



**T.C.
YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MEKATRONİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**DEMİR NİKEL ESASLI METALİK CAM ALAŞIMIN ($\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$)
FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN ISIL İŞLEM SONUCU FMR TEKNİĞİ
İLE İNCELENMESİ**

ALİ PEHLİVANLI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman: Prof. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ

AĞUSTOS – 2023

YOZGAT

T.C.
YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MEKATRONİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DEMİR NİKEL ESASLI METALİK CAM ALAŞIMIN
(Fe₃₉Ni₃₉Mo₄Si₆B₁₂) FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN ISIL İŞLEM
SONUCU FMR TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

ALİ PEHLİVANLI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman: Prof. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ

Bu çalışma Yozgat Bozok Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri
(BAP) Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2022-1048 kodu ile
desteklenmiştir.

AĞUSTOS– 2023

YOZGAT

	YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ LİSANSÜSTÜ TEZ ONAY FORMU
---	---

T.C.

YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Enstitümüzün Mekatronik Mühendisliği Anabilim Dalı Tezli Yüksek Lisans Programı öğrencisi Ali Pehlivanlı'nın hazırladığı “**Demir Nikel Esaslı Metalik Cam Alaşımın ($\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$) Fiziksel Özelliklerinin Isıl İşlem Sonucu FMR Tekniği ile İncelenmesi**” başlıklı tezi ile ilgili tez savunma sınavı, Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği'nin ilgili maddeleri gereğince 21/08/2023 Pazartesi günü saat 11:00'da yapılmış, tezin onayına oy birliği ile karar verilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Zakir TAŞ

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ

(Danışman)

Jüri Üyesi : Prof. Dr. Dilber Esra YILDIZ

ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulu'nun/...../..... tarih vesayılı Enstitü Yönetim Kurulu Kararı ile onaylanmıştır.

...../...../.....

Prof. Dr. Hasan Güner BERKANT

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdığı yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan eder, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Ali PEHLİVANLI

21/08/2023

ÖN SÖZ

Bu çalışmada Düzlem Akışlı Döküm Metodu (Planar Flow Casting Method) kullanılarak amorf yapıda elde edilen Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ 'ın manyetik özellikleri ısıtılma işlemi uygulandıktan sonra FMR tekniği ile incelendi. Numunenin ısıtılmamış metalik camı yapısı, 1 dakika, 5 dakika ve 30 dakika ısıtılma işlemi tabii tutulduktan sonraki manyetik değişimleri gözlemlendi. Ayrıca bu değişimlerin XRD, XRF ve sertlik ölçümleri ile de paralel olduğu grafik ve şekillerle sunulmuştur. Metalik camların özellikle elektrik, elektronik alanda kristal yapıya aynı kompozisyonlu malzemelerden daha kullanışlı ve verimli olduğu bu çalışma ile de ispatlanmış oldu. Isıtılma işlemleriyle amorf yapıdan kristale götürdüğümüz bu malzemenin ($\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$) manyetik özelliklerindeki değişim özellikle kristal yapıya geçişten daha avantajlı olduğu görülmüştür.

Bu tez çalışması; Yozgat Bozok Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2022-1048 kodu ile desteklenmiştir.

Ali PEHLİVANLI

21/08/2023

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

DEMİR NİKEL ESASLI METALİK CAM ALAŞIMIN ($\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$) FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN ISIL İŞLEM SONUCU FMR TEKNİĞİ İLE İNCELENMESİ

ALİ PEHLİVANLI

YOZGAT BOZOK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
MEKATRONİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. RECEP ŞAHİNGÖZ

Bu çalışmada öncelikle metalik camın tarihi akışı verildi. Literatür çalışmaların desteği ile FMR tekniğine uygun olan $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ tercih edildi. FMR çalışmalarına başlamadan önce malzemenin XRD ve XRF değerleri her bir ısıtım işlemi için (Isıtılmamış, 1 dakika, 5 dakika, 30 dakika ısıtılmış) grafikleri elde edilmiş ve malzemenin içindeki her bir elementin varlığı görülmüştür.

Amorf tan kristale doğru bu sıralanış SEM görüntüleriyle de çalışmada sunulmuştur. Her ısıtım işlemin Vickers sertlik değerleri alındı ve sertlik değerlerinin ısıtım işlemler neticesinde arttığı gözlemlendi. Isıtım işlemi neticesindeki değişimin manyetik özelliklerine de yansıtacağı düşünüldüğü için yapılan bu çalışmada FMR tekniği kullanılmıştır. Bu teknikte numunelerin her birine manyetik alan 0° - 180° aralığında uygulanmıştır ve değişim grafikleriyle gözlenmiştir. Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ 'nin manyetik sensör ve verici kullanımında önemli bir yer tutacağı deneylerle gözlemlenmiş ve ispatlanmıştır.

2023, xiv + 44 Sayfa

Anahtar Kelimeler: SEM, XRD, FMR, Metalik cam, Isıtım işlemi

ABSTRACT

MASTER THESIS

INVESTIGATION OF THE PHYSICAL PROPERTIES OF IRON NICKEL BASED METALLIC GLASS ALLOY ($\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$) BY FMR TECHNIQUE AS A RESULT OF HEAT TREATMENT

ALİ PEHLİVANLI

**YOZGAT BOZOK UNIVERSITY
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES
DEPARTMENT OF MECHATRONICS ENGINEERING**

SUPERVISOR: PROF. DR. RECEP ŞAHİNGÖZ

In this study, firstly, the historical flow of metallic glass is given. With the support of the literature studies, $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$, which is suitable for the FMR technique, was preferred. Before starting the FMR studies, the XRD and XRF values of the material were graphed for each heat treatment (unheated, 1 minute, 5 minutes, 30 minutes heated) and the presence of each element in the material was observed.

SEM images of this order from amorphous to crystal are also presented in this study. Vickers hardness values of each heat treatment were taken, and it was observed that the hardness values increased as a result of heat treatments. FMR technique was used in this study, which was carried out considering that the change as a result of heat treatment will also be reflected in the magnetic properties. In this technique, a magnetic field was applied to each of the samples in the range of 0° - 180° and change was observed with differentiation graphs. It has been observed and proven by experiments that metallic glass $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ will occupy an important place in the use of magnetic sensors and actuators.

2023, xiv + 44 Pages

Keywords: SEM, XRD, FMR, Metallic glass, Heat treatment

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans ve tez çalışması boyunca değerli yardım ve yönlendirmelerinden dolayı tez danışmanım Prof. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ'e, değerli zamanlarını ayırarak tezimin jürisine katılan, tezimi geliştirici fikir ve önerilerle katkı sunan Prof. Dr. Zakir TAŞ ve Prof. Dr. Dilber Esra YILDIZ'a, çalışmalarımı yürütürken yardımlarını esirgemeyen hocam Prof. Dr. Hatice KANBUR ÇAVUŞ'a teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarında katkılarından dolayı Gebze Teknik Üniversitesi Araştırma Laboratuvarları'na ve YOBU Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne teşekkür ederim.

Yüksek lisans sürecinde ve hayatımın her anında maddi ve manevi katkılarıyla, sabır ve anlayışları sebebiyle eşim ve aileme teşekkürlerimi bir borç bilirim.



İÇİNDEKİLER

Sayfa

TEZ ONAY SAYFASI	ii
TEZ BEYANI.....	iii
ÖNSÖZ.....	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	vii
İÇİNDEKİLER.....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLER LİSTESİ	xi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiii
1. GİRİŞ	1
2. METALİK CAM, ÜRETİM TEKNİKLERİ VE TEKNİK ÖZELLİKLERİ.....	3
2.1. Metalik Cam ve Tarihi Gelişimi.....	3
2.2. Metalik Camların Teknik Özellikleri	4
2.2.1. Metalik Camın Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri	4
2.3. Genel Manyetik Özellikler	7
2.3.1. Metalik Cam Uygulama Alanları	9
2.4. Metalik Camların Üretim Teknikleri.....	10
2.4.1. Metalürjik İşlemler.....	11
2.4.1.1. Kalıp Dökümü.....	11
2.4.1.2. Santrifüj Kalıp Dökümü	11
2.4.1.3. Emme Döküm	12
2.4.1.4. Uyaran ile Soğutma	12
2.4.1.5. Melt Spinning-Düzlem Akışlı Döküm Metodu (Planar Flow Casting Method).....	12
2.4.2. Mikro Teknolojik İşlemler	13
3. MATERYAL VE YÖNTEM	14

Sayfa

3.1. XRD Yöntemi.....	14
3.2. SEM Yöntemi.....	16
3.3. XRF Yöntemi.....	16
3.4. Vickers Sertlik Ölçüm Sistemi.....	16
3.5. FMR Yöntemi.....	18
3.5.1. FMR Spektrumda Teorik Model.....	20
3.5.1.1. Zeeman Enerjisi.....	20
3.5.1.2. Dimanyetizasyon Enerjisi.....	20
3.5.1.3. Anizotrop Enerjisi.....	20
4. BULGULAR.....	23
4.1. XRD Analizi.....	23
4.2. SEM Analizi.....	25
4.3. XRF Analizi.....	28
4.4. Vickers Sertlik Analizi.....	29
4.5. FMR Analizi.....	32
5. TARTIŞMA	39
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	40
7. KAYNAKLAR.....	42

TABLÖLAR LİSTESİ

Tablo

Sayfa

Tablo 2.1. Metalikcamların kristal yapıli malzemelerle karşılaştırılması.....5

Tablo 4.1. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camının Vickers sertlik ölçüm değeri.....30



ŞEKİLLER LİSTESİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1. SiO ₂ kristal ve cam yapısı.....	5
Şekil 2.2. Tipik Histeresis Eğrisi.....	9
Şekil 2.3. Santrifüj döküm düzeneğinin şematik diyagramı erimiş alaşım enjeksiyon sistemi.....	11
Şekil 2.4. a) Melt Spinning tekniğinin şematik diyagramı b) Düzlem akışlı döküm metodunda nozül yarık şeklindedir.....	13
Şekil 3.1. Bir kristalde X-Işını kırınımı.....	15
Şekil 3.2. Vickers a) piramit uç ve b) izi.....	17
Şekil 3.3. $H=H_0$ statik manyetik alanındaki $s=1/2$ olan bir elektronun enerji seviyesinin yarılması.....	19
Şekil 3.4. FMR cihazı X BAND JEOL - JES-FA300 Elektron Spin Rezonans Spektrometresi.....	19
Şekil 3.5. Numune geometrisine ve numunenin uygulanan sabit manyetik alan H' 'ye göre M durgun manyetik alan.....	22
Şekil 4.1. Isıtılmamış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın XRD grafiği.....	23
Şekil 4.2. 500°C'de 1 dakika ısıtılmış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın XRD grafiği.....	24
Şekil 4.3. 500°C'de 5 dakika ısıtılmış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın XRD grafiği.....	24
Şekil 4.4. 500°C'de 30 dakika ısıtılmış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın XRD grafiği.....	24
Şekil 4.5. (a, b) Isıtılmamış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın SEM görüntüleri.....	25
Şekil 4.6. (a, b, c, d) 500°C'de 1 dakika ısıtılmış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın SEM görüntüleri.....	25
Şekil 4.7. (a, b, c, d) 500°C'de 5 dakika ısıtılmış Fe ₃₉ Ni ₃₉ Mo ₄ Si ₆ B ₁₂ metalik camın SEM görüntüleri.....	26

Şekil 4.8. (a, b, c, d, e, f) 500°C’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri.....	27
Şekil 4.9. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın bolluk miktarına göre XRF ile edilen kimyasal içerik.....	29
Şekil 4.10. (a, b) Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.....	29
Şekil 4.11. (a, b) 500°C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.....	30
Şekil 4.12. (a, b) 500°C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.....	30
Şekil 4.13. 500°C’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüsü.....	30
Şekil 4.14. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Sertlik Değişimi-Isıl İşlem Süresi.....	31
Şekil 4.15. Kristalleşme, taneleşme.....	31
Şekil 4.16. Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.....	33
Şekil 4.17. 500°C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.....	33
Şekil 4.18. 500°C’de 5 dakika ısıtılmış metalik camın FMR spektrumu.....	34
Şekil 4.19. 500°C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.....	34
Şekil 4.20. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (ısıtılmamış numunede).....	35
Şekil 4.21. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500 °C’de 1 dakika ısıtılmış numunede).....	35
Şekil 4.22. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500°C’de 5 dakika ısıtılmış numunede).....	36

Şekil 4.23. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500°C 'de 30 dakika ısıtılmış numunede).....	36
Şekil 4.24. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın a) Isıtılmamış, b) 500°C 'de 1 dakika ısıtılmış, c) 500°C 'de 5 dakika ısıtılmış ve d) 500°C 'de 30 dakika ısıtılmış numunelerin şiddet-manyetik alan grafikleri.....	37



SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklamalar
$T_c - \Theta_c$	: Curie sıcaklığı
μ	: Manyetik geçirgenlik
H_c	: Koersivite
M_s	: Doyum mıknatıslanması
M_r	: Mıknatıslanma
K	: Kelvin
σ	: Çekme-Kırılma mukavemeti
E	: Young modülü
χ	: Manyetik alınganlık
B	: Manyetik alan
H	: Manyetik alan şiddeti
λ	: Dalga boyu
HV	: Vickers sertlik değeri
F	: Uygulanan yük
N/mm^2	: Newton/milimetrekaare
ω	: Frekans

Kısaltmalar	Açıklamalar
FMR	: Ferromanyetik Rezonans
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope)
XRD	: X Işınları kırınım
XRF	: X-Işını Floresans

1. GİRİŞ

Teknolojik ilerleme elektrik, termal, fizik, manyetik ve mekanik özellikleri iyileştirilmiş yeni malzemelere ihtiyacı arttırmaktadır. Metalik camlar olarak bilinen amorf alaşımlar, izotropik yapıları sebebiyle gelişmiş mekanik, elektriksel, manyetik ve korozyon önleyici özelliklerinden dolayı çok sayıda araştırmanın konusu olmuştur. Bu malzemelerin yapısını anlamak, uzun süredir çözülmemiş bir gizemdir. Kristal yapılardan farklı olarak, tane sınırlarının olmaması nedeniyle metalik camlar yüksek sertlik, mükemmel mukavemet, yüksek elastik gerilme ve korozyon önleyici olağanüstü özellikler göstermektedir.

Metalik camlarla ilgili çalışmalar hızla devam etmektedir. Araştırmacıların en büyük problemi amorf yapıların teknik özelliklerinin bilinirliği ve üretim metotlarına bağlı veya bağlı olmaksızın üstün teknik özelliklerinin ve bu özelliklerinin kontrol edilebilirliği ile kullanım alanlarının tespiti ve artırılmasıdır. Özellikle kristalin çok küçülmesiyle manyetik kayıpların azaltılabileceği bulunmuştur (Şahingöz, vd. 2004). Amorf yapı ile kristale geçiş aşamalarında bu kayıpların tespiti görülmüştür.

Bu çalışmada kullanılan metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ özel alaşımın tercih edilmesinin sebebi FMR (Ferromanyetik Rezonans) tekniğine uygun olması, yüksek manyetik geçirgenlik (μ), düşük koersivite (H_c), yüksek doyum mıknatıslanması (M_s), düşük manyetik kayıp katsayısına sahip olması aynı zamanda kalıcı mıknatıslanma (M_r) değerlerine sahip olmasıdır.

Tezin ikinci bölümünde metalik cam ve tarihi gelişimi ile en çok kullanılan üretim metotları, özellikle de Sıvı Metal Savunma Metodu ve Düzlemsel Akışlı Döküm Metodu (Melt Spinning ve Planar Flow Casting Method) anlatıldı. Metalik cam, kristal yapıyı yumuşak manyetik malzeme ile kıyaslandı. Metalik camların teknik özellikleri ve günümüzdeki uygulama alanları bu bölümde verildi. Ayrıca genel manyetik özellikler hakkında bilgi verildi.

Tezin üçüncü bölümünde metalik cam numunemizin yapısal özelliklerini belirlemek için kullanılan gereç ve yöntemler anlatıldı. XRD, SEM, El Tipi XRF cihazı ve FMR Spektrometresi kullanıldı. Bu cihazların çalışma prensipleri ve kullanılan cihazlara ait bilgiler verildi.

Tezin dördüncü bölümünde FMR (Ferro-Manyetik Rezonans) tekniğine uygun Düzlemsel Akışlı Döküm Metodu ile üretilmiş ve bu çalışmanın konusu metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$

ile üçüncü bölümde anlatılan gereçlerle yapılan çalışmalar sonucu elde edilen bulgular anlatılmıştır. FMR çalışmalarına başlamadan önce malzemenin XRD ve XRF değerleri her bir ısıtım işlem için sırasıyla ısıtılmamış metalik cam, 500°C’de; 1 dakika, 5 dakika, 30 dakika için grafiklerle verildi. Malzemenin içindeki her bir elementin varlığı test edildi. Isıtım süreleri özellikle amorf yapıdan kristal yapıya doğru geçişin hatta faz dönüşümlerinin olduğu süreler olarak tespit edilmiştir. 500°C sabit sıcaklık ise $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik cam Curie sıcaklığı (270°C) üzerinde bir değer olarak uygulanmıştır.

Amorftan kristalleşmeye doğru bu geçişin SEM görüntüleri de çalışmada sunulmuştur. Her ısıtım işlemin sonucu oluşan değişim malzemenin sertliğinde de gözlenmiş ve Vickers sertlik değerlerine bakılmıştır. Isıtım işlem neticesindeki değişimin manyetik özelliklerine de yansıtacağı bilimsel gerçeği FMR tekniği ile ölçülmüş ve grafiklerle gösterilmiştir. Bu teknikte numunelerin her birine manyetik alan 0°-180° aralığında uygulanmıştır. Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ malzemenin sıcaklığa duyarlı ve manyetik alan değişimine duyarlı Manyetik sensör ve actuator kullanımında önemli bir yer tutacağı deneylerle gözlemlenmiş ve ispatlanmıştır.

Tezin son bölümü, elde edilen sonuçların yorumlanması ve tartışılmasına ayrıldı. Bu tez çalışması gelecekte daha ileri çalışmalar için bu malzemeyi kullanabileceğimiz hakkında fikir edinmemizi sağlamıştır.

2. METALİK CAM, ÜRETİM TEKNİKLERİ VE TEKNİK ÖZELLİKLERİ

2.1. Metalik Cam ve Tarihi Gelişimi

Teknolojik ilerleme elektrik, termal, fizik, manyetik ve mekanik özellikleri iyileştirilmiş yeni malzemelere ihtiyacı arttırmaktadır. Metalik camlar olarak bilinen amorf alaşımlar, izotropik yapıları sebebiyle gelişmiş mekanik, elektriksel, manyetik ve korozyon önleyici özelliklerinden dolayı çok sayıda araştırmanın konusu olmuştur.

Amorf metaller, Wurtz tarafından 1845 gibi erken bir tarihte bir nikel hiperfosfit çözeltisinin ayrıştırılması yoluyla bir nikel tortusu olarak elde edildi, ancak filmin amorf doğası x-ışını kırınım yönteminin keşfine kadar doğrulanamadı (Chen,1980). Fakat bir eriyikten su verme ile elde edilen ilk camsı metal Duwez ve arkadaşları tarafından 1960 da rapor edilmiştir (Duwez 1967; Giessen and Wagner 1972; Jones 1973). Bir Au-Si camsı alaşımı hakkındaki makalenin yayınlanmasından bu yana, kristal olmayan metallerin yapısı, elektriksel ve manyetik özellikleri ve termodinamik karakterizasyonu konularında bir dizi makale ve inceleme yayınlandı (Duwez 1967; Giessen and Wagner 1972; Jones 1973).

Metalik cam şeritlerin sürekli üretiminin geliştirilmesi ve sonucunda yüksek mukavemet gibi özelliklerin keşfedilmesinden sonra (Chen ve Wang 1970; Leamy vd. 1972; Masumoto ve Maddin 1971; Chen ve Polk 1974), yumuşak manyetik davranış (Sherwood vd.; 1974, Egami vd., 1974; Fujimori vd., 1974) ve mükemmel korozyon direnci (Naka vd., 1974), metalik camlarda malzeme ve bilim dünyasının daha fazla ilgisini çekmiştir ve şu anda yoğun teknolojik ve temel araştırmaların odak noktasıdır.

1976'da Liebermann ve Graham, aşırı soğutulmuş hızlı dönen bir tekerlek üzerinde ince amorf metal şeritler üretmek için yeni bir yöntem geliştirdi (Liebermann ve Graham,1976). Bu bir demir, nikel, fosfor ve bor alaşımıydı. Metglass olarak bilinen malzeme 1980'lerin başında ticarileştirildi ve düşük kayıplı güç dağıtım transformatörlerinde (Amorf metal transformatör) kullanıldı. Metglas-2605, %80 demir ve %20 borondan oluşur, 373 °C Curie sıcaklığına ve 125,7 militesla oda sıcaklığında doyum manyetizasyonuna sahiptir.

1980'lerin başında %55 paladyum, %22,5 kurşun ve %22,5 antimon alaşımından yüzey dağlama ve ardından ısıtma-soğutma döngüleri uygulanarak 5 mm çapında camsı külçeler üretildi. Bor oksit akısı kullanılarak, elde edilebilecek kalınlık bir santimetreye yükseltildi.

1992'de ilk ticari amorf alaşım olan Vitreloy 1 (%41,2 Zr, %13,8 Ti, %12,5 Cu, %10 Ni ve %22,5 Be), Enerji Bakanlığı ve NASA araştırmalarının bir parçası olarak Caltech'te

geliştirildi. 2004 yılında, biri Oak Ridge Ulusal Laboratuvarı'nda, diğeri Virginia Üniversitesi'nde olmak üzere iki grup dökme amorf çelik üretmeyi başardı. Oak Ridge grubu, ürünlerini “camsı çelik” olarak adlandırdılar. Ürün, oda sıcaklığında manyetik değildir ve geleneksel çelikten önemli ölçüde daha güçlüdür, ancak malzemenin kamusal veya askeri kullanıma sunulmasından önce uzun bir araştırma ve geliştirme süreci vardır. Metalik camlar 90'lı yıllardan sonra metalik camsı şeritler, metalik camsı teller ve metalik camsı parçacıklar olarak çalışılmaya devam edilmektedir. Son yıllarda hacimsel metalik cam üretimi çalışmaları hız kazanmıştır. Bu alanda kısmen başarı sağlanmıştır (Inoue vd.2008).

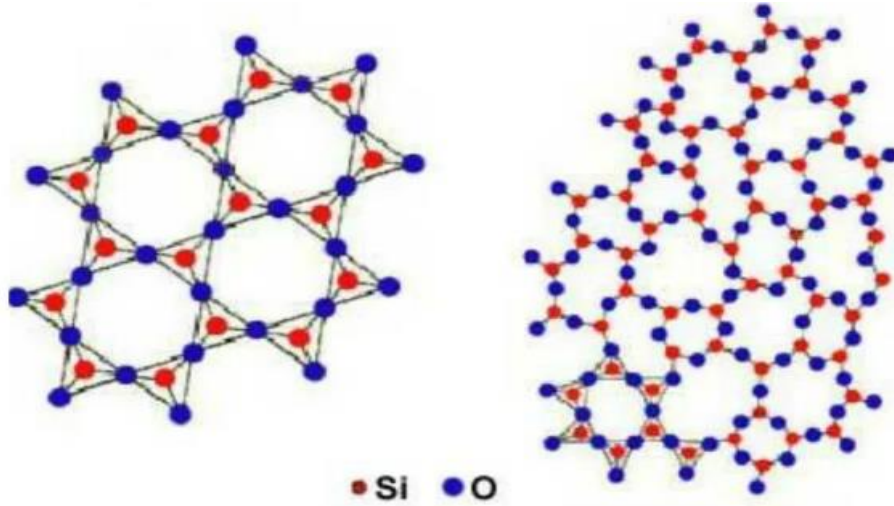
2.2. Metalik Camların Teknik Özellikleri

Metalik cam genellikle saf bir metalden ziyade bir alaşımdır. Alaşımlar, erimiş halde düşük serbest hacme (ve dolayısıyla diğer metaller ve alaşımlardan çok daha yüksek viskoziteye kadar) yol açan önemli ölçüde farklı boyutlarda atomlar içerir. Viskozite, atomların düzenli bir kafes oluşturacak kadar hareket etmesini engeller. Malzeme yapısı ayrıca soğuma sırasında düşük büzülme ve plastik deformasyona karşı direnç sağlar. Tane sınırlarının olmaması, kristal malzemelerin zayıf noktaları aşınma ve korozyona karşı daha iyi direnç sağlar. Metalik Camlar, teknik olarak cam olmakla birlikte, oksit camlar ve seramiklerden çok daha sert, opak ve daha az kırılımandır. Yeterince hızlı soğutulursa herhangi bir sıvının bir cam oluşturacağına yaygın olarak inanılmaktadır. $10^5-10^{10} \text{ K s}^{-1}$ gibi çok yüksek soğutma hızlarında düşük sıcaklıkta su verilirse elemental sıvı metaller bile vitrifiye edilebilir, camlaştırılabilir.

Metalik camlar ilk olarak Duwez ve meslektaşları tarafından düşük erime noktalı ötektik Au-Si ve Pd-Si alaşımlarının hızlı söndürülmesiyle (soğutma oranları $\sim 10^6 \text{ K s}^{-1}$) sentezlendi (Duwez vd.,1960,1963).

2.2.1. Metalik Camın Kimyasal ve Fiziksel Yapısı

Metalik camların yapısı tamamıyla düzensizdir denemez. Çünkü atomlar arasında kimyasal bağlar olmak zorundadır. Camsı yapılar periyodik olmayıp yapı her yönde farklılıklar gösterebilir. Metalik camlar ve amorf özelliğe sahip bazı metalik camlar ve bazı amorf yapıların atomik yapısı katı ile sıvı faz arasındaki bir ara faz içinde yer alır. Şekil2.1'de Kristal ve cam yapısı çok net görülmektedir (Şahingöz 1996).



Şekil 2.1. SiO₂ kristal ve cam yapısı.

Sıvı metal alaşımları, gerçekten benzersiz olan amorf bir atomik yapıya sahiptir. Kristal yapının aksine, metalik cam alaşımlarının atomik yapısında hiçbir ayırt edilebilir model yoktur. Alışılmadık atomik yapıları onlara farklı mekanik ve manyetik özellikler verir. Birçok geleneksel metalin atomik yapılarının periyodik olması ve atomik elemanların düzeninin geniş bir aralıkta tekrar eden desenler göstermesi nedeniyle, deforme olmaları veya kalıcı olarak şekillerini bozmaları nispeten kolaydır. Bu atomik yapı, kristaldir ve kristal yapılı metallerin genel performansını sınırlar. Buna karşın metalik bir cam, stres üzerine daha az enerji emer ve orijinal şekline çok daha kolay geri döner. Kristal kusurları olmayan metalik cam ve ürünleri, dayanıklılık, sertlik, tokluk ve elastikiyet gibi olağanüstü özelliklere sahiptir (Guntherodt,1985).

Tablo 2.1. Metalik camların kristal yapılı malzemelerle karşılaştırılması (Guntherodt,1985).

Fiziksel Özellik	Kristal Alaşım	Metalik Cam
Yapı	Kristal	Amorf
Bağ	Metalik	Metalik
Akma Dayanımı	Düşük	Yüksek
Sertlik	Düşük	Yüksek
Kırılma	Sünek	Sünek
Kırılma Dayanımı	Yüksek	Yüksek
Korozyon Direnci	Düşük	Yüksek
Optik Özellik	Opakt	Opak
Elektrik İletkenliği	Yüksek	Yüksek
Manyetik Özellik	Para-Ferro Manyetik	Manyetik

Atomların farklı boyutları, düşük serbest hacme ve dolayısıyla erimiş haldeki diğer metaller ve alaşımlardan çok daha yüksek viskoziteye yol açar. Viskozite, atomların düzenli bir kafes oluşturacak kadar hareket etmesini engeller. Malzeme yapısı ayrıca soğuma sırasında düşük büzülme ve plastik deformasyona karşı direnç sağlar. Mekanik özellikler, camlı metallerin en eşsiz özelliklerini oluşturur. Camlı metallerde kırılma, metalik olmayan camlarda yaygın olarak gözlenen kırılkan yapı ile zıtlık oluşturan oldukça bölgesel kayma deformasyonları ile ilerler. Camlı metallerin kırılma mukavemeti σ , dislokasyonların yaratıldığı ve kristal kafes boyunca yayıldığı kristal metaller için gözlemlenen $\sigma_f \approx E/10^5$ ile $E/10^2$ ile karşılaştırıldığında teorik kuvvete ($\sigma_f \approx E/50$) yaklaşır. Burada E, Young modülüdür.

Metalik camların termal iletkenliği kristallerden daha düşüktür. Amorf yapının oluşumu hızlı soğumaya dayandığından, bu, amorf yapıların elde edilebilecek maksimum kalınlığını sınırlar. Daha yavaş soğuma sırasında bile amorf yapının oluşumunu sağlamak için, alaşımın üç veya daha fazla bileşenden yapılması gerekir, bu da daha yüksek potansiyel enerjiye ve daha düşük oluşum şansına sahip karmaşık kristal birimlere yol açar. Yüksek paketleme yoğunluğu ve düşük serbest hacim elde etmek için bileşenlerin atomik yarıçapı önemli ölçüde farklı olmalıdır (%12'nin üzerinde). Bileşenlerin kombinasyonu, kristal çekirdeklenmesini engelleyen ve erimiş metalin aşırı soğutulmuş halde kalma süresini uzatan negatif karıştırma ısısına sahip olmalıdır.

Manyetik metallerle (demir, kobalt, nikel) bor, silikon, fosfor ve diğer cam oluşturmalarının alaşımları manyetikdir, düşük koersivite ve yüksek elektrik direncine sahiptir. Yüksek direnç, alternatif manyetik alanlara maruz kaldığında girdap akımlarından kaynaklanan düşük kayıplara yol açar; bu özellik, örn. trafo manyetik çekirdekleri.

Pratik uygulamalar için şerit biçimi yumuşak manyetik malzemeler en kullanışlıdır. Bu nedenle, camlı metalin manyetik davranışına ilişkin çalışmalar, diskte sürekli eriyik döndürme ile elde edilen camlı şeritler üzerinde yoğunlaşmıştır. Camlı metaller, makroskopik manyetik anizotropinin varlığının kanıtladığı gibi, yapısal ve manyetik olarak izotropik değildir. Katılaşma sırasında artık gerilme, alan ısıtma işlemi veya yönlü sıralama, camların alan yapısını ve dolayısıyla manyetik davranışlarını belirleyen anizotropileri indükler. Camlı metallerdeki alan yapıları, kristalin benzerlerinde gözlemlenenlere esasen benzerdir. Statik ve dinamik özellikleri tanımlamak için kristalin manyetik malzemeler için geliştirilen çoğu modelin camlı metallere de uygulanabileceği gösterilmiştir (Gyorgy vd. 1975; Gyorgy, 1978; Fujimori ve Masumoto 1978; Graham ve Egami 1978).

2.3. Genel Manyetik Özellikler

Bu bölümde manyetik duygunluk, manyetik geçirgenlik, Curie sıcaklığı, magnetostriction ve histeresis eğrileri kısaca açıklanmıştır.

Manyetik Duygunluk (χ):

Bir cisim bir manyetik alan içerisine konduğu zaman manyetik alandan etkilenme parametresine manyetik duygunluk denir. χ ile gösterilir. Manyetik duygunluk,

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{\mu_0 M}{B} \quad 2.1$$

olduğundan boyutsuz ve birimsiz bir çarpandır. Bu denklem bir dış manyetik alan içerisine yerleştirilen paramanyetik ve diamanyetik maddeler için geçerli olup ferromanyetik maddeler için geçerli değildir.

Numune içerisindeki $B_{iç}$ manyetik alanı da B ve M 'ye

$$B_{iç} = B + \mu_0 M \quad 2.2$$

Bağıntısı ile bulunur. Örnek aşırı iletken halde iken $B_{iç}$ sıfır olacaktır.

Manyetik bir malzemenin M mıknatıslanma değeri birim hacme düşen manyetik moment olarak tanımlanır (Serway ve Jewett, 2008).

Manyetik duygunluk, numunenin birim kütlesi veya mol sayısı başına olarak da tanımlanır. Manyetik duygunluk, numunenin diyamanyetik, paramanyetik veya ferromanyetik maddeler olduğunu tayin etmede belirleyici bir niceliktir. Pozitif duygunluk değerine sahip olanlar paramanyetik, negatif duygunluğa sahip olanlar ise diyamanyetik olarak sınıflandırılır. Ferromanyetik maddelerde ise M ile H arasında lineer bir bağıntı yoktur bu nedenle alınganlık bağıntısı göz ardı edilir.

Manyetik Geçirgenlik (μ):

Manyetik geçirgenlik, bir malzemedan manyetik kuvvet çizgilerinin hangi ölçüde kolaylıkla geçtiğini gösteren bir parametredir ve μ ile gösterilir (Baytak, 2002). Ferromanyetik bir malzemede manyetik geçirgenlik değişebilir. Küçük bir $\vec{H}$ uygulanmasıyla malzeme kolay mıknatıslanabiliyor ise manyetik geçirgenliğin büyük olduğunu gösterir. Manyetik alan daha fazla uygulandığında belli bir süre sonra doyum mıknatıslanması M_s 'ye ulaşır ve alan artsa da mıknatıslanma değişmez.

Curie Sıcaklığı (θ_C):

Mıknatıslanmış bir ferromanyetik malzemenin mıknatıs özelliğini tamamen kaybettiği sıcaklık değerine Curie sıcaklığı denir. Bu sıcaklık değeri ferromanyetik malzemenin paramanyetik özellik gösterdiği karakteristik sıcaklıktır ve θ_C ile gösterilir (Kittel 2005).

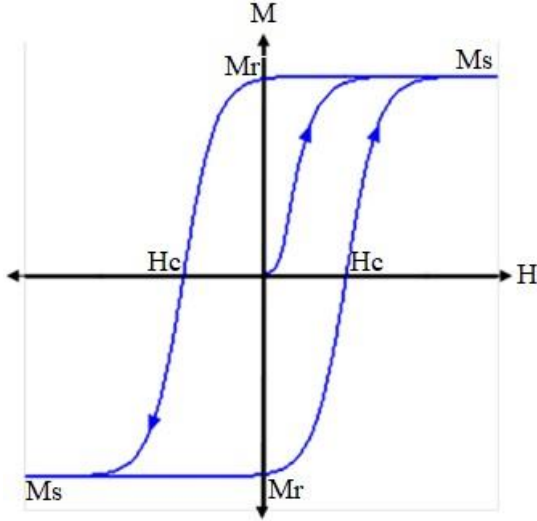
Manyetik Alanla Şekil Değişimi (Magnetostriktion) (λ):

Ferromanyetik malzemelere manyetik alan verildiğinde şekil ve /veya boyutunda bir değişiklik meydana gelebilir. Bu özelliğe Magnetostriktion denir. Boyutsal veya şekildeki değişim mıknatıslanmada manyetik duyunluğa ulaşınca kadar devam edebilir.

Ferromanyetik malzemeler, domain olarak adlandırılmış bölgelerden oluşan kristal yapılara sahiptir. Domainler ise homojen manyetik kutuplanmış bölgelerdir. Örnek üzerine bir manyetik alan uygulandığında, domainler arasındaki sınırlarda hareket oluşur. Böylece domain alanları döner veya ötelenirler. Bu hareket (ötelenme) ve dönme etkisi malzemenin şekil veya boyutlarında değişiklik meydana getirir. Bu durum manyetik alan içinde şekil değişimi (Magnetostriktion) olarak tanımlanır. Bu durum manyetokristal yapının anizotropisinin neticesidir.

Histeresis Eğrisi (M-H Eğrisi):

Bir mıknatıslanmamış numuneye dış manyetik alan H uygulandığında Şekil 2.2’de görüldüğü gibi malzemede eksenin “O” noktasından başlayarak hızlı bir değişimle M_s doyum mıknatıslanmasına ulaşır. Ancak uygulanan H alanı zıt yönde döngüyü tamamlamak için 180 derece zıt uygulandığında mıknatıslanma aynı yolu takip etmez M_r (kalıcı mıknatıslanma) eksenini keserek H_c değerine (yatay ekseninde) ulaşır. H_c korsif alan ya da korsivite olarak bilinir. Korsivite malzemelerin manyetik bakımdan sert mi yumuşak mı olduğunu gösteren çok önemli manyetik parametrelerin başında gelir.



Şekil 2.2. Tipik Histeresis Eğrisi.

İdeal yumuşak manyetik malzeme, düşük manyetik koersivite (H_c)'ye, yüksek kalıcı mıknatıslanma M_r 'ye ve yüksek manyetik geçirgenlik (μ) değerlerine ve düşük histeresis kayıplara sahip olmalıdır. Metalik camın, homojen yapıda olması avantaj sağlar. Ayrıca tane sınırının ve diğer yapı kusurlarının olmaması, domain yapılarındaki bozuklukları azaltmaktadır. Herhangi bir işlemten geçmeyen metalik camların, domain duvarlarının kalınlığı kristal yapısına göre daha incedir (Schnider, vd.1985).

Curie sıcaklığı (Θ_c) önemli bir manyetik özelliktir. Bu sıcaklığın üstünde ferromanyetik malzemelerin termal titreşim etkisi daha çoktur. Bu sıcaklık ferro ve paramanyetiklik faz sınırı olarak da bilinir. Curie sıcaklığı ısıtma işlemleriyle eksilip artırılabilir.

Metalik camlarda manyetik özellikler kristal yapılarının aksine tersinirdir. Manyetik alan sıfırlandığında metalik camlar tekrar eski manyetik özelliklerine sahip olurlar.

Eddy akım kayıpları metalik camlarında çok azdır. Bunun sebebi domain duvarları metalik camlarda daha rahat hareket eder. Metalik camların kullanılma sebeplerinden biriside güç transformatörleri uygulamalarında enerji kayıplarının az olmasıdır (Şahingöz,1996).

2.3.1. Metalik cam uygulama alanları

Opto-Elektronik Uygulamalar; Pürüzsüz yüzey, negatif karıştırma ısısı, tane sınırlarının olmaması, onları cihazların optik geçirgenliğini veya yansıtmasını iyileştirmeyi amaçlayan uygulamalar için ideal hale getirmiştir.

Biyomedikal Uygulamalar; Yüksek mukavemet, elastikiyet, korozyon direnci ve antimikrobiyal özellikler göstermektedir.

Mikro Elektromekanik Sistemler; Büyük elastik deformasyonların gerekli olduğu her yerde metalik cam kullanımı umut vericidir. Kritik olan iç gerilimin azaltılması amaçlanarak üçboyutlu yapılarda şekil hafızalı alaşımlar olarak kullanılmaktadır.

Hidrojen Sensörler; Yüksek korozyon direnci ve mükemmel mekanik özellikleri nedeniyle, metalik camların hidrojen algılama uygulamaları için umut verici bir malzeme olduğu bulunmuştur (Susumu vd. 2010).

Makine parçaları; Fe bazlı camsı alaşımın direncinin konvansiyonel takım çeliğinden çok daha iyi olması sebebiyle özellikle yüksek torklu yapılarda (redüktör ve dişliler) kullanılabilir.

Ticari uygulamalar; Ticari pazarda çeşitli uygulamalar bulunmaktadır. Örneğin tenis raketinde çerçeve, çeşitli şekillerde optik aynalar, cep telefonlarında kasa, elektro-manyetik aletlerde kasa, optik fiberler için bağlantı parçası, yumuşak manyetik yüksek frekans bobinleri, bilyeler, yüksek torklu dişli motor parçaları, elektromanyetik koruyucu plakalar, yumuşak manyetik şok bobinleri, yüksek korozyon dirençli kaplama plakaları, kurşunsuz lehimleme için kaplar, yüksek hassasiyet ve yüksek yük tipi ve daha küçük boyutlu basınç sensörleri, sıvı akış ölçer, yay, uçak için slat truck kapağı, baskı içi plaka, yüksek yoğunluklu bilgi depolama malzemesi, yüksek frekans tipi anten, yüksek dönüş hızlı motor için manyetik demir çekirdek, endoskop parçaları gibi (Inoue vd. 2008). Tokluğu nedeniyle uçak parçası olarak kullanılmasının yanı sıra korozyon önleyici özelliğinden dolayı yakıt hücresi ayırıcısı olarak da kullanılmaktadır.

2.4. Metalik Camların Üretim Teknikleri

Metalik cam formlarını elde etmek için izlenen işlemler iki türe ayrılabilir: metalürjik işlemler ve mikro teknolojik işlemler. Bu işlemler, amorf alaşımların oluşumuyla sonuçlanan hızlı amorf alaşım oluşumunu içerir. Soğutma hızı, kristal oluşumunu atlayacak ve doğrudan camsı duruma ulaşacak şekilde erime noktası boyunca yeterince hızlı olmalıdır. Döküm yöntemi ile toplu metalik camlar üretilirken, döndürme ve söndürme-su verme yöntemi ile şeritler halinde metalik cam üretilir.

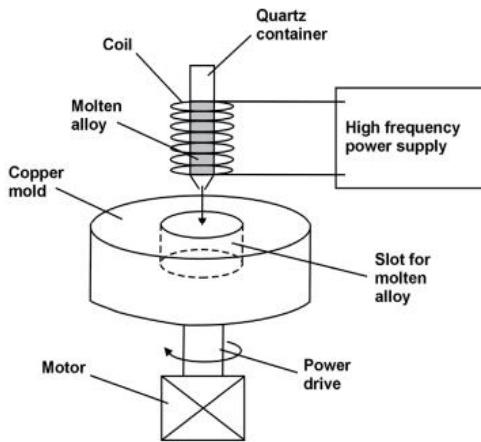
2.4.1. Metalürjik işlemler

2.4.1.1. Kalıp Dökümü

Alaşım külçeleri bir kuvars potaya yerleştirildi ve indüksiyon bobinleri kullanılarak eritildi. Daha sonra kuvars tüpün altındaki bir delikten argon gazı basıncıyla bir bakır kalıba zorlanırlar. Tüm süreç, bir vakum odası (Mohan vd. 2002) içinde argon atmosferinde gerçekleştirilir. Mevcut kalıp döküm teknikleri, karmaşık geometrilere sahip amorf parçalara izin vermemektedir. Yapılan bir çalışmada fışkırtma sırasında erimiş metal ve kalıp arasında bir DC elektrik akımı uygulayarak sıvı alaşımın yüzey gerilimini değiştirerek heterojen çekirdeklenmenin engellendiği belirlenmiştir (Stoica vd. 2011). İndirgenmiş erimiş alaşım daha iyi aktığında yüzey gerilimi, böylece karmaşık kalıpları doldurur. Bu tekniği kullanmanın avantajı, tekrarlanabilir ve ölçeklenebilir olmasıdır (Amiya ve Inoue 2000).

2.4.1.2. Santrifüj Kalıp Dökümü

Santrifüj döküm sistemi iki ana bölümden oluşmaktadır: Döküm aparatı ve erimiş alaşım enjeksiyon sistemi. Döküm aparatı, kayış şanzımanlı bir motor tarafından döndürülen silindirik bir bakır kalıp içerir. Şanzıman, dönen kalıbın hızını değiştirmeye izin verir. Ayrıca, enjeksiyon sistemi, alaşım külçesinin erimeyi indükleyerek eritildiği kuvars kabından oluşur. Külçe eritme işlemi, yüksek frekanslı güç kaynağı kullanılarak gerçekleştirilir. Külçe, argon atmosferinde indüksiyon eritme yöntemiyle eritilir ve daha sonra erimiş alaşım hızla dönen silindirik bakır kalıba enjekte edilir ve merkezkaç kuvvetinin dikey bileşeni ile eriyik kalıp cidarında halka şekline zorlanacaktır (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Santrifüj döküm düzeneğinin şematik diyagramı erimiş alaşım enjeksiyon sistemi

2.4.1.3. Emme Döküm

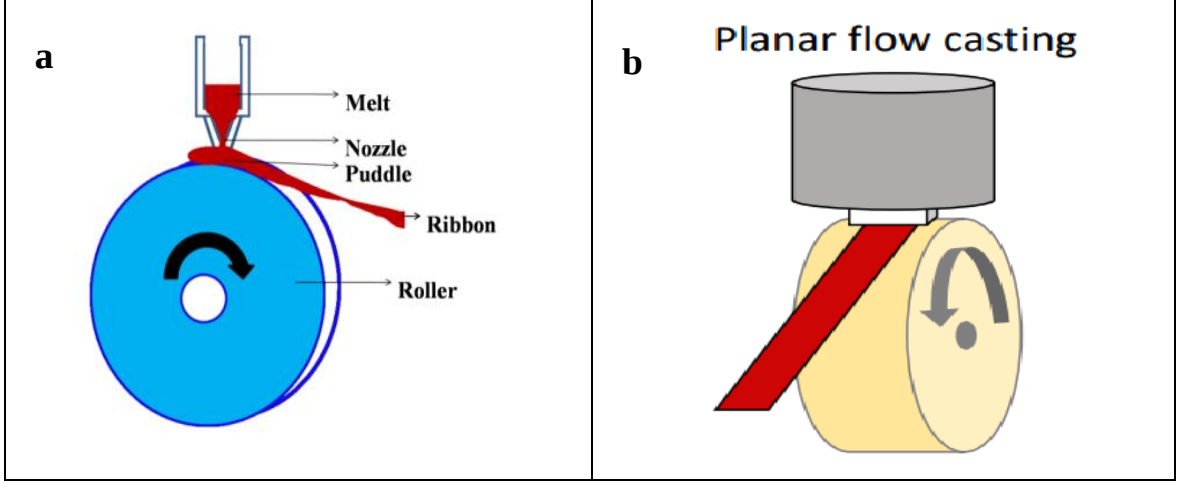
Emme döküm, alaşımın oksidasyonunu önlemek için sistemin yüksek vakum ile tahliyesini kullanır ve hazneler arasındaki basınç farkı, argon atmosferinde arkla eritilmiş alaşım eriyiğinin titreşime tabi tutulan bir bakır kalıp (su soğutmalı) üzerine emilmesine yol açar (Wyslocki ve Pawlik 2010). Arkla eritilmiş metalin titreşim hareketi, numune ile kalıp arasındaki termal temasın azalmasına ve tane büyümesinin kısıtlanmasına neden olur. Ayrıca, tane çekirdeklenme olasılığını azaltmak için, erimiş metal ile soğutulmuş kalıp arasındaki büyük sıcaklık farkını korumak için bakır kalıp üzerindeki termal izolasyon sağlanır ve bu da daha yüksek soğutma hızına yol açar. Bu tekniğin avantajı, değişken çapta tüpler ve çubuklar şeklindeki metalik camın işlenebilmesidir.

2.4.1.4. Uyanan ile Soğutma

Gaz halindeki bir şok dalgası erimiş metali damlacıklar (~ 10 mg) halinde atomize eder ve daha sonra bir Cu soğutma bloğuna karşı sıçramasına zorlandırılarak ince folyolar oluşturması sağlanır. Bu yöntemle erimiş metal 10^{5-7} K/s'yi aşan soğutma hızlarına tabi tutulabilir. Böylelikle çekirdeklenme ve kristal fazın büyümesinin önüne geçilerek, donmuş bir sıvı konfigürasyon elde edilir.

2.4.1.5. Melt Spinning – Düzlem Akışlı Döküm Metodu (Planar Flow Casting Method)

Melt Spinning Metodunda, sıvı metal içinde eritildiği pota'dan belirli açılarla soğuk disk üzerine püskürtülür (Liebermann ve Graham,1976). Sıvı metal akıtıldığı soğuk yüzeye yayılarak aniden ince şerit halinde soğutulur (Şekil 2.4). Ergiyik potasının tasarımı, delik çapı, sıvının akış hızı, eritme şekli, disk dönme hızı gibi etmenler sayesinde üretim ve kalitesinde olumlu katkı sağlar. Soğuma hızı 10^5 ile 10^7 K/s arasında değişmektedir. Hızlı katılaşma sebebiyle, şeritlerin yüzey kalitesini sağlamak için silindir dönüş hızı, nozül-rulo mesafesi gibi işlem parametreleri kontrolü önemlidir.



Şekil.2.4. a) Melt Spinning tekniğinin şematik diyagramı **b)** Düzlem akışlı döküm metodunda nozül yarık şeklindedir.

2.4.2. Mikro Teknolojik İşlemler

Mikro Teknolojik İşlemler işlemler, metalik cam alaşımlarının püskürtme ve buharlaştırma dahil olmak üzere fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleriyle ince filmler halinde imal edilmesini içerir; Hızlı su verme hızı nedeniyle kolaylıkla amorf alaşımların ince filmleri elde edilir. Çoğunlukla Si alt tabaka üzerine aşağıdaki yöntemlerle amorf film tabakası elde edilir. Bu işlemler, püskürtme birikimi, darbeli lazer kaplama, buharlaştırma ve tavlama kaynaklı amorfizasyon'dur. Ancak bu teknikler hem ekonomik değildir hem de seri üretim kısıtlıdır.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Metalik cam örneklerinin yapısal özelliklerini belirlemek için XRD, SEM, El Tipi XRF, Vickers sertlik ölçüm ve FMR spektrometre cihazları kullanıldı. Bu cihazların çalışma prensipleri ve kullanılan cihazlar aşağıda anlatıldığı gibidir.

3.1. XRD Yöntemi

XRD tekniği, malzemelerin kristallografik özellikleri ve fazlarının belirlenmesinde yararlanılan bir analiz yöntemidir. XRD yöntemi, her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Bu nedenle farklı olan malzemenin her fazı için bu malzemenin özel kimyası ve atomik düzeni nedeniyle kırınım özellikleri her bir kristal için benzersizdir ve karakteristik bir kırınım modeli üretir.

Bragg Yasasına göre, yeterince küçük tek renkli X-Işını dalgaları bir kristal kafes üzerine düştüğünde, o kristaldeki düzlemler halinde yerleşmiş atomların atomik katmanları tarafından saçılır. Her bir atomik katman, X-Işını dalgalarının küçük bir oranını yansıtır. Bu oranlar, X-Işınının dalga boyuna ve kristalin örgü sabitine bağlıdır. Atomik katmanlar tarafından yansıtılan ışınlar kuvvetli girişim meydana getirerek üst üste geldiklerinde ise saptanabilir yoğunlukta tepe noktaları ile kırınım oluştururlar.

Şekil 3.1’de X-Işını demeti görülmektedir. Burada ışınlar θ açısı ile numune üzerine gönderilir ve düz ayna gibi davranan paralel atomik katmanların her biri tarafından yansıtılır. Yansıyan bu ışınlar 2θ açısındaki bir detektör tarafından alınır. Yansıyan X-Işınların aralarındaki yol farkı yeterli uzaklıktaysa ve X-Işınının dalga boyunun tam katı olduğunda, kuvvetlendirici girişim meydana gelir.

$$\text{Optiksel yol farkı} = n \lambda, (n=1,2,3,\dots) \quad (3.1)$$

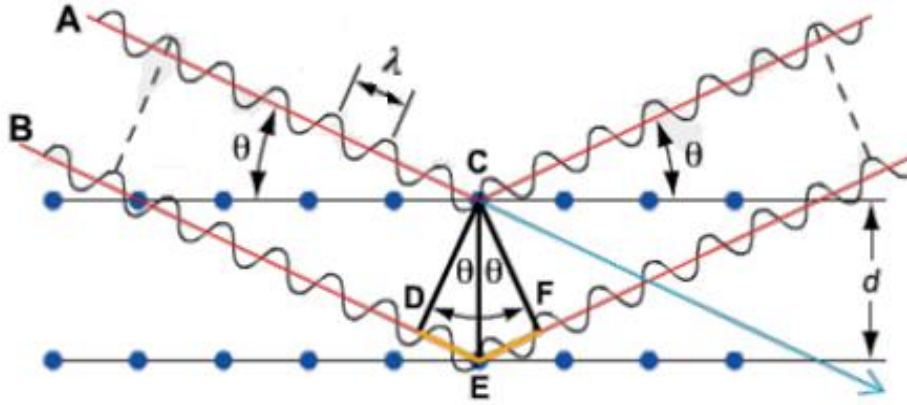
X-Işını gelme açısı ile yansıma açısının eşit olduğunu kabul ederek, $DE=EF$ alınmaktadır. Atomik katmanlar arası uzaklık d olduğuna göre, A ve B ışınları arasındaki optiksel yol farkı aşağıdaki formüllerden hesaplanır.

$$\text{Yol farkı} = DE+EF = d\sin\theta + d\sin\theta = 2d \sin\theta \quad (3.2)$$

(3.1) eşitliği kullanılarak, (3.2)’den, kuvvetlendirici girişim için

$$\text{Optiksel yol farkı} = 2d\sin\theta = n \lambda (n=1,2,3,\dots) \quad (3.3)$$

oluşturulan bu bağıntısı Bragg yasası olarak bilinir.



Şekil 3.1. Bir kristalde X-Işını kırınımını (Ulutaş, 2009).

Basit kimyasal analizler ile malzeme içerisinde var olan elementlerin hangileri olduğu belirlenebilir. Ancak, XRD analizi malzemenin içinde bulunan kimyasal bileşenlerin cinsi ve bileşenlerin malzeme içindeki fazları belirlenerek nitel bir analiz yapılabilir (Kırmızıgül, 2008).

XRD tekniği kullanılarak örneklerin kimyasal bileşim, kalınlık, amorflik, tek kristal ya da polikristal durum, kristal yapı bozuklukları, kristal içerisinde bulunabilecek katkı atomları, kristalografik yönelim, örgü parametreleri, tane boyutu gibi pek çok özellikleri belirlenebilmektedir. XRD yöntemi ile yapılabilecek analizler; toz, katı ve ince film şeklindeki örneklerde yapılabilir. Bu analiz ile fazlar, fazların miktarı, kristal boyutu, latis parametreleri, yapıdaki değişimler, kristal yönlenmesi, atom pozisyonları belirlenebilir.

Genellikle jeolojide kayaç ve minerallerin tanımlanmasında, metalürjide metal ve alaşım analizlerinde, malzeme biliminde seramik ve çimento ile ince film kompozisyonu tayininde, kimya ve medikal alanlarda polimerlerin analizinde ve ilaç endüstrisinde belli bir malzeme içindeki polimorfların ve safsızlıkların tespitinde kullanılan önemli bir yöntemdir.

Bu çalışmada kullanılan X Işını Difraktometresi PAN alytical marka Emphyrean modelidir.

XRD cihazlarının ayırma gücü yüksek katı hal tipinde üç boyutlu piksel tabanlı (pixel3D) dedektörleri vardır. Bu dedektörler, 0D modda noktasal dedektör, 1D modda çizgisel dedektör ve 2D modda alansal dedektör olarak 2 boyutlu Debye halkalarının gözlenmesinde kullanılmaktadır. En küçük adım büyüklüğü $0,0001^\circ$, tarama açısı aralığı $-111^\circ < 2\theta < 168^\circ$, tarama hızı $0,0001-70^\circ/\text{dk.}$ ve $15^\circ/\text{s'ye}$ kadar çıkabilmektedir. Sistemin sahip olduğu sıcaklık kontrol ünitesi ile 1200°C'ye kadar ölçüm alınmaktadır.

3.2. SEM Yöntemi

SEM (Taramalı elektron mikroskobu; Scanning Electron Microscope) yöntemi, elektron demetinin numune yüzeyini odaklanması ve yüzey taraması ile görüntü elde edilmesine dayanan bir elektron mikroskobu türüdür. Malzemedeki atomların, SEM cihazından gelen elektronlarla etkileşime geçmesi ile malzeme yüzeyindeki topografya ve kimyasal bileşenler hakkında bilgiler veren sinyaller üretir. SEM’de görüntü oluşturmak için ise elektron demeti tarafından uyarılan, numune atomlarının yaydığı ikincil elektronlardan yararlanır.

Taramalı Elektron Mikroskobu’nda (SEM) ile her çeşit metaller, tekstiller, fiberler, plastikler polimerler, parçacıklar (kum, çakıl, polen gibi) vs incelenebilir.

İletken olmayan numuneler ise çok ince (yaklaşık 3 Å/saniye) iletken malzemeler ile yüzey kaplaması sağlanarak incelenebilir.

Bu çalışmada kullanılan alan emisyonlu–çevresel taramalı elektron mikroskobu FEI marka Quanta FEG 450 modelidir.

3.3. XRF Yöntemi

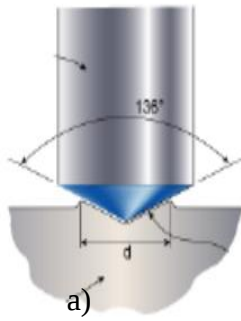
XRF, X-Işını Floresansı olarak bilinir ve pek çok materyalin temel kimyasal içeriğini belirlemek için kullanılan bir tekniktir. Tüm XRF sistemleri bir x-ışını kaynağı ve bir detektör olmak üzere iki ana bileşenden oluşur. Birincil X-Işınları kaynak tarafından üretilir ve örnek yüzeyine uygulanır.

Diğer analitik teknikleriyle karşılaştırıldığında, XRF tekniği hızlı sonuç vermektedir. Pek çok farklı malzemede geniş bir yelpazede ölçüm yapabilir. Zararsız bir yöntemdir ve çok az miktarda numune ile sonuç verebilir. Ayrıca göreceli olarak düşük maliyetli ve insitu olarak her yerde ölçüm alınabilir. Bu çalışmada kullanılan XRF cihazı benzer bir in situ Olympus Vanta Serisi Portatif cihazdır.

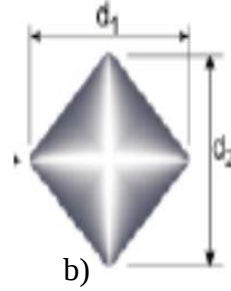
3.4. Vickers Sertlik Ölçüm Sistemi

Malzemelerin çizilmeye (plastik deformasyona) karşı göstermiş olduğu dirence sertlik denir. Sertliğin birimi yoktur. Ancak, 90 HB, 42 HRC, 800 HV vb. gibi ölçüldüğü yöntemle anılır. Burada malzemenin kendisinden daha sert bir malzemeyle (sertleştirilmiş çelik, sinterlenmiş tungsten karbür veya elmas gibi) deformasyona uğratılması amaçlanır. Oluşan deformasyon

ne kadar az ise malzemenin sertliği o derece yüksektir. Genel olarak malzemeye uygulanan dik kuvvetin malzeme yüzeyine etki ettiği alana bölünmesi, sonucu sertlik değeri saptanır (F/A). Sertlik ölçümü yapılırken malzemenin homojen yapıda olmaması ihtimali göz önüne alınarak en az 3 farklı noktada sertlik ölçümü yapılmalı ve ortalama alınmalıdır. Ayrıca sertlik ölçümü yapılacak yüzey düzgün olmalı, deney yapılan noktalar arası oluşan izin en az 2-3 çapı kadar mesafe olmalı ve numune kenara yakın noktalardan ölçüm yapılmamalıdır. 1 kg'dan düşük yüklerle mikroskop yardımı ile yapılan sertlik ölçümleri Mikrosertlik Ölçme Yöntemi olarak adlandırılır. Bu çalışmada statik sertlik ölçme yöntemlerinden Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılmıştır (Şekil 3.2). Sistem, 136° elmas piramit ucun malzeme türü ve malzemenin kalınlığına bağlı olarak seçilen yüklerle malzeme üzerinde yaptığı izin optik olarak ölçülmesine dayanır.



Piramit Uç



Vickers İzi

Şekil 3.2. Vickers a) piramit uç ve b) izi

Vickers sertlik değeri $HV = \text{Katsayısı} * \frac{\text{TestYükü (F)}}{\text{İzinAlanı (A)}} = \text{N/mm}^2$

$$HV = 0,102 \frac{2F \sin(\frac{136}{2})}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad (3.4)$$

Vickers Sertlik Ölçme Uygulaması ;

Numuneye yaklaşık 2-8 sn arasında kuvvet uygulanır. Zayıf kuvvet ve mikro sertlik deneylerinde ucun numuneye temas hızı 0,2 mm/sn'den düşük olmalıdır. Vickers metodu, Brinell ve Rockwell metotlarına göre ince sert tabakalı sertleştirilmiş numunelerde daha avantajlıdır. Bu nedenle tez çalışmasında kullanılan oldukça ince (40 mikrometre) numunelerin sertlik ölçümünde Vickers sertlik ölçümü tercih edilmiştir. Çalışmada kullanılan sertlik ölçme cihazı EmcoTest DuraScan 20 modelidir.

3.5. FMR Yöntemi

FMR yöntemi, malzemelerin temel manyetik özelliklerini araştırmak ve mıknatıslanmalarını anlamamız için kullanılan spektroskopik tekniklerden bir tanesidir. Ferromanyetik malzemeler manyetik alan olmadan manyetik davranış gösterebilirler. Bu sebeple kalıcı manyetiklikleri vardır. Birbirini yok etmeyen spin hareketleri vardır. Bu hareketler kalıcı spin manyetik moment oluşumuna neden olur. Bu hareketler momentlerin paralel ya da antiparalel dizilimine yol açarlar. FMR bu spinlerin dalga ve dinamiğini araştırmak için kullanılan yöntemdir. Çiftlenmemiş spinli elektron içeren atom ve moleküle sahip malzemelerin Elektron Spin Rezonans (ESR) spektrumu vermesi beklenir. FMR yüksek alan değerlerinde oluşur. Ayrıca ferromanyetik malzemelerin çizgi genişliği büyüktür. Ferromanyetizmaya katkıda bulunan eşleştirilmemiş elektron spinleri arasındaki etkileşim enerjisi, çizginin daralmasına neden olur. Ferromanyetik rezonans çizgileri böylece daha keskin görünür.

Ferromanyetik bir malzeme uygulanan $\vec{H}_0$ statik alanı içine konursa, malzeme içindeki manyetik momentler kendi denge noktaları etrafında kendi öz frekansı olan ω frekansı ile presesyon yapacaktır. Bu frekans malzemenin içindeki manyetik enerjiyle çok yakından ilişkilidir. Aynı zamanda dış bir RF gücü de presesyon yönüne paralel bir yönde malzemeye uygulanırsa dikkate değer bir miktarda RF gücü soğurulacaktır. ω frekansı sadece iç manyetik enerjilere bağlı değildir, aynı zamanda uygulanan $\vec{H}_0$ statik manyetik alanına da bağlıdır. Sonuç olarak ω ve $\vec{H}_0$ arasında olan ve dağınım bağıntısı olarak bilinen ilişki iç manyetik enerjileri çalışmak için kullanılabilir. Özellikle çok katmanlı sistemlerde tabakalar arası değiş-tokuş enerjisi ve yüzey anizotropi enerjisi için kullanılır. Ferromanyetik malzemelerde dağınım bağıntısını türetmek için iki yol vardır. Birinci yolda her bir manyetik atom içindeki elektronun $\vec{\mu}$ manyetik momentine ve $\hbar\vec{S}$ spin açısal momentine sahip olduğu kabul edilir. Bu iki parametre birbirine paraleldir ve aşağıdaki gösterimle birleştirilir:

$$\vec{\mu} = -\gamma\hbar\vec{S} = -g\mu_B\vec{S} \quad (3.5)$$

Burada γ gyromanyetik oran, g , g -değeri ve μ_B de the Bohr magnetonudur. Atom tarafından $\vec{H}$ manyetik alanı ile etkileşme enerjisi

$$E = -\vec{\mu} \cdot \vec{H} \quad (3.6)$$

ile verilir. Eğer $\vec{H}$, z yönü boyunca ise, o zaman

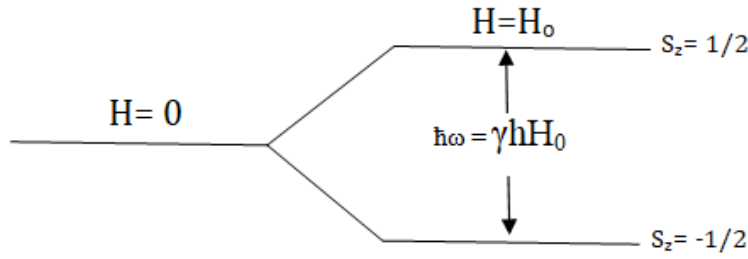
$$E = -\mu_z H = \gamma \hbar H S_z \quad (3.7)$$

dir. S_z 'nin izin verilen deęerleri $+S, S-1, \dots, -S$ 'dir.

Manyetik alan içinde, $S = 1/2$ elektronu $S_z = \pm 1/2$ 'ye karřılık gelen iki enerji seviyesine sahiptir. Bu durum řekil 3.3'te gsterilmiřtir. Eęer $\hbar\omega$ iki enerji seviyesi arasındaki farka karřılık gelirse, o zaman

$$\hbar\omega = \gamma \hbar H \text{ 'dir.} \quad (3.8)$$

Bu durum ferromanyetik rezonans soęurması iin temel durumdur.



řekil 3.3. $H = H_0$ statik manyetik alanındaki $s=1/2$ olan bir elektronun enerji seviyesinin yarılması.

Bu alıřmada kullanılan FMR cihazı X BAND JEOL - JES-FA300 Elektron Spin Rezonans Spektrometresi cihazıdır (řekil 3.4).



řekil 3.4. FMR cihazı X BAND JEOL-JES-FA300 Elektron Spin Rezonans Spektrometresi.

3.5.1. FMR Spektrumunda Teorik Model

Genel olarak, etkin manyetik alan enerjiye bağımlı yönelim ve değiş-tokuş enerjisinden türetilir. Sonuç olarak, hareketin tork denklemi aşağıdaki gibi yazılabilir:

$$d\vec{M} / dt = \gamma \frac{\vec{M}}{M_s} \times \vec{\nabla} E + \gamma \frac{2A}{M_s^2} \vec{M} \times \nabla^2 \vec{M} \quad (3.9)$$

Burada $\vec{\nabla} = \hat{e}_\theta \frac{\partial}{\partial \theta} + \hat{e}_\phi \frac{1}{\sin \theta} \frac{\partial}{\partial \phi}$ Şekil 3.5'te gösterildiği gibi kutupsal koordinat sistemindedir ve z-ekseni film düzlemine diktir. Denklem (3.9)'un sağ tarafındaki birinci terim aşağıdaki katkıları içeren E, manyetik enerjiden türetilen toplamı gösterir.

3.5.1.1. Zeeman Enerjisi

Uygulanan $\vec{H}$ manyetik alanı ve $\vec{M}$ mıknatıslanması arasındaki ilişkidir.

$$E_z = -\vec{M} \cdot \vec{H} = -M_s H [\cos \theta_H \cos \theta + \sin \theta_H \sin \theta \cos(\phi - \phi_H)] \quad (3.10)$$

biçiminde ifade edilir. Burada θ_H ve ϕ_H uygulanan alanın kutupsal ve azimut açılarıdır.

3.5.1.2. Dimanyetizasyon Enerjisi

İnce bir film için aşağıdaki gibi ifade edilebilir:

$$E_{\text{dim}} = 2\pi M_z^2 = 2\pi M_s^2 \cos^2 \theta \quad (3.11)$$

burada M_z mıknatıslanma vektörünün film normali yönelimi boyunca olan bileşenidir.

3.5.1.3. Anizotropi Enerjisi

C-ekseni film düzlemine dik olan bir hcp yapısı için anizotropi enerjisi aşağıdaki gibi ifade edilebilir:

$$E^{ani} = K_{u2} \sin^2 \theta + K_{u4} \sin^4 \theta + (K_{u6}^0 + K_{u6}^1 \cos 6\phi) \sin^6 \theta + \dots \quad (3.12)$$

Malzemelerin çoğunda birinci terim baskındır, üçüncü ve daha üst dereceden terimler

genelde çok küçüktür ve ihmal edilir.

Yukarıdaki terimler birleştirildiğinde, dış alanın x-z düzleminde uygulandığını kabul edersek, tek tabakalı bir film için yönelim bağımlı manyetik enerji şu şekilde verilir:

$$E = -M_s H (\cos \theta_H \cos \theta + \sin \theta_H \sin \theta \cos \phi) + K_{u2}^{eff} \sin^2 \theta + K_{u4} \sin^4 \theta \quad (3.13)$$

burada $K_{u2}^{eff} = K_{u2} - 2\pi M_s^2$ 'dir ve efektif tek-eksenli anizotropi enerji katsayısıdır. Hemen hemen bütün tek tabakalı filmler için dimanyetizasyon enerjisi $2\pi M_s^2$ dir ve birinci derece tek-eksenli anizotropi enerjisi K_{u2} 'den çok büyüktür. Bundan dolayı dağınım bağıntısındaki hesaplamalarda $K_{u2}^{eff} < 0$ kabul edilir.

Denklem (3.14)'in sağındaki ikinci terim Heisenberg değiş-tokuş (exchange) hamiltoniyeninden gelen katkıdır ve şöyle verilir:

$$H_{ex} = -2 \sum_{i>j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (3.14)$$

i ve j üzerindeki toplama tüm örgü bölgelerini kapsar ve J_{ij} (ferromanyetik malzemeler için $J_{ij} > 0$ dir) en yakın komşu için sınırlandırılmıştır. Değiş-tokuş etkileşmesi çok büyük olduğundan dolayı, ferromanyetik malzemelerdeki spinler hemen hemen paraleldir. Spin sistemlerindeki herhangi bir kargaşalık, örgü içindeki bölgelerdeki spinlerin yönelimlerinde küçük değişiklikler üretecektir. Sonuç olarak, i konumunda bulunan $\vec{S}_i$ spinine göre komşu $\vec{S}_j$ spininin değişiminin Taylor serisindeki açılımı kullanılarak değiş-tokuş (exchange) hamiltoniyeni tekrar aşağıdaki gibi yazılabilir:

$$H_{ex} = 2zJ \sum_i \vec{S}_i^2 - J \sum_{i,j(nn)} \vec{S}_i \cdot \left[(\vec{r}_j - \vec{r}_i) \cdot \vec{\nabla} \right]^2 \vec{S}_i + \quad (3.15)$$

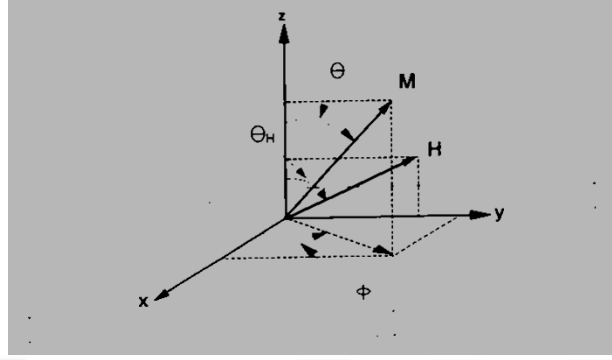
burada z yakın komşuların sayısıdır. Denklem (3.16)'nın ikinci terimi tork denklemindeki (Denklem (3.15)'in son terimi) değiş-tokuş katkısından kaynaklanan spin momentumu üzerinde bir tork üretir.

Denge durumunda, her bir taraftaki manyetik spinler birbirlerine paralel olacaktır, bundan dolayı Denklem (3.15)'in sağ tarafındaki değiş-tokuş terimi sıfır olacaktır. Ayrıca, denge durumu zamandan bağımsız olduğundan dolayı ($d\vec{M}/dt = 0$), θ_0 ve ϕ_0 Denklem (3.16)'da enerji bağıntısı kullanılarak Denklem (3.15)'den elde edilebilir:

$$H \sin(\theta_0 - \theta_H) + H_{u2}^{eff} \sin \theta_0 \cos \theta_0 + H_{u4} \sin^3 \theta_0 \cos \theta_0 = 0 \quad (3.16)$$

$$\phi_0 = 0$$

burada $H_{u2}^{eff} = 2K_{u2}^{eff} / M_s$ ve $H_{u4} = 4K_{u4} / M_s$ anizotropi alanları kullanılmıştır. ϕ şartı statik mıknatıslanma vektörünün daima x-z düzleminde olduğunu gösterir.



Şekil 3.5. Numune geometrisine ve numunenin uygulanan sabit manyetik alan H ye göre M durgun manyetik alan.

Hareketin tork denklemi (Denklem (3.15)), Denklem (3.17) kullanılarak $\theta = \theta_0$ ve $\phi = \phi_0$ da, aşağıdaki gibi açılabilir:

$$\frac{dm_\theta}{dt} = -\gamma \frac{E_{\theta\phi}}{M_s \sin \theta} m_\theta - \gamma \frac{E_{\phi\phi}}{M_s \sin^2 \theta} m_\phi - \gamma \frac{2A}{M_s} \nabla^2 m_\phi \quad (3.17)$$

$$\frac{dm_\phi}{dt} = \gamma \frac{E_{\theta\theta}}{M_s} m_\theta + \gamma \frac{E_{\theta\phi}}{M_s \sin \theta} m_\phi + \gamma \frac{2A}{M_s} \nabla^2 m_\theta$$

burada $E_{\theta\theta} = \frac{\partial E}{\partial \theta \partial \theta}$, $E_{\theta\phi} = \frac{\partial E}{\partial \theta \partial \phi}$ ve $E_{\phi\phi} = \frac{\partial E}{\partial \phi \partial \phi}$ 'dir. m_θ ve m_ϕ nin zaman ve uzay

değişimlerinin $e^{-i(\omega t - k_z z)}$ yapısına uyduğunu kabul ederek, yukarıdaki eşitlik kullanılarak dağılım bağıntısı aşağıdaki gibi elde edilir:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma} \right)^2 = \left(\frac{E_{\phi\phi}}{M_s \sin^2 \theta} + \frac{2A}{M_s} k_z^2 \right) \left(\frac{E_{\theta\theta}}{M_s} + \frac{2A}{M_s} k_z^2 \right) - \frac{E_{\theta\phi}^2}{M_s^2 \sin^2 \theta} \quad (3.18)$$

Burada sadece z-yönü boyunca olan k_z spin dalga vektörleri alınmıştır (film düzlemine dik).

Genel olarak $k = (k_x, k_y, k_z)$ olmak üzere üç boyutlu bir vektördür. Her ne kadar, x ve y yönlerindeki en düşük spin dalga vektörleri (her biri manyetostatik moda karşılık gelir) film

ölçüleri mertebesinde olan dalga boylarına karşılık gelse de, bu modlar için $\frac{2A}{M_s} k^2$ değiş-

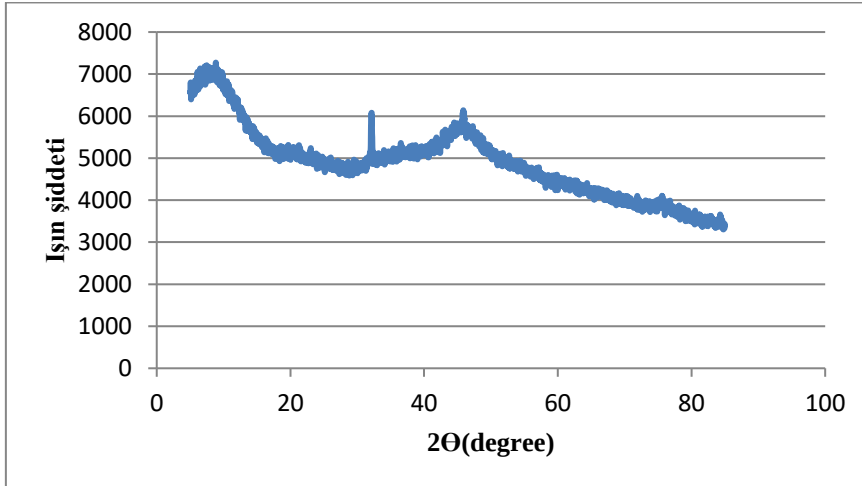
tokuş enerjisi dağılım bağıntısına anlamsız bir katkıda bulunacaktır (Sohoo, 1965).

4. BULGULAR

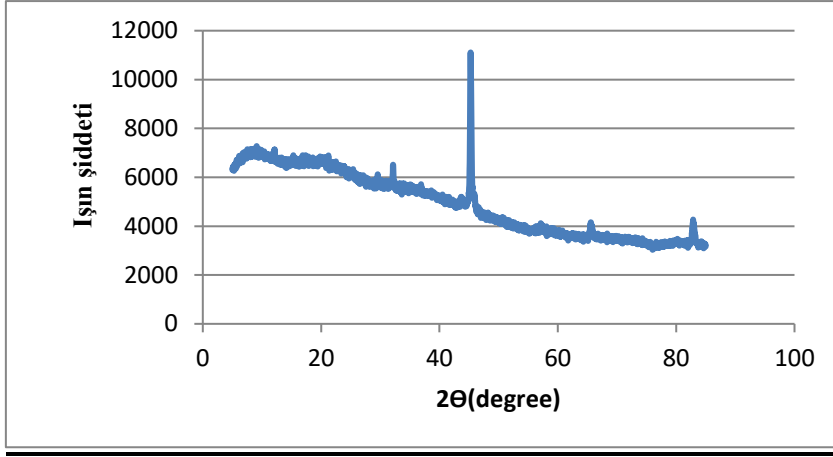
Bu çalışmada Düzlem Akışlı Döküm Metodu (Planar Flow Casting Method) kullanılarak amorf yapıda elde edilen 40 mikrometre kalınlığında Metalik Cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ kullanıldı. Isıl işlemlerin malzeme üzerine dolayısı ile domainler üzerine etkisini tam tespit etmek için, numuneler aynı boyutlarda 4 parça olarak hazırlandıktan sonra alkol ve aseton ile temizlendi oda şartlarında kurutuldu ve ısıtıl işlemlere geçildi. Numunelerden bir tanesi ısıtıl işleme tabi tutulmadı. Diğer 3 numune 500 °C’de sırasıyla 1 dakika, 5 dakika, 30 dakika ısıtıldı. Numuneler ısıtıl işlemden sonraki her analizden önce alkol ve aseton ile tekrar temizlenerek analizlere hazır hale getirildi.

4.1. XRD Analizi

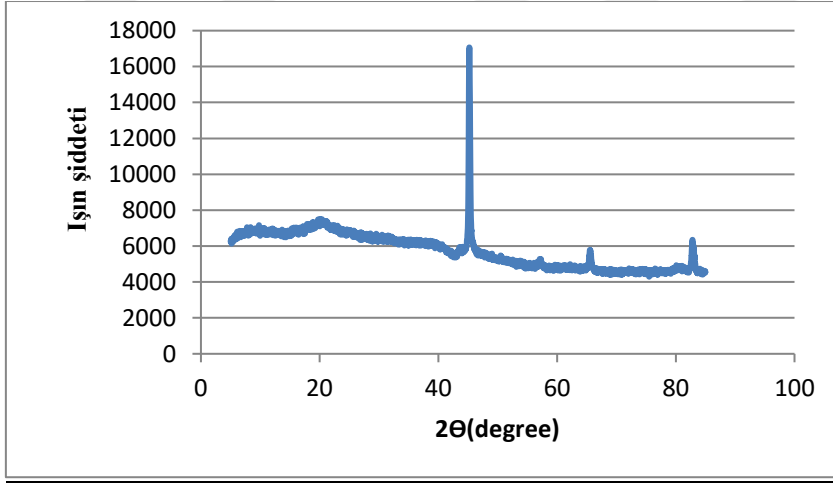
XRD yöntem ile malzemenin içinde bulunan kimyasal bileşenlerin cinsi ve bu bileşenlerin malzeme içinde hangi fazda bulundukları belirlenerek nitel analiz yapılabilir. Isıl işlemin atomik yapı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla numuneler 500°C’de ısıtılmış fırında sırası ile 1 dakika 5 dakika, 30 dakika boyunca ısıtıldı. Isıtılmayan numune ve ısıtılan numunelerin XRD analizleri yapıldı. Isıtılmamış ve ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camının XRD analizleri Bozok Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde Cu K α ile PAN alytical marka Empryrean modeli cihazda yapıldı. Numuneler için elde edilen XRD grafikler Şekil 4.1- 4.4’de verilmiştir.



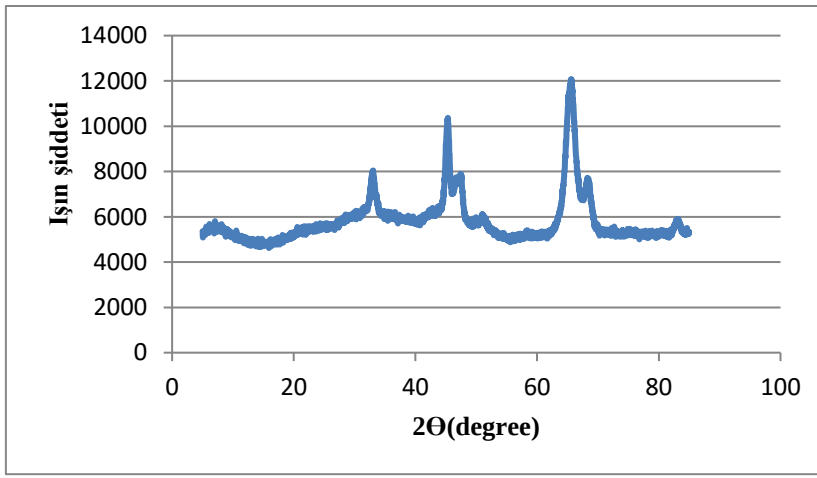
Şekil 4.1. Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın XRD grafiği.



Şekil 4.2. 500 °C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın XRD grafiği.



Şekil 4.3. 500 °C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın XRD grafiği.



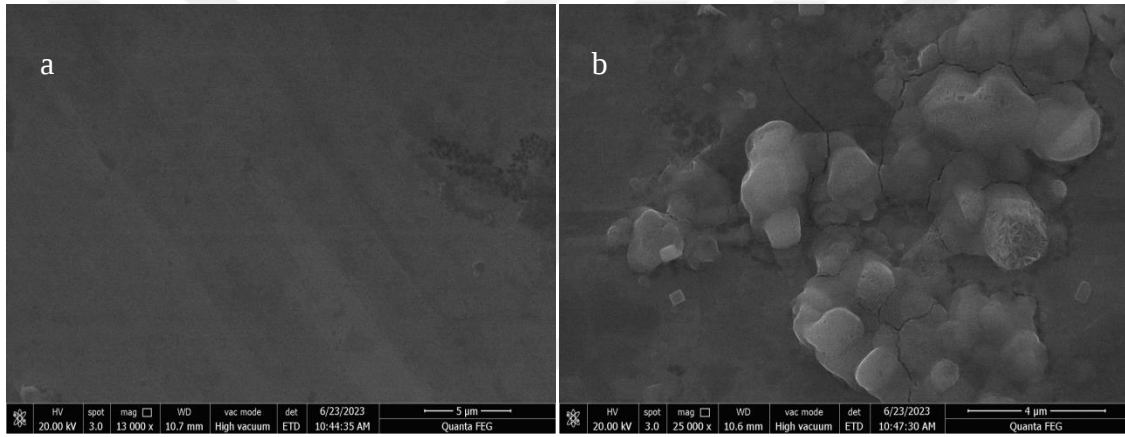
Şekil 4.4. 500 °C’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ Metalik Camın XRD grafiği.

Şekil 4.1 incelendiğinde, ısıtılmamış numunede amorf yapılarda az da olsa dislokasyonlara sahip olduğundan piklerin belirginliğinin az olduğu, Şekil 4.2 - 4.4’de ısıtma sonucunda piklerin oluşmaya başladığı ve ısıtma süresi arttıkça kristalleşmenin olduğu görülmektedir.

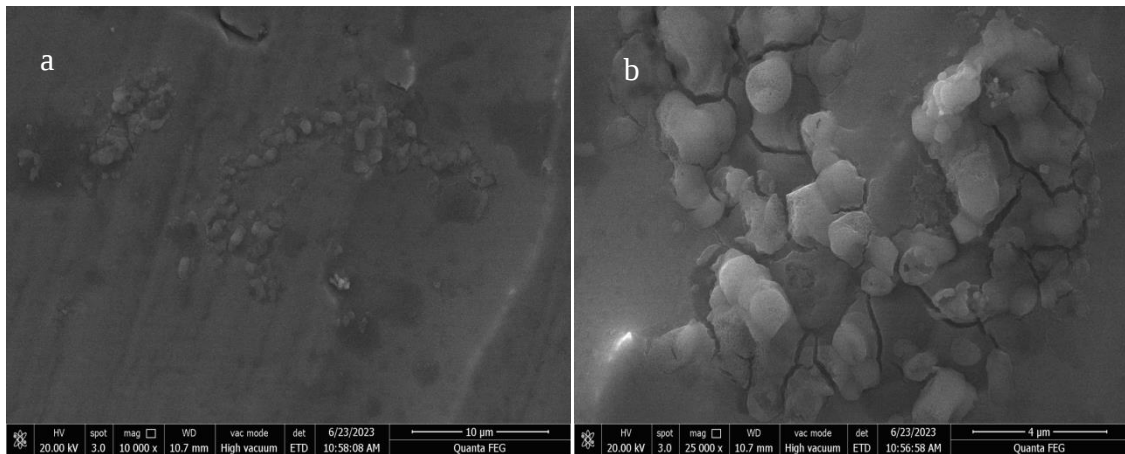
4.2. SEM Analizi

Isıtılmamış ve ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camının SEM analizleri Bozok Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde FEI marka Quanta FEG 450 modeli cihazında yapılmıştır.

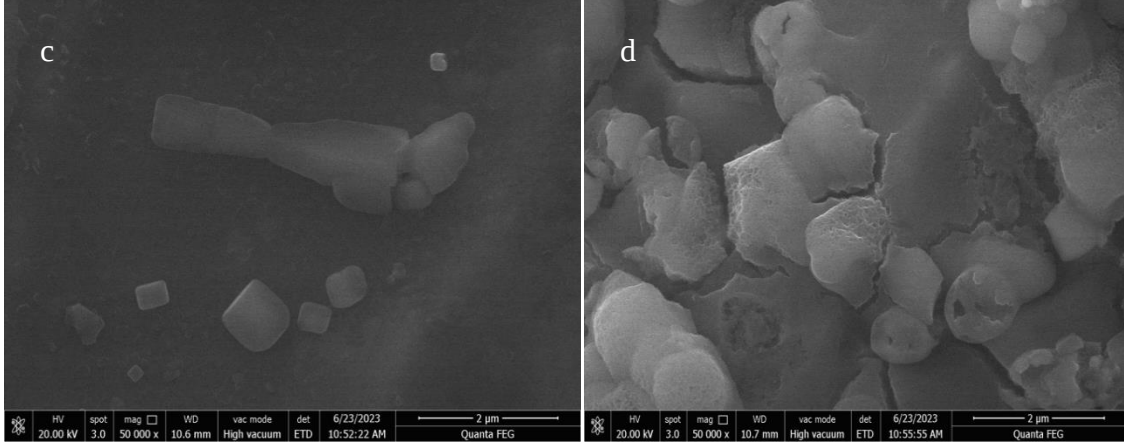
Numuneler için elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.5-4.8’de verilmiştir.



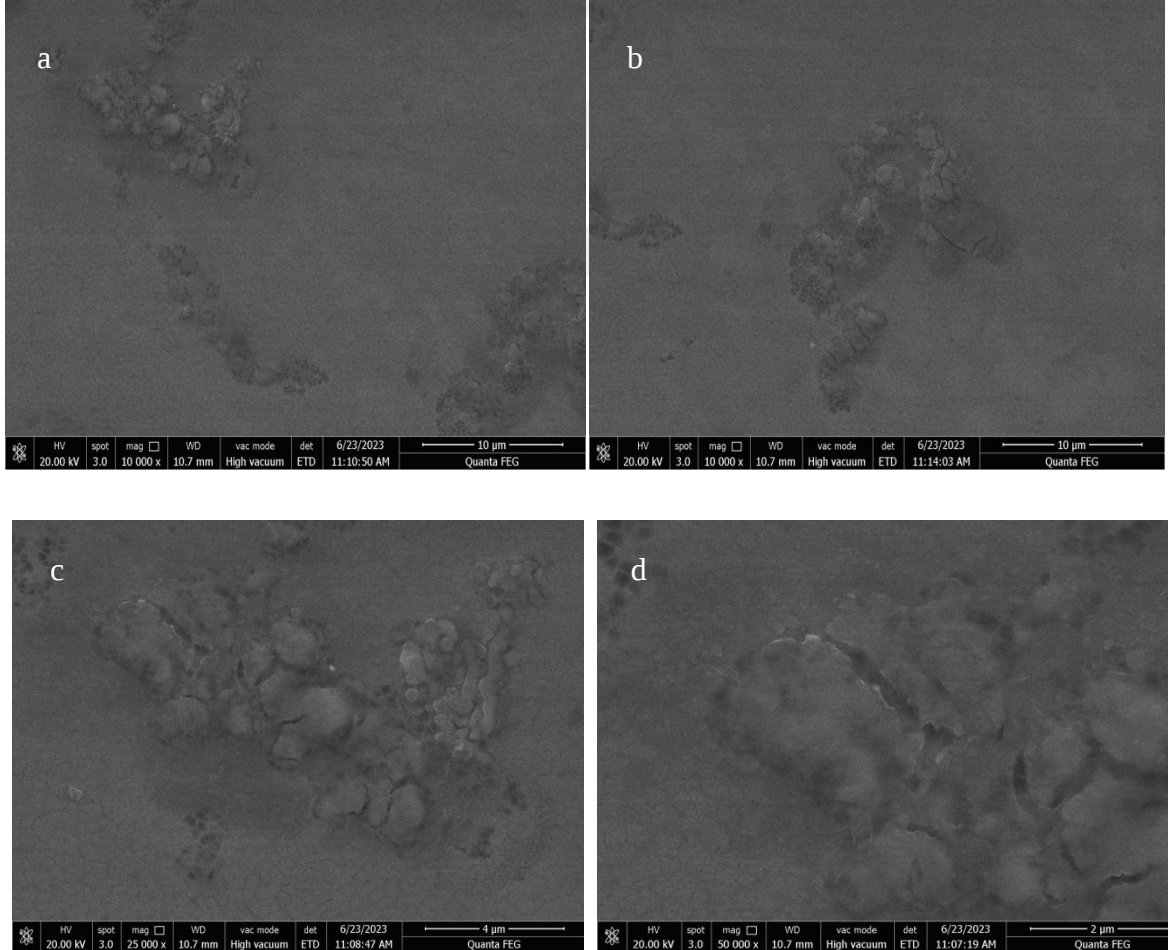
Şekil 4.5. (a, b) Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri



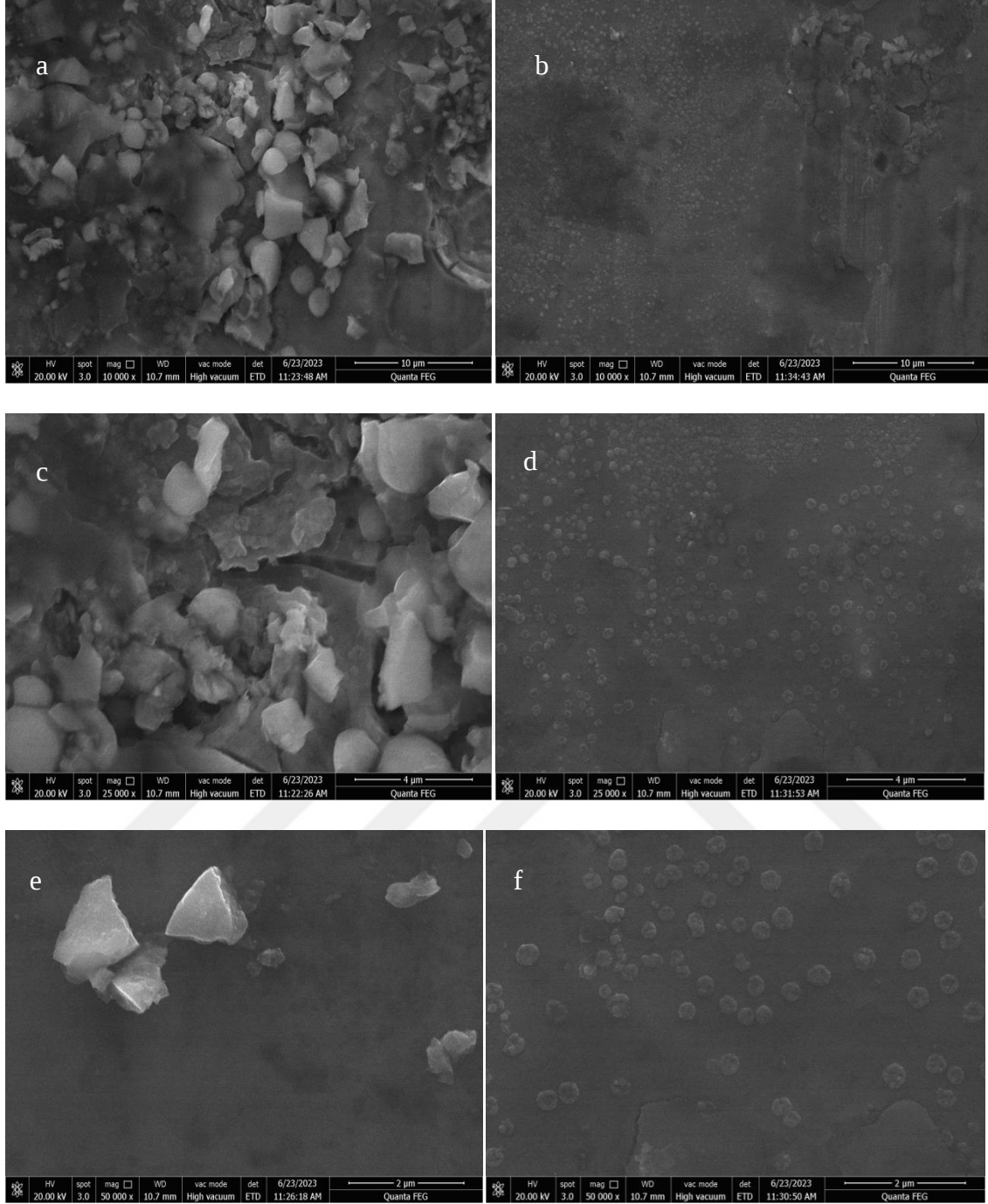
Şekil 4.6. (a, b, c, d) 500 °C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri.



Şekil 4.6. (a, b, c, d) 500 °C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri.



Şekil 4.7. (a, b, c, d) 500°C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri.



Şekil 4.8. (a, b, c, d, e, f) 500°C’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın SEM görüntüleri.

Şekil 4.5 Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik cam numune için (farklı büyütme) 10000X, 13000X, 25000X ve 50000X büyütme görüntüleri verilmiştir. Isıtılmamış numunenin SEM görüntülerinden atomik yapının homojen amorf olduğu anlaşıyor. Şekil 4.6’da 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik cam numune için (farklı büyütme) 10000X, 25000X ve 50000X büyütme mikro yapı görüntüleri verilmiştir. Atomik yapının kristalleşmeye başladığı görülmektedir. Şekil 4.7’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$

Metalik Cam numune için (farklı büyütme ölçeklerinde) 10000X, 25000X ve 50000X büyütme mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Atomik yapıda kristalleşmenin belirginleştiği görülmektedir. Şekil 4.8’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ Metalik Cam numune için (farklı büyütme ölçeklerinde) 10000X, 25000X ve 50000X büyütme mikroyapı görüntüleri verilmiştir. SEM resimlerinden de anlaşıldığı üzere başlangıçtaki ısıtma işlemlerinde çekirdeklenme ve bölgesel kristallenme (hatta nano yapı) gözlenmiştir (Şahingöz vd, 2009, Şahingöz vd, 2010). Isıtma işlemlerin ileriki safhalarında ise kristallenme ve tanelerin varlığı daha da belirginleşir ayrıca faz geçişleri gözlenmeye başlanmıştır.

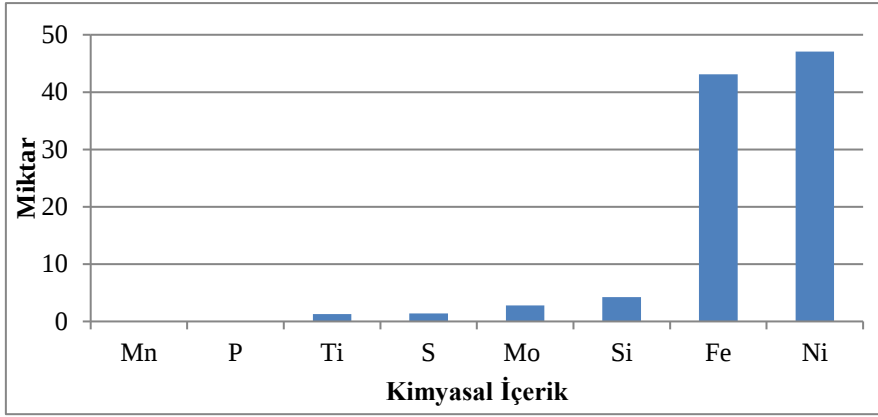
4.3. XRF Analizi

XRF metal alaşımların, minerallerin ve petrol ürünlerin bileşimlerini analiz etmede kullanılır.

Her elementin kendine özgü karakteristik ışıması mevcuttur. Ayrıca XRF kantitatif bir yöntemdir. Numunedeki atomlar tarafından yayılan X-ışınları bir detektör tarafından toplanır. Ardından enerjiye karşı X-ışınının yoğunluk noktalarını gösteren bir spektrum oluşturulur. Her enerji pik element tanımlar ve pik alanı-yoğunluğu, numunedeki elementin miktarını gösterir.

Bu analizin avantajlı olan yönleri hızlı analiz edebilme, çok farklı materyalde, geniş bir yelpazede ölçüm yapılabilir olması, zararsız ve çok az miktardaki numunelerde sonuç verebilmesidir. Diğer tekniklere göre oldukça düşük maliyetlidir. Bu çalışmada kullanılan XRF cihazı Olympus Vanta Serisi Portatif cihazdır. MKE A.Ş. Çelik ve Pirinç Fabrikası Kalite Müdürlüğü Laboratuvarı cihazıdır.

$\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ Metalik Cam numuneleri öncelikle alkol ve/veya aseton ile temizlenerek analize hazırlandı. Daha sonra el tipi XRF cihazı ile yapılan analizde Fe, Ni, Mo, Si değerlerinin numune metalik cam için $\text{Fe}_{43}\text{Ni}_{47}\text{Mo}_3\text{Si}_4$ olduğu görüldü. Eldeki literatür değerleri ise $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ ’dir. Borun tespit edilememesi ve oranlardaki küçük sapmaların bizim numunenin çok ince ve de yüzeyinin 1cm^2 ’den küçük olmasından kaynaklandığını düşünüyoruz. Bu değerlerin atomik sayısı olduğu dikkate alındığında farklılıkların oldukça az olduğu anlaşılır (Şekil 4.9).

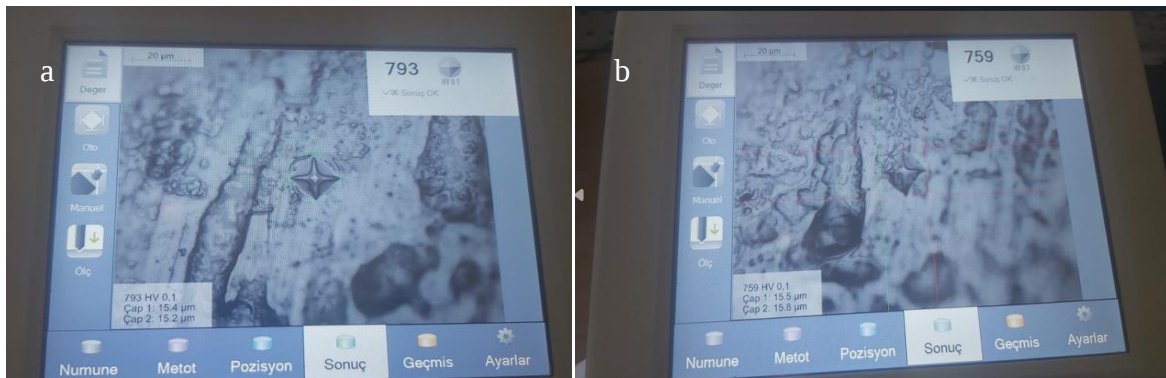


Şekil 4.9. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın bolluk miktarına göre XRF ile edilen kimyasal içerik.

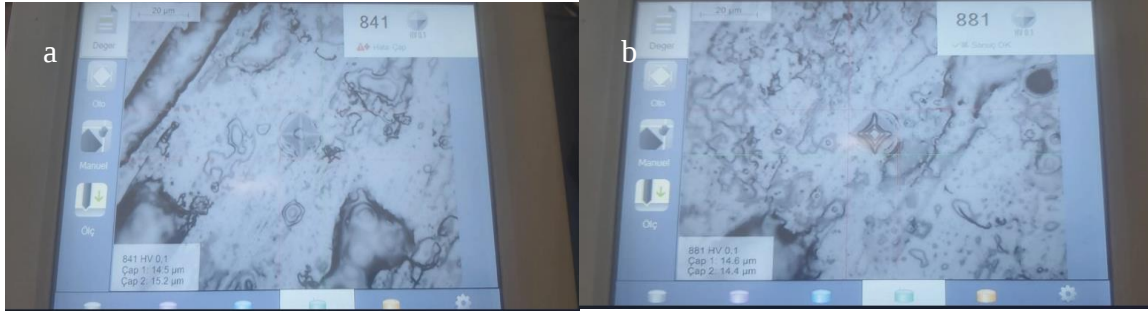
4.4. Vickers Sertlik Analizi

Bu çalışmada kullandığımız numunenin kalınlığı 40 mikron olması sebebiyle Vickers sertlik ölçümü ve mikro-sertlik ölçme cihazı EmcoTest DuraScan 20 tercih edilmiştir. Cihaz MKE A.Ş. Hafif Silah Fabrikası Kalite Müdürlüğü Laboratuvarı cihazıdır.

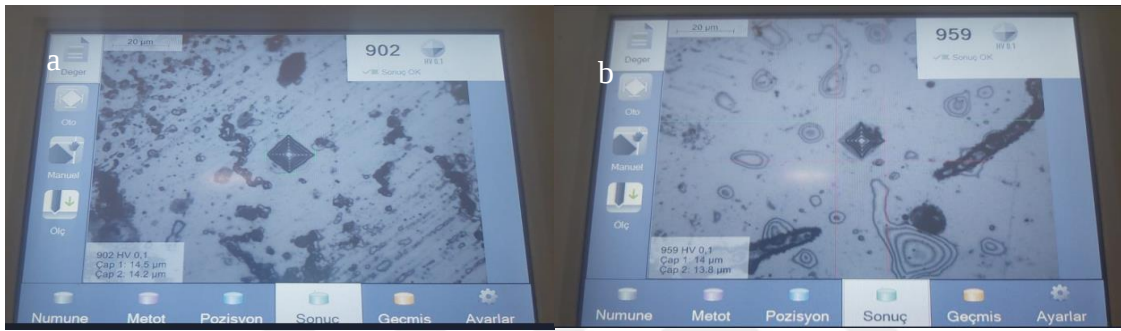
Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ numuneleri analiz öncesi alkol ile temizlenerek analize hazırlandı. Numuneler için elde edilen HV0,1 sertlik ölçümleri Şekil 4.10-4.13'te verilmiştir. Isıl işlem sürelerine bağlı değişen sertlik grafiği Şekil 4.14'te verilmiştir.



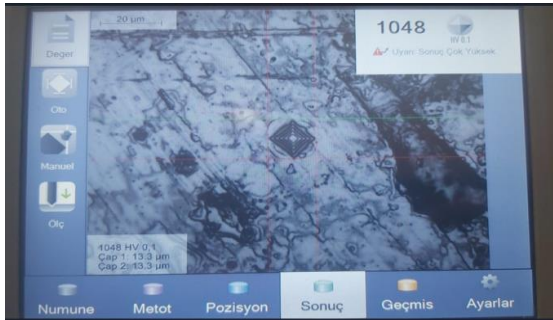
Şekil 4.10. (a, b) Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.



Şekil 4.11. (a, b) 500°C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.



Şekil 4.12. (a, b) 500°C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüleri.



Şekil 4.13. 500°C’de 30 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm görüntüsü.

Tablo 4.1. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Vickers sertlik ölçüm değerleri.

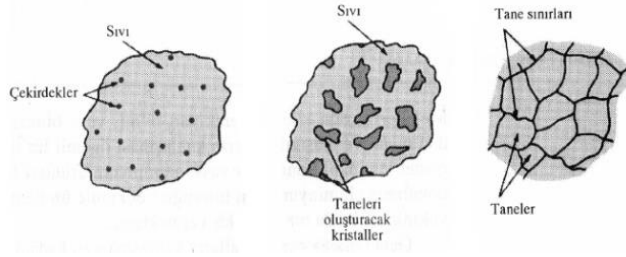
Zaman	a	b	Ortalama
Isıtılmamış	793	759	776
500°C’ 1 dakika ısıtılmış	841	881	861
500°C’ de 5 dakika ısıtılmış	902	959	930,5
500°C’ de 30 dakika ısıtılmış	1048		



Şekil 4.14. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın Sertlik Değişimi-Isıl İşlem Süresi.

Isıl işlemlerle $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın amorf tan kristale değişimi açık bir şekilde görülmektedir. Sertliğin, ısıtılmamış numunede daha düşük ve ısıtılma süresi arttıkça %25 gibi oldukça büyük bir değişim gösterdiği Şekil 4.14'ten anlaşılmaktadır.

Kristal yapıli metallerin son katmanındaki elektronlar, metal atomları tarafından kuvvetle çekilmedikleri için katı içerisinde her yöne doğru akabilen bir bulut oluşturlar. Metal kristallerinin bir elektron bulutu içine düzenli şekilde yerleşmiş artı yüklü iyonlardan oluştuğu düşünülebilir. Metaldeki bağ elektronları tüm kristal boyunca yayılmıştır. Bu dağılımdan kaynaklanan büyük kohezyon kuvvetleri metallerin sertliğini belirler.



Şekil 4.15. Kristalleşme, taneleşme.

Numunelerde ısıtılma sürelerinin artması ile amorf tan kristale geçişte sertliğin kristalleşme ile yükseldiği görülmektedir.

Bu kadar ince bir numunenin kırılğan olmaması aynı kompozisyonlu kristal yapıli numuneden daha çok tercih edilme sebeplerinden biridir.

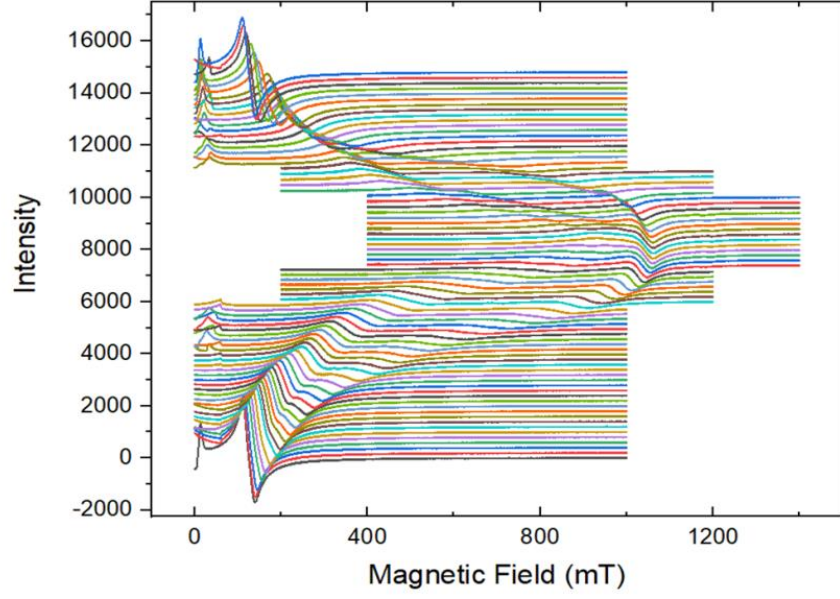
4.5. FMR Analizi

Eritilmiş, metalik alaşım $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ kompozisyonlu metalik cam, Planar Flow Casting metodu ile yani soğutulmuş döner tambur üzerine püskürtülerek elde edildi. Malzeme Vitro VAC 4040 olarak bilinen manyetik bakımdan yumuşak malzemedir. FMR tekniği ile manyetik özellikleri ölçümüne geçmeden önce numunenin Amorf olup olmadığı XRD ile kontrol edildi ve amorf yapıya has metalik cam numunelerimizin temel manyetik özelliklerini incelemek için Ferromanyetik rezonans (FMR) tekniği kullanıldı. Analiz Gebze Teknik Üniversitesi Nanoteknoloji Enstitüsü'ne ait X BAND (9.8 GHz) JEOL-JES-FA300 Elektron Spin Rezonans Spektrometresi cihazında yapıldı. Numune spektrometre içinde gonyometre ile döndürülerek mikrometre manyetik DC alan içinde hem dikine hem de numune yüzeyi dik olacak şekilde manyetik alana maruz de numune yüzeyine paralel olacak şekilde yerleştirildi. Numune tutucunun alt tarafına uygun bir şekilde yerleştirildi. Buradaki ölçümler out of plane yani yüzeye dik olarak elde edilmiştir. Paralel uygulamalarda kayda değer bir değişiklik gözlenmemiştir. Numuneler FMR ölçümlerinden önce uygun ölçülerde hazırlanarak alkol, aseton ve ultrasonik temizleme yapıldıktan sonra klasik fırın 500 °C'de sabit sıcaklığa getirilmiştir. Bu sıcaklık numunenin Curie sıcaklığının (270 °C) üzerinde seçilmiştir. Numunenin metalik camsı yapıdan kristalleşmiş yapıya gidişin fiziksel özellikle de manyetik özelliklerdeki değişimi gözlemek içindir.

Numuneler için elde edilen Manyetik Alan (mT)-Yoğunluk (Intensity) spektrumları Şekil 4.16, Şekil 4.17, Şekil 4.18 ve Şekil 4.19'de verilmiştir. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camının yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi ısıtılmamış numune, 500 °C'de 1 dakika ısıtılmış numune, 500 °C'de 5 dakika ısıtılmış numune, 500 °C'de 30 dakika ısıtılmış numune için Şekil 4.20-4.23'te görülmektedir.

VAC4040-(tavlanmamış)

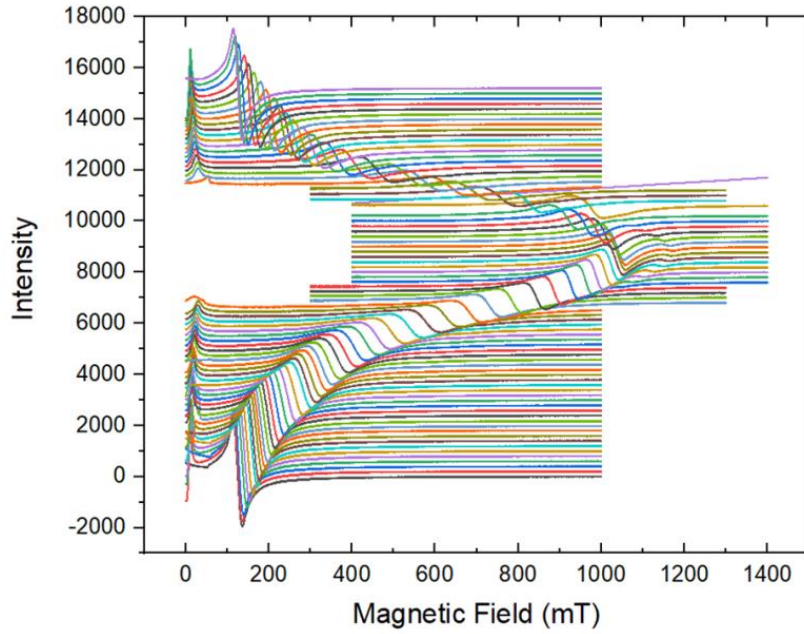
FMR Measurement at RT



Şekil 4.16. Isıtılmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.

VAC4040-(1 min-annealed)

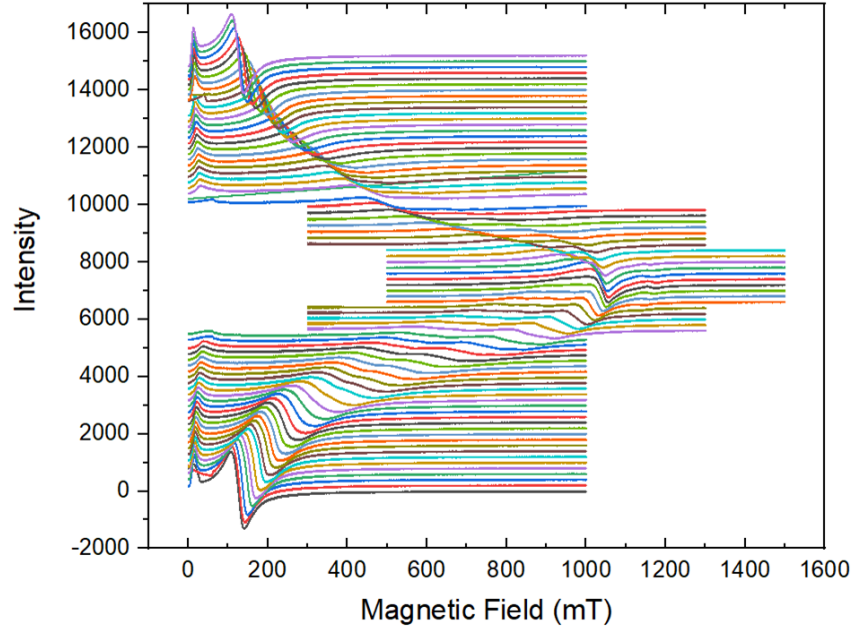
FMR Measurement at RT



Şekil 4.17. 500 °C’de 1 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.

VAC4040-(5 min-annealed)

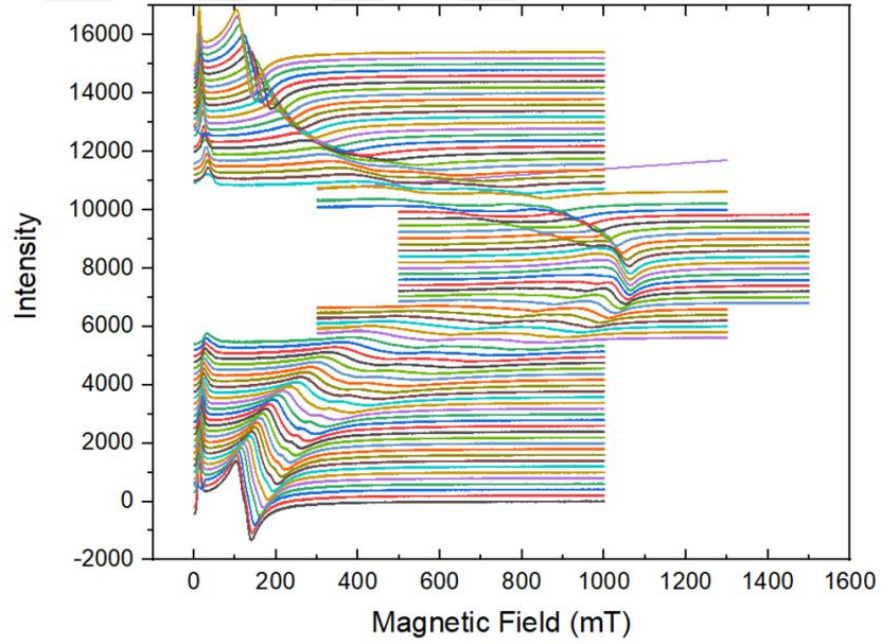
FMR Measurement at RT



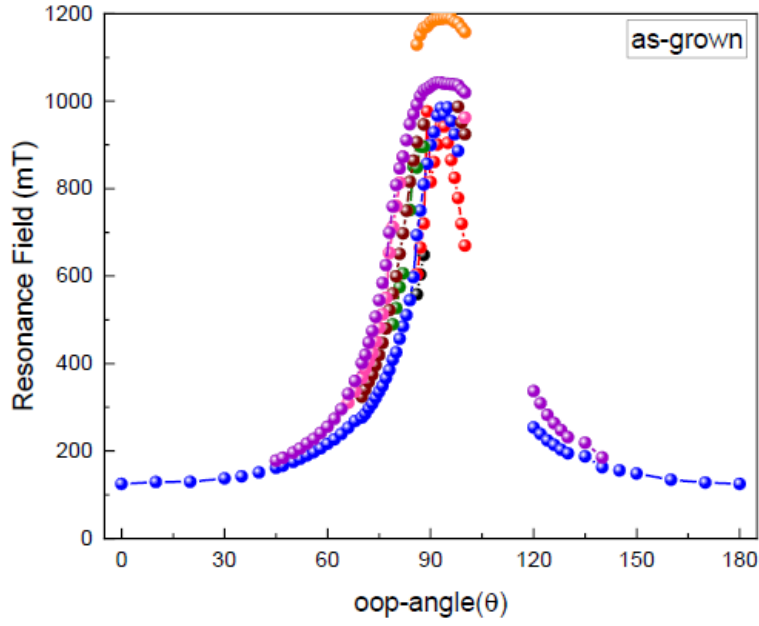
Şekil 4.18. 500 °C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.

VAC4040-(30 min-annealed)

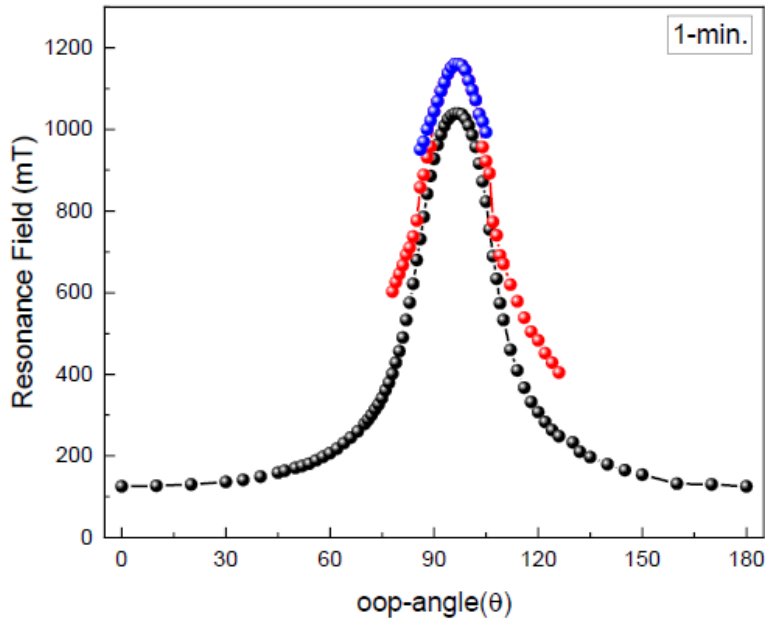
FMR Measurement at RT



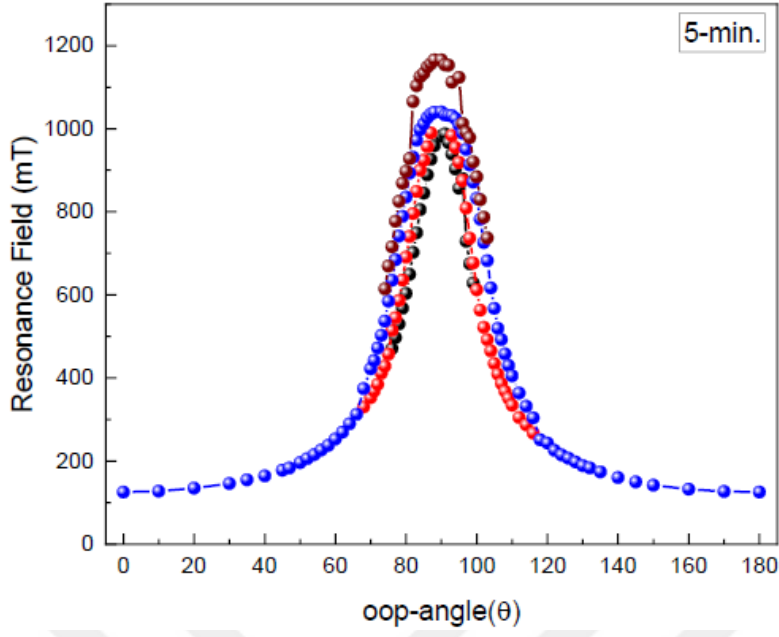
Şekil 4.19. 500 °C’de 5 dakika ısıtılmış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın FMR spektrumu.



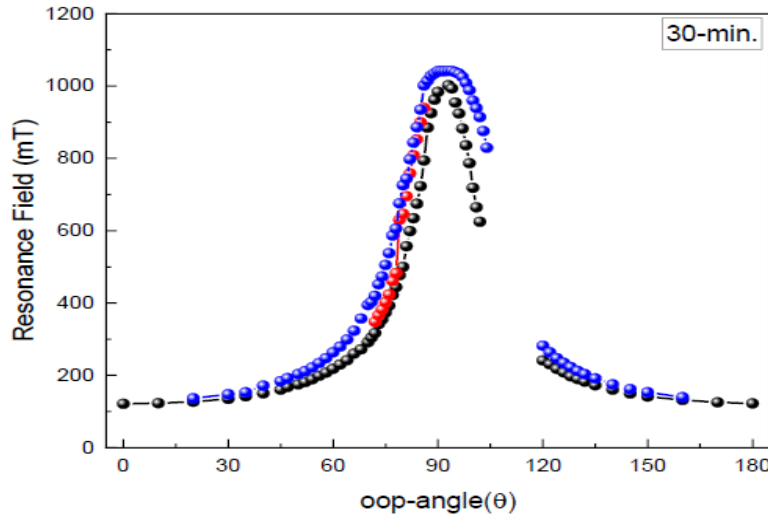
Şekil 4.20. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (ısıtılmamış numunede).



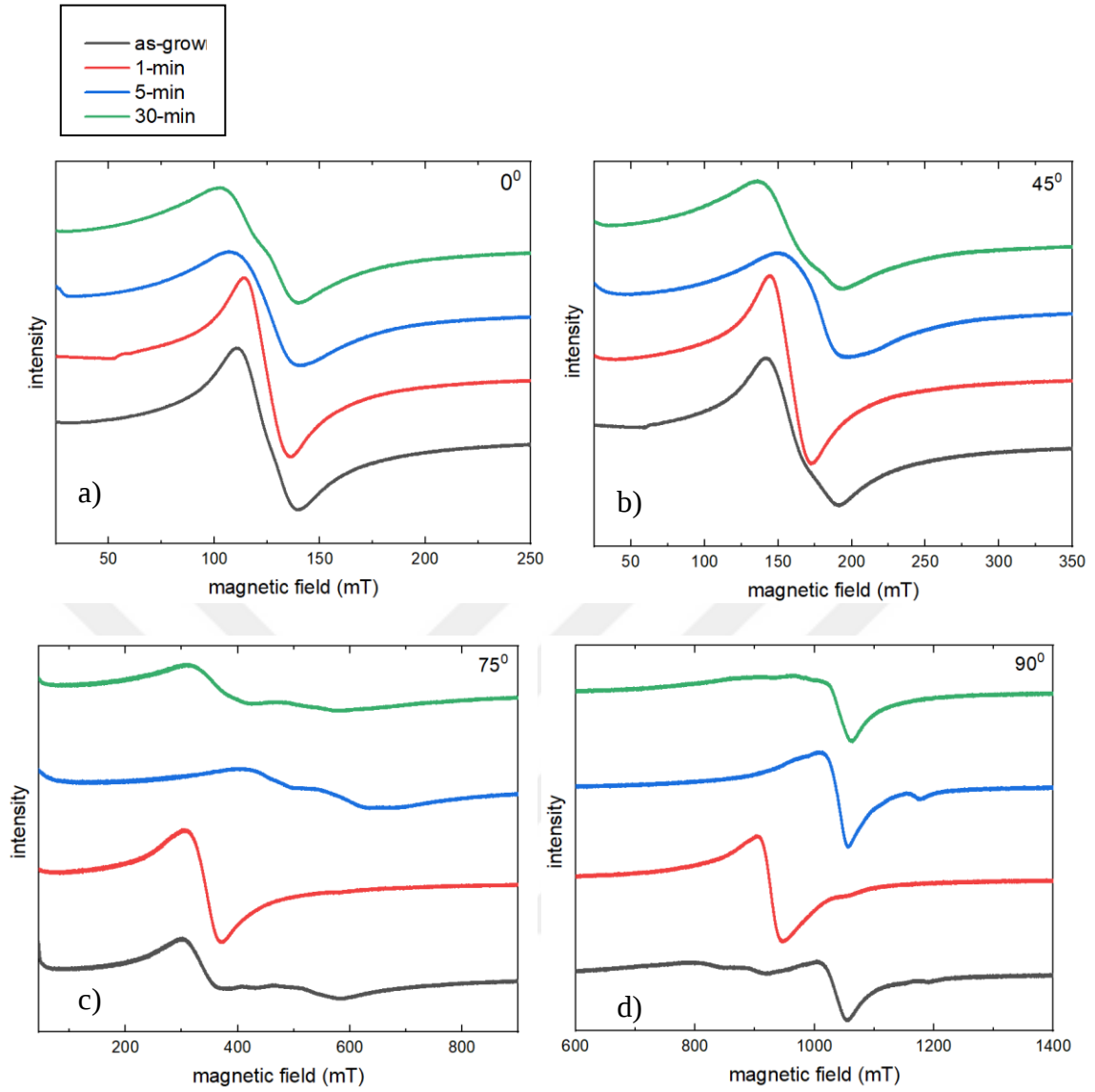
Şekil 4.21. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500°C 'de 1 dakika ısıtılmış numunede).



Şekil 4.22 $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500°C’de 5 dakika ısıtılmış numunede).



Şekil 4.23. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın yüzeyine dik manyetik alan uygulandığında açığa bağlı rezonans değişimi (500 °C’de 30 dakika ısıtılmış numunede).



Şekil 4.24. $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camın a) ısıtılmamış, b) 500 °C’de 1 dakika ısıtılmış, c) 500°C’de 5 dakika ısıtılmış ve d) 500 °C’de 30 dakika ısıtılmış numunelerin şiddet-manyetik alan grafikleri.

Şekil 4.24’te Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ 1 mm X 1 mm boyutlarında hazırlandıktan sonra FMR ölçümleri aynı açıda ısıtılma etkileri sırası ile aşağıdan yukarıya doğru sırası ile; ısıtılmamış, 1 dakika 500°C, 5 dakika 500°C, ve 30 dakika 500°C, ısıtılmış şiddet – manyetik alan eğrileri görülmektedir. Buradaki sabit tutulan açıda anizotropik davranış oldukça belirgindir. Bu davranışların sebebi malzeme ısıtılıp oda sıcaklığında soğutulmuş ölçüler alındığı için aynı numune işleme tabi tutulduğundan ve aynı malzeme olduğu için tamamen $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ camsı yapıdaki değişimlerden kaynaklı şiddet değişimleri gözlenmektedir. ısıtılmamış numunede defektler ve düzenli bir yapı olmadığı için manyetik etkin manyetiklenmenin pik değerleri uygulanan alan büyüklüğü aynı olsa bile farklılıklar

göstermektedir. Atomik yer deęiřtirme ve stres-relaksasyonun etkisi, manyetik özelliklerin de deęiřimini tetiklemektedir. Yani spin-spin spin-yörünge etkileřmeleri de fiziksel yapısal deęiřimden dolayı deęiřmektedir. řekil 4.24 (b, c, d)'de benzeri deęiřimler oldukça belirgindir. Bu grafiklerden anlařılan odur ki ısııl iřlem ile mükemmel ham manyetik malzeme olan $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ ile kontrollü manyetik iyileřtirme yapabiliriz. Isıl iřlemler g deęeri, Methin, manyetik anizotropi deęerleri kontrol edilebilir (bu deęerler ayrıca grafikler yardımı ile hesaplanabilir). Optimum deęerler, isteęe baęlı olarak ihtiyaç duyulan iřlemden sonra durdurularak malzeme entegre bir devrenin manyetik alıcı ve/veya manyetik verici ve/veya konumu için hazırlanabilir.



5. TARTIŞMA

Teknolojideki gelişmeler kullanışlı ve üstün özelliklere sahip malzemelere ihtiyacı arttırmaktadır. Bu amaçla yapılan çalışmalar daha iyi özelliklere sahip malzemelere ulaşmak için üretim yöntemlerindeki farklılaşmalarla konvansiyonel malzemelerden farklı olarak amorf yapıdaki metalik camların geliştirilmesini sağlamıştır. Metalik camların üretimi yüksek soğutma hızlarında katılaştırmaları ile sağlanmaktadır. Metalik camların, daha iyi mekanik, termal, elektriksel ve manyetik özellikleri kullanım alanlarını (makine, elektronik, tıp, otomotiv, havacılık vb.) genişletmiş ve ihtiyaç duyulan bir malzeme haline getirmiştir. Bu çalışmada, $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camının manyetik özellikleri incelenmiştir. 500°C sıcaklıkta farklı ısıtma süreleri ile XRD, SEM, XRF, Vickers sertlik değerleri ve FMR analizi ölçümleri yapılmıştır. Farklı sıcaklıklarda, aynı ısıtma süreleriyle analizler tekrarlanabilir. Aynı alaşım için ve farklı bileşenleri için Hall taşıyıcı yoğunluğu ve Hall mobilite analizi yapılabilir.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Şiddet-manyetik alan şekillerinden görüldüğü gibi FMR spektrumları yüzeye dik geometride (OPG) uygulanan DC manyetik alan için çok kuvvetli anizotropik davranış göstermektedir. Açıya bağlı rezonans alan ölçümleri ısıtılmalardan sonra oda sıcaklığında yapıldı. OPG ölçümleri görülen anizotropik davranış Şiddet-Alan grafiklerinde (Şekil 4.10-4.13) de görüldüğü gibi $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ metalik camda bariz bir şekilde görülmektedir. Isıtılmamış, sonra, sırası ile 1 dakika, 5 dakika ve 30 dakika ısıtılmalara tabi tutulmuş numunelerdeki güçlü anizotropik artışın sebebi, fırında 500°C 'de sabitlenmiş fırındaki ısıtılma işlemi sebep olduğu fiziksel ve kimyasal değişimdir. İlgili şekiller FMR tekniği ile elde edilmiştir. Anizotropideki artış camsı (glass) yapıdan kristallenmeye doğru gidişten kaynaklanmaktadır. Bu anizotropideki artış kristallenmiş $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ numunenin geri dönüşümsüz (irreversible) olduğunu yani manyetik bakımdan daha büyük bir koersif H_c değerine sahip olduğunu buna ilaveten M-H histeresis alanının daha genişlediğini dolayısı ile kristallenmiş $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ yapının manyetik enerji kaybının daha fazla olduğunu malzemenin kısaca manyetik bakımdan daha sert olduğunu gösterir. Anizotropinin büyük olması ısıya tabi tutulan $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ numunenin çekirdeklenme ve de kristallenme meydana geldiğini gösterir (Şekil 4.13).

Rezonans alan - Açık grafikleri (Şekil 4.20-4.23) de bize teorik ve $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ numunenin işlem görmemiş ve ısıtılmalardan sonraki oda sıcaklığındaki uygulanan alanın açığa bağlı rezonans durumlarını göstermektedir. Manyetik alanın yüzeye paralel uygulanması durumunda rezonans değişimi gözlenemediğinden ölçümler sadece OPG düzleminde alınmıştır.

SEM resimlerinden de görüldüğü gibi As-Cast yani ısıtılmalara tabi tutulmamış $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ malzeme de yüzey resimleri gayet homojen olup yapı kusurları defektler ve kristaller arası keskin bağ yapıları ve de çekirdeklenme olmadığı için görüntü daha tek düze homojendir. Bölgesel farklılıklar bile daha azdır. Şekil 4.5 (a, b) ısıtılmamış ve Şekil 4.6 (a, b, c, d) 500°C 'de 1 dakika ısıtılmış numunenin SEM görüntülerinde rahatlatma (stress relaxation) meydana geldiğinden ve bazı ısıtılmalardan dolayı oksitlenme ve bölgesel nanometrik boyutta çekirdeklenme (nucleation) görülmektedir. Tane boyutları daha belirginleşmiş kimyasal bileşikler oluşmaya başlamıştır. 5 dakikalık ısıtılmalardan sonra oksitlenme daha geniş bir alanda nanostructure yapıda kristallenme ortaya çıkmıştır. XRD grafiklerindeki piklerde bunu doğrulamaktadır (Şekil 4.7 (a, b, c, d)). $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$

numunesi 30 dakika ısıtıldıktan sonraki durumda kristallenme tüm yüzey boyunca görülmekte ve bunlara ilaveten birinci faz kristallenme hatta ikinci faz kristallenme geçişleri görülebilir (Şekil 4.8 (a, b, c, d, e, f)). Oksitlenme daha çok yer kaplanmakta stress ve strainler tamamen yok olmuştur.

Metalik cam $\text{Fe}_{39}\text{Ni}_{39}\text{Mo}_4\text{Si}_6\text{B}_{12}$ malzeme manyetik sensör ve manyetik aktuator (alıcı-verici) yapımında bir elektronik devre elemanı olarak kullanılabileceği ve çeşitli işlemler sonucu; bu işlemler bizim bu çalışmada yaptığımız gibi fırında ısıtma işlemi, lazer ile ısıtma işlemi, yüksek akım ile ısıtma işlemi, düşük akım ile ısıtma işlemi, ısıtma işlemi ve manyetik alan uygulayarak yapılabilir (Yalçın vd. 2008; Şahingöz vd., 2009, 2010).

Isıtma işlemi tabii tutulmamış metalik cam oldukça iyi bir manyetik sensör ve manyetik aktuator (manyetik alıcı ve manyetik verici) olabilir. İlave olarak yüksek sıcaklık değişimlerine de duyarlılığından dolayı da sıcaklık sensör ve aktuator olarak test etmek mümkündür. İleriki çalışmalarda bir elektronik devrede kullanımı çalışmaları yapılabilir.

Bu tez çalışmasında metalik cam yapıların teknolojiye henüz olması gerektiği yerde olmadığını gördük, bunun için disiplinler arası çalışmalar ile teknolojiye ve özellikle de savunma sanayinde üretilerek büyük bir eksiklik giderilebileceğini gördük. Her tür metalik cam üreterek (tel, şerit ve hacimsel bulk) sanayinin hizmetine sunmak gerekir.

Bundan sonraki çalışmalarda bu malzemelerin üretimini gerçekleştirerek gerekli kimyasal mekanik ve fiziksel özelliklerinin karakterize edebilecek laboratuvarların kurularak malzemeyi en ideal şekli ile sanayimize kazandırmaktır.

7. KAYNAKLAR

- Amiya K, & Inoue A., Thermal stability and mechanical properties of Mg-Y-Cu-M (M = Ag, Pd) bulk amorphous alloys, *Mater Trans* 41: 1460–1462, 2000.
- Bayrak, M., Temel Elektrik ve Manyetizma. İstanbul: Atlas Yayın Dağıtım, 21, 2002.
- Chen H. S. & Polk D. E., Mechanical properties of NiFe based alloy glasses, *J. Non-Cryst. Solids* 15, 174, 8, 1974.
- Chen H. S. & Wang T. T., Mechanical properties of metallic glasses of Pd-Si based alloys, *J. Appl. Phys.* 41, 5338,9, 1970.
- Chen, H.S. (1980). Glassy metals. *Rep. Prog. Phys.*, Printed in Great Britain, Vol. 43, 353-432.
- Duwez P., Willens R.H. & Klement W., Continuous series of metastable solid solutions in silver-copper alloys, *J. Apply. Phys.* 31, 1136, 1960.
- Duwez P., Willens R. H. & Crewdson R. C., Amorphous phase in palladium-silicon alloys, *J. Appl. Phys.* 36, 2267, 1963.
- Duwez P., Lin S. C.H., Amorphous ferromagnetic phase in iron-carbon-phosphorus alloys, *J. Appl. Phys.* 38 4096-7, 1967.
- Egami T., Flanders, P. J. & Graham, C. D., Amorphous alloys as soft magnetic materials, *AIP Conf. Proc.* 24 697-701, 1974.
- Fujimori H., Masumoto T., Obi Y., Kikuchi, M. On the magnetization process in an iron-phosphorus-carbon amorphous ferromagnet, *Jap. J. Appl. Phys.* 13 1889-90, 1974
- Fujimori H., Masumoto T., Structure and properties of amorphous metals, *Suppl. Sci. Rep. RITU A* 181-9, 1978.
- Giessen B. C., Wagner C. N. J., *Liquid metals* ed S 2 Beer (New York: Dekker) 633 pp-95, 1972.
- Graham C.D., Egami T., Magnetic properties of amorphous alloys, *Ann. Rev. Mater. Sci.* 8, 423-57, 1978.
- Guntherodt H., J., (1985). *Rapidly Quenched Metals*, S. Steeb, H. Warlimmont (Eds.), Elsevier Science Publishers B.V., 1591.

- Gyorgy E. M., Leamy H. J., Sherwood R.C., Chen H. S., Amorphous alloys as soft magnetic materials II, AIP Conf. Proc. 29 198-203, 1976.
- Gyorgy E.M., Metallic Glasses (Metals Park, Ohio: ASM).pp 275-303. <http://en.wikipedia.org/wiki/Magnetostriction>, 1978.
- Inoue A., Wang, X.M., Zhang W., Developments and applications of bulk metallic glasses. Rev. Adv. Mater. Sci. 18: 1–9, 2008.
- Jones H., Splat cooling and metastable phases, Rep. Prog. Phys. 36, 1425-97, 1973.
- Kırmızıgül F., CdO ince filmlerin püskürtme yöntemi ile hazırlanması. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Adana, 1-2, 2008.
- Kittel C., Introduction to solid state physics / Charles Kittel.—8th ed. p. cm. 675p. ISBN 0-471-41526-X, 2005.
- Leamy H. J., Chen H. S., Wang T. T., Plastic flow and fracture of metallic glass, Metal. Trans. 3, 699-708, 1972.
- Libermann H., Graham C., Production of amorphous alloy ribbons and effects of apparatus parameters on ribbon dimensions, IEEE Transactions on Magnetics, Vol Mag-12, No 6, 1976.
- Masumoto T., Maddin R., The mechanical properties of palladium 20 at/o silicon alloy quenched from the liquid state, Acta Metall. 19, 725-41, 1971.
- Mohan R.S., Jurgen E., Loser W., Cooling rate evaluation for bulk amorphous alloys from eutectic microstructures in casting processes, Mater Trans 43, 1670–1675, 2002.
- Naka M., Hashimoto K., Masumoto T., Corrosion resistivity of amorphous iron alloys containing chromium, J. Jap. Inst. Met. 38, 835-41, 1974.
- Serway, R. A. & Jewett, J.W. (2008). Physics for scientists and engineers with modern physics, Seventh Edition, Chapter 46, 1555 p.
- Schnider J., Springmann B., Zaveta K., Induced anisotropy and magnetic after-effects in amorphous alloys, Czechoslovak Journal of Physics, Volume 35, Issue 11, pp. 1285-1302, 1985. RQ5, S., Steeb H., Warlimont, Rapidly quenched metals, Vols. I and II (North-Holland, Amsterdam), 1295, 1985.
- Sherwood R.C., Gyorgy E.M., Chen H.S., Ferris S.D., Norman G., Leamy H. J., Ferromagnetic behavior of metallic glasses, AIP Conf. Proc. 24, 745-746, 1974.

- Soohoo R.F, Magnetic Thin Films, Harper & Row, New York, p. 184, 1965.
- Stoica M., Bardos A., Roth S., Improved synthesis of bulk metallic glasses by currentassisted copper mould casting, Adv. Eng. Mater. 13: 38–42, 2011.
- Susumu K., Shin-ichi, Y., Hisamichi K., Composition control of Pd-Cu-Si metallic glassy alloys for thin film hydrogen sensor, Mater. Trans. 51: 2133–2138, 2010.
- Şahingöz R., Metalik cam üretimi elektrik ve manyetik özelliklerinin incelenmesi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, 122 s., 1996.
- Şahingöz R., Erol M., Gibbs M. R., Observation of changing of magnetic properties and microstructure of metallic glass Fe₇₈Si₉B₁₃ with annealing, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, cilt 271, sa.1, ss.74-78, 2004.
- Yalçın O., Kazan S., Şahingöz R., Yıldız F., Yerli, Y., Aktaş B., Thickness dependence of magnetic properties of Co₉₀Fe₁₀ nanoscale thin films. Journal Of Nanoscience And Nanotechnology , 8; 2, 841-845 pp., 2008.
- Şahingöz R., Erol M., Yılmaz S., Kazan S., Topkaya R., Investigation of magnetic profile of Fe₇₇Cr₂Si₅B₁₆ metallic glass by using ferromagnetic resonance FMR and vibrating sample magnetometry VSM techniques. Optoelectronics and Advanced Materials , cilt.4, sa.4, ss. 465-469, 2010.
- Şahingöz R., Erol M., Yılmaz S., Kazan S., The structural transformation from metallic glass to nanostructure and improvement of the magnetic properties by using pulse annealing method (PAM), Journal of Non-Oxide Glasses, Volume 1, Number 1, p. 81-89, 2009.
- Ulutaş C., Kimyasal depolama yöntemi ile elde edilmiş MnS ince filmlerinin özelliklerine ısısal tavlamanın etkisi. Ç. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 140 s., 2009.
- Wyslocki J.J., Pawlik P., Arc-plasma spraying and suction casting methods in magnetic materials manufacturing. J Achievements Matter. Manuf. Eng. 43: 463–468, 2010.