin ilk 10 sa öğütme işleminden sonra büyük bir artış gösterdiği gözlenmiştir. Bu artış MA esnasında oluşan mikro gerinimlere, artan dislokasyon yoğunluğuna ve en önemlisi manyetik olmayan Nb eklentisine atfedilmiştir. 10 K ve 300 K sıcaklıklarında ölçülmüş manyetik özellikler incelendiğinde diğer alaşım gruplarına benzer bir şekilde termal etkiler azaldığı için düşük sıcaklıktaki (10 K) Ms değerlerinin yüksek sıcaklıktaki (300 K) Ms değerlerinden büyük olduğu görülmektedir. Manyetik olmayan elementler alaşım sistemine eklendiğinde manyetik elementlerin birbirleriyle etkileşim oranı azalmakta, iç gerinimler ve latis bozuklukları artmakta ve bunların sonucu olarak Hc değeri artmaktadır [134]. Belli bir öğütme süresinden sonra Hc nin azaldığı Şekil 4.51' de açıkça görülmektedir. Hc değerindeki bu azalmanın kristalit boyutta meydana gelen azalmadan kaynaklandığı önceki çalışmalarda da belirtilmiştir [124].

Alaşım sistemine sadece Cr ilavesi yapıldığında elde edilen FeCoNiCr YEA' nın manyetik değerlerinde meydana gelen değişimi gösteren grafik Şekil 4.51(c)' de verilmiştir. Şekil incelendiğinde 20 sa öğütülmüş FeCoNi alaşımının manyetik değerlerine kıyasla 20 sa öğütülmüş FeCoNiCr YEA' nın manyetik değerlerinin daha düşük olduğu görülmektedir. Cr eklentisiyle birlikte manyetik özelliklere sahip alaşım elementleri arasındaki yük geçişleri zayıflamakta ve bunun sonucunda hem Ms değeri hem de Hc değerinin azaldığı görülmektedir. Öğütme süresine bağlı olarak Ms değerinde meydana gelen azalma manyetik olmayan Cr elementinin diğer elementler içerisinde çözünerek manyetik elementler arasındaki etkileşimi azaltmasına dayandırılabilir. Ek olarak diğer elementlerin Ni latisleri içerisinde çözünmesiyle latis parametrelerinde artış meydana gelmekte ve meydana gelen bu büyümeye de manyetik elementlerin atomları arasında yük etkileşimini azaltarak manyetizasyonu düşürmektedir [35, 124]. Öğütme esnasında tozlarda meydana gelen mikro gerinimler, plastik deformasyonlar, latis bozuklukları ve kristalit boyutun azalması da Ms değerinin azalmasına sebep olmaktadır. Şekil 4.51' de sağda yer alan FeCoNiCr alaşımına ait 10 K ve 300 K sıcaklıklarında ölçülmüş manyetik değerlere ait histerisiz eğrileri yer almaktadır. Şekil incelendiğinde termal etkilerin azalması sebebiyle 10 K' de ölçülen Ms değerinin 300 K sıcaklıkta ölçülmüş Ms değerinden büyük olduğu görülmektedir. Sıcaklık Tc sıcaklığından çok düşük olduğunda atomların termal titreşimi, manyetik yönelimleri bozamayacak kadar düşük olmaktadır. Bu da manyetik özelliği olumlu etkilemektedir [38].

Hc değerleri ele alındığında artan MA süresiyle bu değerlerin düşüş gösterdiği görülmektedir. Öğütme süresinin artmasıyla birlikte Hc değerinin, kristalit boyutun düşmesinin sonucu olarak azaldığı tahmin edilmektedir. Ayrıca uzun süreli öğütme işlemiyle yüzey düzensizliklerinde azalmanın meydana gelmesi, dislokasyonların yok olması da Hc değerinin azalmasına sebep olmaktadır. Bu durum önceki çalışmalarda da benzer bir şekilde açıklanmıştır [108, 116, 132].

Bütün alaşım elementleri bir arada öğütüldüğünde manyetik değerlerde meydana gelen değişim Şekil 4.51 (d)' de verilmiştir. Şekil incelendiğinde FeCoNi alaşımına kıyasla manyetik olmayan Nb ve Cr elementlerinin eklenmesinden ötürü daha düşük Ms ve daha yüksek Hc değerine sahip olduğu görülmektedir. Öğütme süresine bağlı olarak Ms ve Hc değerleri Tablo 4.2' de verilmiştir. Ms değerleri ele alındığında öğütme süresi arttıkça bu değerlerin azalarak 20 sa sonunda 20.9 emu/gr minimum değerini aldığı görülmektedir. Ms de meydana gelen bu azalmanın öğütme süresinin artmasıyla manyetik olmayan Nb ve Cr elementlerinin manyetik elementler içerisinde çözünmesi ve manyetik elementler arasındaki etkileşimi azaltmasına dayandırılabilir. Ayrıca latis parametrelerinde meydana gelen büyüme de Ms değerinin azalmasına katkı sağlamaktadır. Ek olarak artan MA süresiyle kristalit boyutun azalması Ms değerinin azalmasına sebep olmaktadır. Artan MA süresiyle birlikte mikro gerinimlerin, dislokasyon yoğunluğunun ve yapısal bozuklukların artması da Ms değerinin düşmesine neden olmaktadır. Geçmişte yapılan birçok çalışmada da Ms değerinde meydana gelen azalma benzer bir şekilde açıklanmıştır [105, 113, 120].



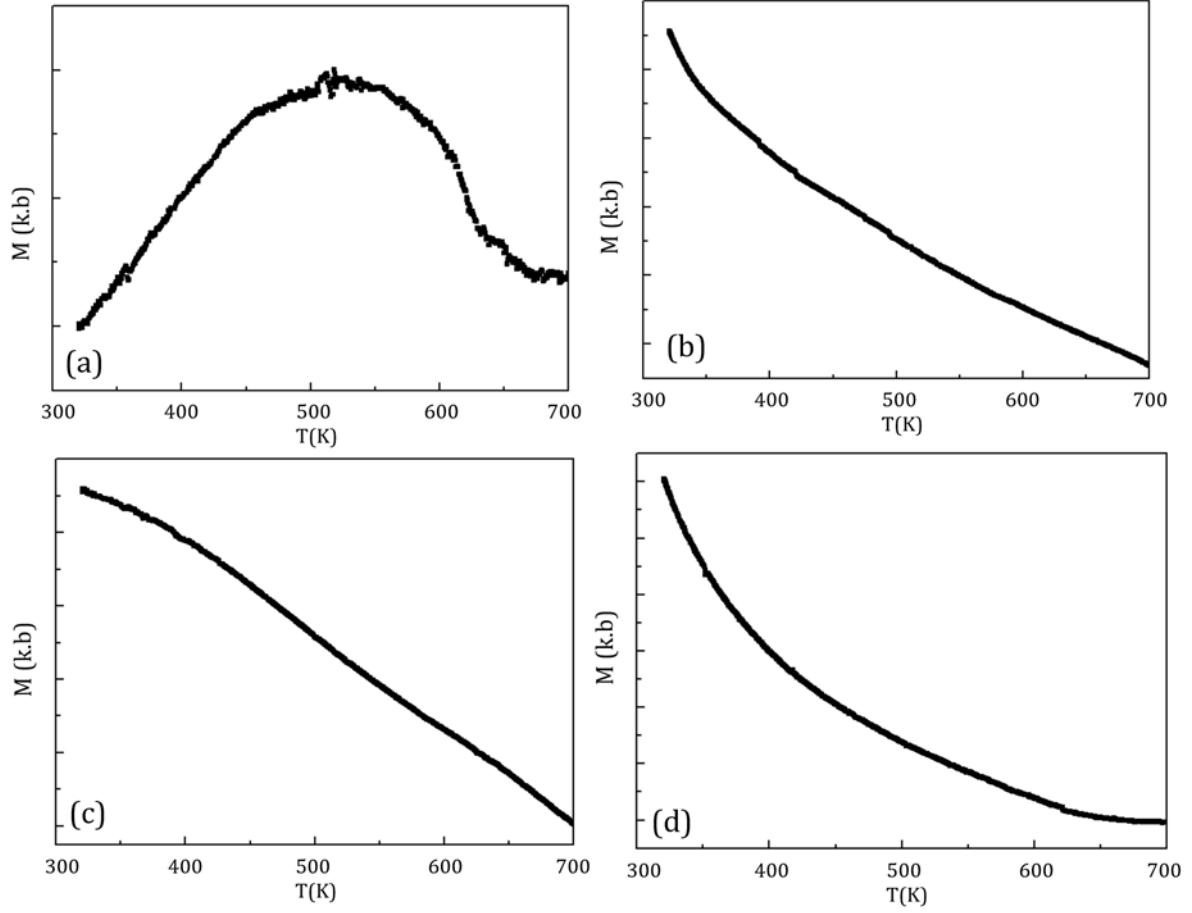
Şekil 4.52. (10 sa) öğütülmüş (a)FeCoNi (b) FeCoNiNb (c) FeCoNiCr (d) FeCoNiCrNb alaşımlarının 500 Oe alan varlığında ölçülmüş ZFC-FC eğrileri.

Hc değerleri ele alındığında 5, 10, 20 sa öğütme sürelerine bağlı olarak bu değerlerin sırasıyla 136, 82, 81 Oe olarak ölçüldüğü Tablo 4.2' de görülmektedir. Öğütme süresi arttıkça Hc değerlerinde meydana gelen azalma kristalit boyutun alaşımlamanın ilk saatlerinde hızlıca düşmesine atfedilmiştir. Öğütme işleminin sonlarına doğru yüzey düzensizliklerinin azalması, alaşımlama işleminin tamamlanmış olması da Hc nin düşmesine katkı sağlamaktadır [116, 131]. Ayrıca alaşım tozlarının aşamalı olarak birbiri içerisinde çözünmesi alaşımın daha homojen bir hal almasını sağlayarak Hc değerinin düşmesine sebep olmaktadır. Sonuç olarak manyeto kristal anizotropi azalmakta ve bunun neticesinde Hc değeri de azalmaktadır [132].

Şekil 4.52 (a-d) 10 sa öğütülmüş numelerin 10-300 K arasında ölçülmüş ZFC (zero-field cooled) ve FC (field cooled) eğrilerini göstermektedir. Bu ölçümde ilk olarak numune oda sıcaklığından (300K) 10K sıcaklığa herhangi bir dış alan olmadan soğutulmaktadır. Daha sonra 10 K sıcaklığa soğutulmuş numuneler 500 Oe alan varlığında oda sıcaklığına ısıtılmakta ve bu esnada manyetik ölçümler yapılmaktadır. Ölçümün bu bölümüne ZFC denmektedir çünkü numune soğutulurken herhangi bir alan uygulanmamaktadır.

Sıcaklık 300 K ulaştığında ise 500 Oe alan varlığında sıcaklık 10 K değerine kadar düşürülmekte ve manyetik ölçümler yapılmaktadır. Ölçümün bu aşamasına ise FC denmektedir çünkü uygulanan bir alan varlığında soğutma işlemi yapılırken manyetik değerler ölçülmektedir. ZFC ve FC eğrileri incelendiğinde sıcaklık artarken Ms değerinin düştüğü görülmektedir. FC eğrilerine bakıldığında Ms değerinin azalan sıcaklıkla birlikte spinlerin yönelimlerinin daha çok bozulmasından ötürü tüm alaşım setlerinde arttığı gözlenmektedir. Benzer sonuçlar $\text{Ni}_2\text{CuCrFeAl}_x$ ($x = 0,5; 1,0; 1,5$ ve $2,5$) alaşımı için Kush ve arkadaşları tarafından elde edilmiştir [46].

Şekil 4.53 (a-d) ise 10 sa öğütülmüş numelerin yüksek sıcaklık $M(T)$ eğrileri 500 Oe uygulanan alan varlığında ölçülmüştür. FeCoNi , FeCoNiNb , FeCoNiCr ve FeNiCoCrNb nanokristal örneklerinin manyetizasyonun sıcaklık artışına bağlı olarak termal enerjisinin artmasından ötürü azaldığı şekilden görülmektedir. Numelerin sıfır manyetizasyona ulaşmaması T_c sıcaklığının 700 K nin üzerinde olduğunu göstermektedir. FeCoNi için $M(T)$ eğrileri incelendiğinde manyetizasyonun ilk olarak arttığı daha sonra 520-700 K aralığında aşamalı olarak azaldığı gözlenmektedir. Bu durumun; numunelerin ısıtılması esnasında gerçekleşen faz dönüşümlerinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmekte ve daha fazla yapısal analize ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 4.53 10 saat öğütülmüş (a) FeCoNi , (b) FeCoNiNb , (c) FeCoNiCr ve (d) FeCoNiCrNb nanokristal örneklerinin sıcaklığa bağlı olarak M_s değerleri.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu tez çalışması kapsamında eşit atomik yapıları FeCoNi, FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr kompozisyonları MA yöntemi ile başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Nb ve Cr eklentisinin mikroyapısal, manyetik ve morfolojik özelliklere etkisi detaylı bir şekilde araştırılmıştır. Bununla birlikte sıcaklığa bağlı olarak manyetik ölçümler yapılmış ve elde edilen sonuçlar detaylı bir şekilde tartışılmıştır. Öğütme süresine bağlı olarak manyetik özelliklerde, kristalit boyutta, dislokasyon yoğunluğunda, latis parametrelerinde, latis gerinimlerinde, partikül boyutu ve şeklinde ve latis gerinimlerinde meydana gelen değişimler ve nedenleri detaylı bir şekilde ele alınmıştır. Bu araştırma kapsamında elde edilen sonuçlar aşağıda yer almaktadır.

FeCoNi kompozisyonuna ait sonuçlar ele alındığında; XRD grafiklerinden anlaşılabileceği üzere MA süresi arttıkça pikler genişlemekte ve sola doğru (küçük açılara doğru) kaymaktadır. Bunun temel sebebinin artan dislokasyon yoğunluğu, katı çözelti fazlarının oluşumu ve latis parametrelerinde meydana gelen artış olduğu gözlenmiştir. Bu alaşım sisteminde öğütme süresi arttıkça Fe ve Co pik yoğunluklarının azalması bu elementel tozların Ni içerisinde çözünerek ymk faz oluşturduğu anlamına gelmektedir. Latis parametresinde meydana gelen artış da Fe ve Co tozlarının Ni içerisinde çözündüğünü desteklemektedir.

MA süresi arttıkça kristalit boyut düşmekte dislokasyon yoğunluğu, latis parametresi ve latis gerinimleri yoğun plastik deformasyon ve farklı atom yarıçaplarına sahip elementlerin birbiri içerisinde çözünmesinden ötürü artmaktadır.

MA süresinin artmasıyla birlikte kırılma hızı soğuk kaynaklanma hızından büyük olmakta bunun sonucunda ortalama partikül boyutu azalmaktadır. Ancak belirli bir öğütme süresinden sonra deformasyon sertleşmesi meydana gelmekte ve bunun sonucunda soğuk kaynak ve kırılma hızları birbirine çok yakın olmaktadır. Kırılma ve kaynaklanma olaylarının birbirini dengelemesi partikül boyutunun MA süresi artsa bile neredeyse sabit kalmaktadır. 20 sa öğütülmüş FeCoNi alaşımının partikül şekillerinin küresel benzeri bir yapıda olduğu gözlenmiştir. Bu durum doymuş katı çözelti fazlarının oluştuğunu, alaşımlama işleminin tamamlandığını ve deformasyon sertleşmesinin meydana geldiğini göstermektedir.

Öğütme süresine bağlı olarak manyetik özellikler ele alındığında ilk 10 sa saatte 150,4 emu/gr değerine yükseldiği gözlenmiştir. Meydana gelen bu artışın iyi manyetik özelliklere sahip elementlerin birbiri içerisinde çözünerek alaşımlanmasından ve sonucunda oluşan güçlü manyetik etkileşimlerden kaynaklandığı sonucuna varılmıştır.

ZFC ve FC sonuçları incelendiğinde sıcaklık arttırıldığında Ms değerinin termal etkilerden ötürü azaldığı gözlenmiştir. Bir alan varlığında oda sıcaklığından 10K sıcaklığa soğutulduğunda Ms değerinin manyetik yönelimlerin rahatlamasından ötürü arttığı gözlenmiştir. M(T) eğrileri değerlendirildiğinde 300-520K arasında Ms değerinin arttığı gözlenmiştir. Bu artışın faz

dönüşümlerinden kaynaklanmış olabileceği sonucuna varılmıştır. FeCoNi alaşımının 10 sa öğütme işleminden sonra elde edilen 150,4 emu/gr Ms ve 36 Oe Hc değerleriyle yumuşak manyetik uygulamalarda kullanılabilecek bir malzeme olduğu saptanmıştır.

FeCoNiNb YEA 20 sa öğütme işleminden sonra başarılı bir şekilde elde edilmiştir. 20 sa öğütme işlemi sonunda amorf bir fazın meydana geldiği XRD grafiklerinden açıkça görülmektedir. Nb eklentisinin amorf faz oluşumuna büyük bir katkı yaptığı ancak Ms değerinde keskin bir düşüşe sebep olduğu gözlenmiştir. Diğer alaşım gruplarında olduğu gibi bu alaşım sisteminde de dislokasyon yoğunluğunun, latis parametrelerinin ve latis gerinimlerinin MA süresiyle arttığı gözlenmiştir.

20 sa öğütülmüş numunelerin partikül boyutunun MA süresiyle birlikte arttığı partikül şeklinin ise küresel benzeri bir yapıda olduğu gözlenmiştir. Küreselimsi yapıların oluşmasının alaşımlama işleminin tamamlandığı yani deformasyon sertleşmesinin meydana geldiği anlamına gelmektedir.

FeCoNiNb YEA' nın Ms değerinin 10 sa öğütme işleminden sonra 8 emu/gr değerine düştüğü ancak 20 sa öğütme işleminden sonra 24 emu/gr değerine yükseldiği gözlenmiştir. Ms değerinde meydana gelen düşüşün manyetik olmayan Nb eklentinin yanı sıra artan dislokasyon yoğunluğu, latis gerinimleri ve azalan kristalit boyutun sebep olduğu görülmüştür. Ms değerinde meydana gelen artış ise yüksek entropinin etkisiyle tek fazlı bir yapının meydana gelmesinden kaynaklanmaktadır. Karmaşık yapıları basit yapıları yerine basit yapıları oluşması manyetik özellikleri olumlu etkilemektedir.

10 sa öğütülmüş FeCoNiNb YEA' nın Hc değerinde büyük bir artış olduğu görülmüştür. Manyetik özelliklerde meydana gelen düşüşlerin manyetik olmayan Nb eklentisinin manyetik elementlerde çözünerek manyetik elementler arasındaki etkileşimi azaltmasıyla ilişkilendirilmiştir. 20 sa öğütme işleminden sonra Hc değerinde keskin bir düşüşün meydana geldiği gözlenmiştir. Bu düşüşün tek fazlı basit bir yapının oluşmasından ve kristalit boyutun azalmasından kaynaklandığı gözlenmiştir.

ZFC eğrileri incelendiğinde Ms değerinin sıcaklık artışıyla azaldığı görülmektedir. Öte yandan FC eğrileri incelendiğinde alan varlığında 300 K sıcaklıktan 10 K sıcaklığa düşüş yapıldığında Ms değerinin artış gösterdiği görülmektedir. M(T) grafiklerine bakıldığında sıcaklık artışıyla beklendiği üzere Ms değerinin azaldığı ancak sıfırlanmadığı görülmüştür. Bu durum Tc sıcaklığının 700 K üzerinde olduğu anlamına gelmektedir.

Alaşım sistemine Nb yerine Cr eklendiğinde ise elde edilen FeCoNiCr YEA'nın mikro yapısında, manyetik ve morfolojik özelliklerinde ciddi değişikliklerin meydana geldiği görülmüştür. Nb' nin aksine Cr eklentisinin tek bir Ni-ymk fazını oluşturduğu XRD grafiklerinden anlaşılmaktadır. Sonuç alaşımının latis parametresinin Ni latis parametresi değerine (0,3535 nm) yakın olması da diğer alaşım elementlerinin Ni içerisinde çözüldüğünü göstermektedir. Diğer

alaşımlarda olduğu gibi MA süresi arttıkça bu alışımda da latis parametreleri, dislokasyon yoğunluğu ve latis gerinimleri artış göstermektedir.

Partikül büyüklüğünün artan öğütme süresiyle birlikte azaldığı ancak Cr elementinin tane sınırlarında çökerek sert bir yapı oluşturması sebebiyle diğer alaşım gruplarına nazaran daha yavaş düştüğü görülmüştür. SEM görüntüleri incelendiğinde partikül şekillerinin şeritler halinde ve katmanlı olduğu görülmektedir. Diğer alaşımlar küresel benzeri partiküllere sahipken bu alaşımın partikül şeklinin katmanlı olması Cr elementinin tane sınırlarında çökerek sert bir yapı oluşturmasından kaynaklanmaktadır.

Manyetik olmayan Cr elementinin eklenmesinden ötürü Ms değerinde keskin bir düşüşün meydana geldiği histerisiz eğrilerinden açıkça görülmektedir. Alaşımlamanın ilk 5 saatinden sonra 95,8 emu/gr olan Ms değerinin 10 sa sonrasında 61,0 emu/gr ve 20 sa sonrasında 21,4 emu/gr değerine düştüğü Tablo 4.2’de görülmektedir. Ms değerinde meydana gelen bu düşüşün Cr eklentisinin yanı sıra artan dislokasyon yoğunluğunun, latis gerinimlerinin ve kristalit boyutun azalmasının da etkisi olmaktadır. FeCoNiCr YEA’ nın Hc değerleri incelendiğinde artan MA süresiyle birlikte azaldığı saptanmıştır. Hc değerinde meydana gelen bu düşüşün kristalit boyutun azalmasından ve tek fazlı bir yapının oluşmasından kaynaklandığı gözlenmiştir.

ZFC eğrilerine bakıldığında alan olmaksızın sıcaklığın 10 K den 300 K değerine artmasıyla Ms değerinin azaldığı görülmektedir. FC eğrilerine bakıldığında sıcaklığın alan varlığında 300 K den 10 K değerine düşmesiyle Ms değerinin arttığı görülmektedir. Termal etkilerin manyetik değerler üzerinde etkisinin büyük olduğu bu alışımda olduğu gibi diğer alaşım gruplarında da görülmektedir. Alaşıma ait M(T) grafikleri ele alındığında sıcaklığın artışıyla birlikte Ms değerinin azaldığı ancak sıfırlanmadığı görülmektedir. Ms değerinin sıfırlanmamış olması Tc sıcaklığının 700 K üzerinde olduğu anlamına gelmektedir.

Bütün alaşım elementlerini içeren FeCoNiNbCr YEA için XRD grafiği incelendiğinde 20 sa öğütme işleminden sonra bütün alaşım elementlerinin birbiri içerisinde çözünerek ymk+amorflar oluşturduğu görülmektedir. Nb eklentisinin yanı sıra atom yarıçapları arasındaki farkın fazla olması, mikro gerinimlerin artması ve kristalit boyutun düşmesi kristal fazları kararsız hale getirerek amorf faz oluşumuna sebep olmaktadır. Diğer alaşım gruplarında olduğu gibi bu alaşım sisteminde de MA süresi arttıkça piklerin genişlediği ve sola doğru kaydığı görülmektedir. Latis parametrelerinde meydana gelen artış, katı çözelti fazlarının oluşması, dislokasyon yoğunluğundaki artış ve kristalitlerin incelmeleri piklerin sola doğru kaymasına sebep olmaktadır.

SEM görüntüleri incelendiğinde 20 sa saat öğütülmüş numunelerin partikül boyutunun $54 \pm 10 \mu\text{m}$ ve partikül şeklinin ise küreselimsi olduğu görülmektedir. Partikül şeklinin küresel benzeri ve partikül dağılımının düzenli olması alaşımlama işleminin tamamlandığını göstermektedir. Bu aşamada partiküller deformasyon sertleşmesine uğradığı için MA süresi artsa bile partikül boyutunda önemli bir değişiklik meydana gelmemektedir.

Öğütme süresinin 5 saatinden sonra Ms değerinin 32,5 emu/gr 10 saatinden sonra 26,8 emu/g ve 20 saatinden sonra 20,9 emu/gr değerine düştüğü Tablo 4.2' de görülmektedir. Öğütme süresinin artmasıyla alaşımın mikro geriniminde, dislokasyon yoğunluğunda ve latis parametresinde meydana gelen artıştan ötürü manyetik özellikler olumsuz etkilenmektedir. Bunun yanı sıra amorf faz oluşumunun da manyetik özellikleri olumsuz etkilediği bilinmektedir.

FeCoNiCrNb YEA' nın 5, 10, 20 sa öğütme işlemlerinden sonra Hc değerlerinin sırasıyla 136, 82, 81 Oe olduğu görülmüştür. Hc değerlerinde 10 sa öğütmeden sonra meydana gelen düşüşün hızlıca azalan kristalit boyuttan ve alaşımlama işleminin tamamlanmasından kaynaklandığı gözlenmiştir.

Alaşımın ZFC eğrilerine bakıldığında diğer alaşım gruplarında olduğu gibi sıcaklığın artmasıyla Ms değerinin azaldığı görülmektedir. FC eğrileri incelendiğinde yine benzer bir şekilde sıcaklığın azaltılmasıyla Ms değerinin arttığı görülmektedir. Yüksek sıcaklık M(T) grafikleri incelendiğinde sıcaklığın artmasıyla Ms değerinin azaldığı gözlenmektedir. Sıcaklık artışı Ms değerini olumsuz etkilemekte düşüşü ise termal etkileri azaltacağından manyetik yönelimlerin rahatlamasını sağlamakta böylece Ms değerinin artmasına sebep olmaktadır.

Sonuç olarak eşit atomik yapıları FeCoNi alaşımı ve FeCoNiNb, FeCoNiCr, FeCoNiNbCr YEA' lar MA yöntemi kullanılarak 20 saate başarılı bir şekilde sentezlenmiştir. Elde edilen sonuçlar MA işleminde tek fazlı kristal bir yapının oluşmasının yanı sıra sadece amorf veya amorf + kristal (ymk veya hmk) fazlarının meydana geldiğini göstermektedir. Nb eklentisi amorf fazı geliştirirken manyetik özellikleri olumsuz etkilemekte Cr eklentisi ise manyetik özellikleri olumsuz etkilemekte ve partiküllerin morfolojisinde değişikliğe sebep olmaktadır. FeCoNi alaşımının 10 sa öğütme işleminden elde edilen manyetik özellikleri incelendiğinde bu alaşımın iyi bir yumuşak manyetik malzeme olduğu ve manyetik uygulamalar için umut vadettiği görülmektedir.

ÖNERİLER

MA işlem parametrelerinden olan öğütme süresi, bilye toz oranı, öğütücü tipi, öğütme hızı, bilye çapları gibi parametreler daha farklı seçilerek öğütme işlemi yapılabilir. Spex tip bir değirmen, daha büyük bilye toz oranı gibi değişiklikler öğütme süresini daha da kısaltabilir.

MA işlemi sonrasında numuneleri belirli sıcaklıklarda tavlama MA'nın manyetik özelliklerde bıraktığı olumsuz etkileri gidermek için yardımcı olabilir.

Yüksek sıcaklık $M(T)$ uygulamasından önce ve sonra XRD analizlerinin yapılması manyetik özelliklerde meydana gelen değişimleri açıklamakta yardımcı olabilir. Yüksek sıcaklık uygulamasından alaşım sistemlerinde faz dönüşümleri meydana gelebilmektedir. Bu faz dönüşümlerini bilmek manyetik özellikleri yorumlamak için fayda sağlayabilir.

Uygun bir PCA eklentisi amorf faz oluşumunu önleyerek manyetik özelliklerin olumsuz etkilenmesini önleyebilir.

Öğütme süresi arttırılarak alaşımların mikro yapısına, morfolojik ve manyetik özelliklerine etkisi araştırılabilir.

Alaşımlama işleminden sonra sinterleme işlemi yapılarak manyetik özelliklere etkisi araştırılabilir.

Öğütmenin bir kısmı kuru bir kısmı ıslak olarak veya tamamen ıslak öğütmeye tabi tutularak mikroyapıya, morfolojik ve manyetik özelliklere etkisi araştırılabilir.

KAYNAKLAR

- [1]. Semanur S. “*Manyetik Nanopartiküllerin Analitik İncelenmesi*” , Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, İstanbul, (Ocak 2014).
- [2]. O'Brien, P. P. (2001). Nanocrystalline Semiconductors: Synthesis, Properties and Perspectives. Chem. Mater., 13, 3843-3858.
- [3]. Enönlü, E. “*Mikro Manyetik Soğutucularda Kullanılacak Ni-Mn Tabanlı Manyetik İnce Filmlerin Üretimi Ve Bunların Yapısal, Manyetik ve Manyetik Soğutma Özelliklerinin İncelenmesi*” , Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara , (Nisan 2017).
- [4]. Hakan Ateş, “*Nano Parçacıklar ve Nano Teller*” Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ankara, (Mart 2015).
- [5]. Milli, A. “*Mekanik Alaşımlama Yöntemi B₄C-FeTi Takviyeli Fe Esaslı Kompozit Üretimi*” , Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Tekirdağ, (2017).
- [6]. Suryanarayana, C. ((2001)). “*Mechanical alloying and milling*” , Progress in Materials Science 46: P.27,28.
- [7]. Azmi E. Sakin Z., (2019), *Yüksek Entropili Alaşımlar: Prensipler ve Alaşım Tasarımı*, Ömer Halisdemir Üniversitesi, Mühendislik Bilimleri Dergisi, C:8, S:2, 1160 1178, Bartın, doi:10.28948/ngumuh.517876.
- [8]. Patel, M. S. “*Localized Current Activated Sintering of Titanium Nickelides*” Faculty of San Diego State University, (2011).
- [9]. Güler, Ö. “*Oksit Takviyeli Bakır Kompozitten Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi*” , Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ , (2006).
- [10]. Kasonde, M. (2011). “*The Mechanical Alloying of Sub-Stoichiometric Titanium Carbonitride Tungsten-Aluminium by High Energy Ball Milling*” University of the Witwatersrand, Doctorate Thesis.
- [11]. Yurtsever, Ö. “*Ni-Ti Sistemindeki Farklı Bileşimlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Toz Halde Sentezi ve Sinter Sonrası Karakterizasyonu*” Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Seramik Mühendisliği Bölümü, İstanbul , (Eylül 2014).
- [12]. Ahmet Umut Söyler , “*Mekanik Alaşımlama Yöntemleri İle Üretilmiş Al-Fe Tabanlı SiC Y₂O₃ Pekleştiricili Kompozitlerin Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu*” , Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Mühendisliği Ana Bilim Dalı, İstanbul , (Ocak 2008).
- [13]. Diken, S. “*Co₉₀Fe₁₀ İnce Filmlerin Manyetik Ve Yapısal Özelliklerine Altın Alt Tabaka Etkisi*” , Yüksek Lisans Tezi, Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Kilis , (Temmuz 2013).
- [14]. Yeh, J.W., Murty, B.S., Ranganathan, S. “*High Entropy Alloys*”, (1. Baskı) Londra: Butterworth-Heinemann, (2014).
- [15]. Yang, X. Zhang, Y. “*Prediction of high entropy stabilized solid-solution in multi-component alloys*” , *Materials Chemistry and Physics*, 131-133, 233-236, (2012).
- [16]. Şerzat Safaltın⁴, Burak Küçükelyas⁵, Sabahattin Gürmen⁶, “*FeNiCoCu Yüksek Entropi Alaşım Nano Partiküllerin Aerosol Tekniği İle Üretimi*” , Teknik Yazı, ^{4,5}Bursa Tekni Üniversitesi, ^{5,6}İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji Dergisi, 186 , (Aralık 2018).
- [17]. Murty B.S., Yeh J.W., Ranganathan S., (2014), *High Entropy Alloys*, Elsevier.
- [18]. Gao, M.C., Yeh, J.W., Liav, P.K., Zhang, Y., (2006) *High Entropy Alloys: Fundamentals and Application*, Springer, 1-516.
- [19]. Norhuda, H.B.N., (2018), *Phase transformation in High Entropy Bulk Metallic Glass and Lamellar Structured-High Entropy Alloy*, submitted for the degree of Doctor of Philosophy, The University of Sheffield.

- [20]. Zhao, R.F., Ren, B., Zhang, G.P., Liu, Z.X., Cai, B., Zhang, J.J., (2019), CoCr_xCuFeMnNi high-entropy alloy powders with superior soft Magnetic Properties, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 491-165574.
- [21]. Laura, A.D., (2016), *Combinatorial High Throughput Synthesis of High Entropy Alloys*, submitted for the degree of Doctor of Philosophy, Department of Materials Science and Engineering University of Sheffield.
- [22]. Zhang, Y., Lu, Z., Ma, S., Liaw, P., Tang, Z., Cheng, Y., Gao, M., (2014), Guidelines in predicting phase formation of high-entropy alloys, *Mrs Communication*, c:4, s:2.
- [23]. Senkov, O., Wilks, G., Miracle, D., Chuang, C., Liaw, P., (2010), Refractory High-Entropy Alloys, *intermetallics*, c:18, s:9.
- [24]. Praveen, S., Murty, B., Kottada, R.S., (2012), Alloying behavior in Multi-Component AlCoCrCuFe and NiCoCrCuFe High Entropy Alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 2012. 534.
- [25]. Chen, M.R., Lin, S.J., Yeh, J.W., Chuang, M.H., Chen, S.K., Huang, Y.S., Effect of Vanadium Addition on the Microstructure, Hardness, and Wear Resistance of Al 0.5 CoCrCuFeNi High-Entropy Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2006. C:37 s:5.
- [26]. Hsu, C.Y., Juan, C.C., Wang, W.R., Sheu, T.S., Yeh, J.W., Chen, S.K., On the Superior Hot Hardness and Softening Resistance of AlCoCr x FeMo 0.5 Ni High-Entropy Alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 2011. 528(10), P.3581-3588.
- [27]. Tanya, A.B., (2013), Kompozit Metalik Camlara Genel Bir Bakış, *Mühendis ve Makina*, c:54, s:640, s. 36-44, Bursa.
- [28]. Ma, L., Wang, L., Zhang, T., Inoue, A., (2002), Bulk Glass Formation of Ti-Zr-Hf-Cu-M (M= Fe, Co, Ni) alloys, *Materials transactions*, 43(2), p. 277-280.
- [29]. Inoue, A., (2000), Stabilization of Metallic Supercooled Liquid and Bulk Amorphous Alloys, *Acta Materialia*,. 48(1), p. 279-306.
- [30]. Yeh, J.W., (2013), Alloy Design Strategies and Future Trends in High-Entropy Alloys, *JOM*, 65(12), p.1759-1771.
- [31]. Senkov, O.N., Zhang, F., Miller, J.D., (2013), Phase Composition of a CrMo0.5NbTa0.5TiZr High Entropy Alloy: Comparison of Experimental and Simulated Data, *Entropy*, 15(9), 3796-3809, (September)
- [32]. Lu, Y., Dong, Y., Guo, S., Jiang, L., Kang, Y., Wang, T., Wen, B., wang, Z., Jie, J., cao, Z., Ruan, H., Li, T., (2014), A Promising New Class of High-Temperature Alloys: Eutectic High-Entropy Alloys. *Scientific Reports*, (4), 6200, 2014.
- [33]. Chou, H.P., Chang, Y.S., Chen, S.K., Yeh, J.W., (2009), Microstructure, Thermophysical and Electrical Properties in Al_xCoCrFeNi (0 < x < 2) High-Entropy Alloys. *Materials Science and Engineering B*, 163:184-189.
- [34]. Mishra Rajesh, K., Shahi, R., (2020) A systematic approach for enhancing magnetic properties of CoCrFeNiTi-based high entropy alloys via stoichiometric variation and annealing, *Journal of Alloys and Compounds*, 821 (2020) 153534.
- [35]. Duan, Y., Cui, Yul., Zhang, Bin., Ma, Guo., Tongmin, W., A novel microwave absorber of FeCoNiCuAl high-entropy alloy powders: Adjusting electromagnetic performance by ball milling time and annealing, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)33336-X.
- [36]. Yinzhe, Z., Yudao, C., Qingdong, Q., Wei. L., "Synthesis of FeCoNiCuZn single-phase high-entropy alloy by high-frequency electromagnetic-field assisted ball milling", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* xxx (xxxx) xxxx. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.166151>
- [37]. Zhao, R.F., Ren, B., Zhang, P.G., Liu, Z.X., Zhang, J.J., Effect of Co content on the phase transition and magnetic properties of Co x CrCuFeMnNi high-entropy alloy powders, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, S0304-8853(18)31927-9.
- [38]. Zuo, T., Zhang, M., Liaw, P.T., Zhang, Y., "Novel high entropy alloys of Fe_xCo_{1-x}NiMnGa with excellent soft Magnetic properties", *Intermetallics* 100 (2018) 1-8, <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.05.014>
- [39]. C. Shang , E. Axinte , W. Ge , Z., Zhang , Y., Wang, "High-entropy alloy coatings with excellent mechanical, corrosion resistance and magnetic properties prepared by mechanical alloying and hot pressing sintering", *Surfaces and Interfaces*, S2468-0230(17)30076-7, 10.1016/j.surfin.2017.06.012

- [40]. Zhiqiang Fu a,b,, Benjamin E. MacDonald a, Alexander D. Dupuy a, Xin Wang a, Todd C. Monson c, "Exceptional combination of soft magnetic and mechanical properties in a heterostructured high-entropy composite", *Applied Materials Today* 15 (2019) 590–598, <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2019.04.014>
- [41]. Mihra R.K., Shahi, R.R., "Novel Co₃₅Cr₅Fe₂₀Ni₂₀Ti₂₀ high entropy alloy for high magnetization and low coercivity", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 484 (2019) 83–87, <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.03.129>
- [42]. Inoue, A., Kong, F., "Soft Magnetic Materials" Encyclopedia of Smart Materials, doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.11725-4
- [43]. Coey, J.M.D., "Magnetism and Magnetic Materials", ISBN-13 978-0-511-67743-4
- [44]. David J, *Introduction to Magnetism And Magnetic Materials*, Encyclopedia Britannica, Fifteenth Edition 1989.DOI10.1007/978-1-4615-3868-4
- [45]. Şimşek, T. , "Zirkonyum Diborür Nano Kristal Kaplanmış Farklı Malzemelerin Mekanik ve İşlenebilirlik Özelliklerinin Araştırılması" , Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Endüstriyel Teknoloji Eğitimi, Ankara , (Temmuz 2014)
- [46]. Kush, L. , Srivastava, S., Jaiswal,Y., Anant, R., "Structural, Magnetic, and Exchange Bias Behavior of Nickel-Based Ni₂CuCrFeAl_x (x = 0.5, 1.0, 1.5, and 2.5) High-Entropy Alloys" *Journal of Materials Engineering and Performance*, (2020) 29:2256–2273, <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04791-0>
- [47]. Zhang, Y., Zhang, M., Li, D., Zuo, T., Zhou, K., Gao, M., Sun, B., Shen, T.,(2019) Compositional Design of Soft Magnetic High Entropy Alloys by Minimizing Magnetostriction Coefficient in (Fe_{0.3}Co_{0.5}Ni_{0.2})_{100-x}(Al_{1/3}Si_{2/3})_x System, *Metals* 2019, 9, 382
- [48]. Ye, Y.F., Wang, Q., Lu, J., Liu, C.T., "High-entropy alloy: challenges and prospects" *Materials Today*, 2015, <http://dx.doi.org/10.1016/j.mattod.2015.11.026>
- [49]. Xu, Y., Jiang, T., Gao, H., Chen, W., Xue, X., "The changes of surface properties and enhancement of B₂O₃ leaching ratio of boron concentrate via wet ball milling" *Powder Technology* 326 (2018) 89–100, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.12.056>
- [50]. Li, H., Yue, M., Wu, Q., Liu, W., Zhang, D., Lu, Q., "Crystal structure and magnetic properties of (Nd,Tb)₂Fe₁₄B nanoflakes prepared by surfactant-assisted ball milling", *AIP ADVANCES* 7, 056231 (2017), doi:10.1063/1.4978459
- [51]. Wei Ji, Weimin Wang, Hao Wang, Jinyong Zhang, Yucheng Wang, Fan Zhang, Zhengyi Fu, "Alloying behavior and novel properties of CoCrFeNiMn high-entropy alloy fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering" , *Intermetallics* 56 (2015): 24-27
- [52]. S. Praveen, B.S. Murty, Ravi S. Kottada, "Alloying behavior in multi-component AlCoCrCuFe and NiCoCrCuFe high entropy alloys" , *Materials Science and Engineering A* 534 (2012): 83–89
- [53]. Chung-Jin Tong, Yu-Liang Chen, Swe-Kai Chen, Jien-Wei Yeh, Tao-Tsung Shun, Chun-Huei Tsau, Su-Jien Lin, and Shou-Yi Chang, "Microstructure Characterization of Al_xCoCrCuFeNi High-Entropy Alloy System with Multiprincipal Elements" , *Metallurgical And Materials Transactions A Volume 36A*, (April 2005): 881
- [54]. K.B. Zhang ^a, Z.Y. Fu ^a, J.Y. Zhang ^a, J. Shi ^b, W.M. Wang , H. Wang ^a, Y.C. Wang ^a, Q.J. Zhang ^a , "Nanocrystalline CoCrFeNiCuAl high-entropy solid solution synthesized by mechanical alloying" , ^aState Key Laboratory of Advanced Technology for Materials Synthesis and Processing, Wuhan University of Technology, Wuhan, 430070, China, ^b College of Physics Science and Technology Wuhan university, Wuhan, 430072, China, *Journal of Alloys and Compounds* 485 (2009): L31–L34
- [55]. S. Varalakshmi, M. Kamaraj, B.S. Murty, "Synthesis and characterization of nanocrystalline AlFeTiCrZnCu high entropy solid solution by mechanical alloying" , *Journal of Alloys and Compounds* 460 (2008): 253–257
- [56]. S. Varalakshmi, M. Kamaraj, B.S. Murty, "Processing and properties of nanocrystalline CuNiCoZnAlTi high entropy alloys by mechanical alloying" , *Materials Science and Engineering A* 527 (2010): 1027–1030
- [58]. K.B. Zhang ^a, Z.Y. Fu ^a, J.Y. Zhang ^a, W.M. Wang ^a, S.W. Lee ^b, K. Niihara^c , "Characterization of nanocrystalline CoCrFeNiTiAl high-entropy solid solution processed by mechanical alloying "
- [59]. Chao Wang ^a, Wei Ji ^b , Zhengyi Fu ^b , "Mechanical alloying and spark plasma sintering of CoCrFeNiMnAl high-entropy alloy" , *Advanced Powder Technology* xxx (2014): xxx–xxx.

- [60]. P.F. Yu , L.J. Zhang a, H. Cheng , , H. Zhang , M.Z. Ma , Y.C. Li , G. Li , , P.K. Liaw , R.P. Liu, “The high-entropy alloys with high hardness and soft Magnetic property prepared by mechanical alloying and high-pressure sintering” , *Intermetallics* 70 (2016): 82-87.
- [61]. Vikas Shivam*, Joysurya Basu, Yagnesh Shadangi, Manish Kumar Singh, N.K. Mukhopadhyay, “Mechano-chemical synthesis, thermal stability and phase evolution in AlCoCrFeNiMn high entropy alloy” , *Journal of Alloys and Compounds* 757 (2018): 87-97.
- [62]. Alijani, F., Reihanian, M., Gheisari, Kh., Study on phase formation in magnetic FeCoNiMnV high entropy alloy produced by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)33444-3.
- [63]. Mishra, R.K., Shahi, R.R., Effect of Annealing Conditions and Temperatures on Phase Formation and Magnetic Behaviour of CrFeMnNiTi High Entropy Alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, S0304-8853(18)30546-8.
- [64]. Zhang, H., Yang, Y., Liu, L., Chen, C., Wang, T., Wei, R., Zhang, T., Dong, Y., Li, F., (2019), A novel FeCoNiCr0.2Si0.2 high entropy alloy with an excellent balance of mechanical and soft magnetic Properties, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 478 116–121
- [65]. Zhang, H., Sun, X., Lu, S., Dong, Z., Ding, X., Wang, Y., Vitos, L., (2018) Elastic properties of Al_xCrMnFeCoNi (0 ≤ x ≤ 5) high-entropy alloys from ab initio theory, *Acta Materialia*, doi: 10.1016/j.actamat.2018.05.050.
- [66]. Wang, J., Li, J., Wang Jun, Bu, F., Kou, H., Li, C., Zhang, P., Beaunon, E., Effect of Solidification on Microstructure and Properties of FeCoNi(AlSi)0.2 High-Entropy Alloy Under Strong Static Magnetic Field, *Entropy* 2018, 20, 275; doi:10.3390/e20040275.
- [67]. Wang, W., Li, B., Zhai, S., Xu, J., Niu, Z., Xu Jing, Wang, Y., Alloying Behavior and Properties of FeSiBAlNiCox High Entropy Alloys Fabricated by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering, *Metals and Materials International*, <https://doi.org/10.1007/s12540-018-0047-1>.
- [68]. Zhang, B., Duan, Y., Cui, Y., Ma, G., Wang, T., Dong, X., Improving electromagnetic properties of FeCoNiSi0.4Al0.4 high entropy alloy powders via their tunable aspect ratio and elemental uniformity, *Materials & Design*, S0264-1275(18)30290-9, doi:10.1016/j.matdes.2018.04.018.
- [69]. Vrtenik, S., Guo, S., Sheikh, S., Jelen, A., Kozelj, P., Luzar, J., Kocjan, A., Jaglicic, Z., Meden, A., Guim, H., Kim, H.J., Dolinsek, J., Magnetism of CoCrFeNiZrx eutectic high-entropy alloys, *Intermetallics* 93 (2018) 122–133
- [70]. Tong, Y., Velissa, G., Zhao, S., Guo, W., Yang, T., Jin, K., Lu, H.B., Ko, J.Y.P. Ko, Pagan, D.C., Zhang, Y., Whang, L., Zhang, F.X., (2018) Evolution of local lattice distortion under irradiation in medium- and high-entropy alloys, *Materialia*, S2589-1529(18)30032-2.
- [71]. Sarlar, K., Tekgöl, A., Kucuk, İ., (2019) Magnetocaloric properties in a FeNiGaMnSi high entropy alloy, *Current Applied Physics*, S1567-1739(19)30251-2.
- [72]. Sahu, P., Solanki, S., Dewangan, S., Kumar, V., (2019), Microstructure and magnetic behavior of FeCoNi(Mn-Si)_x (x = 0.5, 0.75, 1.0) high-entropy alloys, *Journal of Materials Research*, Doi: 10.1557/jmr.2019.34.
- [74]. Qin, G., Xue, W., Fan, C., Chen, R., Wang, L., Su, Y., Ding, H., Guo, J., (2017), Effect of Co content on phase formation and mechanical properties of (AlCoCrFeNi)_{100-x}Cox high-entropy alloys, *Materials Science & Engineering A*, S0921-5093(17)31415-6.
- [74]. Na, S.M., Lambert, P.K., Kim, H., Paglione, J., Jones, N.J., Thermomagnetic properties and magnetocaloric effect of FeCoNiCrAl-type high-entropy alloys, *AIP Advances* 9, 035010 (2019), <https://doi.org/10.1063/1.5079394>.
- [75]. Mishra, R.K., Sahay, P.P., Shahi, R.R., (2018), Alloying, magnetic and corrosion behavior of AlCrFeMnNiTi high entropy alloy, *J Mater Sci*, <https://doi.org/10.1007/s10853-018-3153-z>.
- [76]. Li, Z., Gu, Y., Pan, M., Wang, C., Wu, Z., Hou, X., Tan Xiaohua, Xu, H., Tailoring AC magnetic properties of FeCoNi(MnSi)_x (0 ≤ x ≤ 0.4) high-entropy alloys by the addition of Mn and Si elements, *Journal of Alloys and Compounds* 792 (2019) 215e221.
- [77]. Li, Z., Gu Yong, Whang, C., Pan, M., Zhang, H., Wu, Z., Hou, X., Tan, X., Xu, H., Microstructure and magnetic properties of the FeCoNi(CuAl)0.8Ga0.06 high-entropy alloy during the phase transition, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)34367-6.

- [78]. Zhong, Li., Hui, X., Yong, G., Minxiang, P., LinYE, Y., Xiaohua, T., Xueling, H., Correlation between the magnetic properties and phase constitution of FeCoNi(CuAl) $_{0.8Gax}$ ($0 \leq x \leq 0.08$) high-entropy alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)30640-6.
- [79]. Kulkarni, R., Murty, B.S., Srinivas, V., Study of microstructure and magnetic properties of AlNiCo(CuFe) high entropy alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)30770-9.
- [80]. Jin, X., Gu, X., Quan, F., Ran, X., Zhang, K., Mao, A., CoCrFeMnNi high-entropy alloy powder with excellent corrosion resistance and soft magnetic property prepared by gas atomization method, *Materialwiss, Werkstofftech*, 2019, 50, 837–843.
- [81]. Huang, S., Vida, A., Heczal, A., Holmström, E., Vitos, L., Thermal Expansion, Elastic and Magnetic Properties of FeCoNiCu-Based High-Entropy Alloys Using First-Principle Theory, *JOM*, Vol. 69, No. 11, 2017, DOI: <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2565-6>.
- [82]. Fu, Z., Macdonald, B.E., Monson, T.C., Zheng, B., Chen, W., Lavernia, E.J., Influence of heat treatment on microstructure, mechanical behavior, and soft magnetic properties in an fcc-based Fe₂₉Co₂₈Ni₂₉Cu₇Ti₇ high-entropy alloy, *Materials Research Society* 201, DOI: <https://doi.org/10.1557/jmr.2018.161>.
- [83]. Huang, S., Li, W., Holmström, E., Vitos, L., Strengthening Induced by MagnetoChemical Transition in Al-Doped Fe-Cr-Co-Ni High-Entropy Alloys, *American Physical Society*, DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.10.064033>.
- [84]. Dong, Y., Lu, Y., Microstructure and Mechanical Properties of CoCrFeNi₂Al_{1-x}W_x High Entropy Alloys, *Arabian Journal for Science and Engineering*, <https://doi.org/10.1007/s13369-018-3297-9>.
- [85]. Huo, J., Wang, J.Q., Wang, W.H., Denary high entropy metallic glass with large magnetocaloric effect, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(18)34020-9.
- [86]. Vrteni, S., Luznik, J., Kozelj, P., Jelen, A., Luzar, J., Krnel, M., Jaglicic, Z., Feuerbacher, M., Dolinsek, J., Magnetic phase diagram and magnetoresistance of Gd-Tb-Dy-Ho-Lu hexagonal high-entropy alloy, *Intermetallics* 105 (2019) 163–172.
- [87]. Cieslak, J., Tobola, J., Reissner, M., The effect of bcc=fcc phase preference on Magnetic Properties of Al_xCrFeCoNi high entropy alloys, *Intermetallics* 118 (2020) 106672.
- [88]. Chaudhary, V., Soni, V., Gwalani, B., Ramanujan, R.V., Banerjee, R., Influence of non-magnetic Cu on enhancing the low temperature magnetic properties and Curie temperature of FeCoNiCrCu(x) high entropy alloys, *Scripta Materialia* 182 (2020) 99–103.
- [89]. Chattopadhyay, C., Prasad, A., Murty, B.S., Phase prediction in high entropy alloys – A kinetic approach, *Acta Materialia*, S1359-6454(18)30353-7.
- [90]. Aliyu, A., Srivastava, C., Microstructure and corrosion properties of MnCrFeCoNi high entropy alloy-graphene oxide composite coatings, *Department of Materials Engineering, Indian Institute of Science, Bangalore 560012, India, Materialia* 5 (2019) 100249.
- [91]. Shivam, V., Shadangi, Y., Basu, J., Mukhopadhyay, N.K., Evolution of phases, hardness and magnetic properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy processed by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(20)31189-0.
- [92]. Zhao, C., Li, J., He, Y., Wang, J., Wang, W.Y., Kou, H., Wang, J., Effect of strong magnetic field on the microstructure and mechanical magnetic properties of AlCoCrFeNi high-entropy alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 820 (2020) 153407.
- [93]. Yingzhe, Z., Yudao, C., Qingdong, Q., Wei, L., Synthesis of FeCoNiCuZn single-phase high-entropy alloy by high-frequency electromagnetic-field assisted ball milling, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 0304-8853 (2019) 166151.
- [94]. Shkodich, N.F., Spasova, M., Farle, M., Kovalev, D.Yu., Nepapushev, A.A., Kuskov, K.V., Vergunova, YU.S., Scheck, Yu.B., Rogachev, A.S., Structural evolution and Magnetic properties of high-entropy CuCrFeTiNi alloys prepared by high-energy ball milling and spark plasma sintering, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(19)33857-5.
- [95]. Na, M.S., Yoo, J.H., Lambert, P.K., J., *Room-temperature Ferromagnetic Transitions and The Temperature Dependence of Magnetic Behaviors in FeCoNiCr-Based High-Entropy Alloys*, *AIP Advances* 8, 056412 (2018).

- [96] Stepanav, N.D., Yurchenko, N. Yu., Tikhonovsky, M.A., Salishchev, G.A., *Effect of Carbon Content and Annealing on Structure and Hardness of The CoCrFeNiMn-Based High Entropy Alloys*, *Journal of Alloys and Compounds*, S0925-8388(16)31827-8.
- [97]. Avar, B., Simşek, T., Ozcan, S., Cahttopadhyay, A.K., Kalkan, B., "Structural stability of mechanically alloyed amorphous (FeCoNi)₇₀Ti₁₀B₂₀ under high-temperature and high-pressure" *Journal of Alloys and Compounds* 860 (2021) 158528, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158528>
- [98]. Fan, X., Guan, J., Cao, X. F., Wang, W. and Mou, F. Z., "Low-Temperature Synthesis, Magnetic and Microwave Electromagnetic Properties of Substoichiometric Spinel Cobalt Ferrite Octahedra", *Eur. J. Inorg. Chem.*, 419-426, (2010).
- [99]. <http://www.geocities.ws/kirikalemikroskop/tem100.html>
- [100]. Saribel M. "SnO Nanopartiküllerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Fotokatalitik Aktivitesinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, (Temmuz 2017)
- [101]. Bayram Yeşilbaş, "Seyreltik Manyetik Yarı İletken Malzemelerin Sentezlenmesi Ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, Fizik Anabilim Dalı, İstanbul, (Şubat 2016),
- [102]. Takeuchi, A. and A. Inoue, "Classification of Bulk Metallic Glasses by Atomic Size Difference, Heat of Mixing and Period of Constituent Elements and Its Application to Characterization of the Main Alloying Element". *Materials Transactions*, 2005. 46(12): p. 2817-2829.
- [103]. B. Avar, S. Ozcan, Characterization and amorphous phase formation of mechanically alloyed Co₆₀Fe₅Ni₅Ti₂₅B₅ powders, *Journal of Alloys and Compounds* (2015),
- [104]. Abbasi, S., Eslamizadeh, H., Raanei, H., "Study of synthesis, structural and Magnetic Properties of nanostructured (Fe₆₇ Ni₃₃)₇₀ Ti₁₀ B₂₀ alloy", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 451 (2018) 780–786, <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.12.015>
- [105]. Neamtu, B.V., Chicinas, H.F., Marinca, T.F., Isnard, O., Chicinas, I., "Preparation and characterisation of Co–Fe–Ni–M–Si–B (M = Zr, Ti) amorphous powders by wet mechanical alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, (2016), doi: 10.1016/j.jallcom.2016.02.233
- [106]. Khajepour, M., Sharifi, S., "Structural and magnetic properties of nanostructured Fe₅₀(Co₅₀)–6.5 wt%Si powder prepared by high energy ball milling", *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 7729–7737, 10.1016/j.jallcom.2011.04.095
- [107]. Kaouther, Z., Khitouni, M., Escoda, L., Saurina, J., Suñol, J.J., Llorca-Isern, N., and Chemingui, M., "Microstructural and Magnetic Behavior of Nanocrystalline Fe-12Ni-16B-2Si Alloy Synthesis and Characterization." *Metals* 11, no. 11 (2021): 1679.
- [108]. Prasad, Niheeth, Kr., Kumar, V., "Microstructure and magnetic properties of equiatomic FeNiCo alloy synthesized by mechanical alloying", *J Mater Sci: Mater Electron* (2015) 26:10109–10118, DOI 10.1007/s10854-015-3695-7
- [109]. Nasibi, S.h., Shorollahi, H., Karimi, L., Janghorban, K., "Investigation of structural, microstructural and magnetic properties of mechanically alloyed amorphous/nanocrystalline Fe_{32.5}Co_{32.5}Nb₃₅ powders", *Powder Technology* 228 (2012) 404–409, doi:10.1016/j.powtec.2012.05.059
- [110]. Rath, A., Meka, Vamsi, M., Jayaraman, Tanjore, V., "Synthesis of nanocrystalline equiatomic nickel-cobalt-iron alloy powders by mechanical alloying and their structural and magnetic characterization", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* (2018), <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.09.002>
- [111]. Prasad N, Kumar V., Structure–magnetic properties correlation in mechanically alloyed nanocrystalline Fe–Co–Ni–(Mg–Si)_x alloy, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, (2016), 10136-10146, 27(10)
- [112]. Sunol, J.J., Güell, J.M., Bonastre, J., Alleg, S., "Structural study of nanocrystalline Fe–Co–Nb–B alloys prepared by mechanical alloying" *Journal of Alloys and Compounds* 483 (2009) 604–607, 10.1016/j.jallcom.2008.07.212
- [113]. Baghbaderani, H. Ahmadian, Sharafi, S., Chermahini, M. Delshad, "Investigation of nanostructure formation mechanism and magnetic properties in Fe₄₅Co₄₅Ni₁₀ system

- synthesized by mechanical alloying”, *Powder Technology* 230 (2012) 241–246, <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2012.07.039>
- [114]. Sahu, P., Bagri, A.S., Anoop, M.D., Kumar, M., Kumar, V., “Impact of Si and Mg on Microstructural and Magnetic Behavior of Fe-Co-Ni (Mg-Si)_x (x = 0.00,0.1,0.2) Multicomponent Alloys”, *silicon* (2019) <https://doi.org/10.1007/s12633-019-00182-w>
- [115]. Yanping Shen, Huey Hoon Hng, Joo Tien Oh, Synthesis and characterization of high-energy ball milled Ni–15%Fe–5%Mo, *Journal of Alloys and Compounds* 379 (2004) 266–271
- [116]. Raanei, H., Fakhrae, M., “Synthesis and characterization of nanocrystalline Co-Fe-Nb-Ta-B alloy”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 438 (2017) 144–151, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.04.080>
- [117]. Rath, A., Jayaraman, Tanjore, V., “Structure and Magnetic Properties of a Medium-Entropy Fe₄₆Co₃₄Ni₂₀ Alloy Powder”, Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2019, *The Minerals, Metals & Materials Series*, https://doi.org/10.1007/978-3-030-05749-7_14
- [118]. Ghasemi, A., Zamani, Kh., Tavoosi, M., Gordani, Gh.R., “Enhanced Soft Magnetic Properties of CoNi-Based High Entropy Alloys”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* <https://doi.org/10.1007/s10948-020-05579-y>
- [119]. Shokrollahi. H., “The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying”, *Materials and Design* 30 (2009) 3374–3387, doi:10.1016/j.matdes.2009.03.035
- [120]. Khitouni, N., Daly, R., Escoda, L., Sunol, J.J., Dammak, M., Khitouni, M., “The Effect of B and Si Additions on the Structural and Magnetic Behavior of Fe-Co-Ni Alloy Prepared by High-energy Mechanical Milling”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* <https://doi.org/10.1007/s10948-020-05500-7>
- [121]. Yuping Duana, Xin Wena, Bin Zhanga, Guojia Mab, Tongmin Wang, Optimizing the electromagnetic properties of the FeCoNiAlCr_x high entropy alloy powders by composition adjustment and annealing treatment, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 497 (2020) 165947
- [122]. Łukasz Rogal , Zbigniew Szklarz, Piotr Bobrowski, Damian Kalita, Grzegorz Garzeł, Anna Tarasek, Marcin Kot, Maciej Szlezzynger, Microstructure and Mechanical Properties of Al–Co–Cr–Fe–Ni Base High Entropy Alloys Obtained Using Powder Metallurgy, *Metals and Materials International*, 10.1007/s12540-018-00236-5
- [123]. M.A. Nowroozi, H. Shokrollahi, The effects of milling time and heat treatment on the microstructural and magnetic behavior of Fe₄₂Ni₂₈Zr₈Ta₂B₁₀C₁₀ synthesized by mechanical alloying, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 335 (2013) 53–58
- [124]. R. Besmel, M. Ghaffari, H. Shokrollahi, B. Chitsazan, L. Karimi, Influence of milling time on the structural, microstructural and Magnetic properties of mechanically alloyed Ni₅₈Fe₁₂Zr₁₀Hf₁₀B₁₀ nanostructured/ amorphous powders, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323 (2011) 2727–2733
- [125]. Ying Long , Jintao Che , Zong Wu , Hua-Tay Lin , Fenglin Zhang, High entropy alloy borides prepared by powder metallurgy process and the enhanced fracture toughness by addition of yttrium, *Materials Chemistry and Physics* 257 (2021) 123715
- [126]. Lu, W., Xu, Y., Shi, J., Song, Y., Li, X., “Soft magnetic properties and giant magnetoimpedance effect in thermally annealed amorphous Co₆₈Fe₄Cr₃Si₁₅B₁₀ alloy ribbons” *J. Alloys Compd.* 638, 233–238 (2015)
- [127]. Fish, G.E., “Soft Magnetic Materials” Proceedings Of The Ieee, Vol. 78, No. 6, June 1990 *IEEE* 78, 947–972 (1990)
- [128]. G. Herzer, “Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials Giselher Herzer”, *Acta Mater.* 61, 718–734 (2013)
- [129]. Hamzaoui, R., Elkedim, O., Fenineche, N., Gaffet, E., Craven, J., “Structure and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-10% Ni and Fe-20% Ni”, *Materials Science and Engineering A* 360 (2003) 299–305.
- [130]. Loudjani, N., Gouasmia, T., Bououdina, M., Bobet, J.L., “Phase formation and magnetic properties of nanocrystalline Ni₇₀Co₃₀ alloy prepared by mechanical alloying”, *Journal of Alloys and Compounds* 846 (2020) 156392, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156392>

- [131]. Chermahini M.Delshad, Sharifi, S., Shorollahi, H., Zandrahimi, M., Sahfyei, A., "The evolution of heating rate on the microstructural and magnetic properties of milled nanostructured Fe_{1-x}Cox (x = 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 and 0.7) powders", *Journal of Alloys and Compounds* 484 (2009) 54–58, 10.1016/j.jallcom.2009.05.055
- [132]. Behvandi, A., Shokrollahi, H., Chitsazan, B., Ghaffari, M., "Magnetic and structural studies of mechanically alloyed nanostructured Fe₄₉Co₄₉V₂ powders", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 322 (2010) 3932–3937
- [133]. Bahrami, A.H., Sharafi, S., Baghbaderani, H.Ahmadian., "The effect of Si addition on the microstructure and magnetic properties of Permalloy prepared by mechanical alloying method", *Advanced Powder Technology, Volume 24, Issue 1, January 2013, Pages 235-241*
- [134]. Ares, J.R, Cuevas, F., Percheron-Guegan, A., "Mechanical milling and subsequent annealing effects on the microstructural and hydrogenation properties of multisubstituted LaNi₅ alloy", *Acta Materialia* 53 (2005) 2157–2167